



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0620913-0 A2**

(22) Data de Depósito: 28/12/2006
(43) Data da Publicação: 29/11/2011
(RPI 2134)



(51) *Int.Cl.:*
D06M 15/427
D06M 15/37

(54) **Título:** FIBRAS ÓXIDAS DE CERÂMICA

(30) **Prioridade Unionista:** 30/12/2005 US 60/755.690

(73) **Titular(es):** 3M Innovative Properties Company

(72) **Inventor(es):** Carol-Lynn Spawn, Larry R. Visser, Richard M. Flynn

(74) **Procurador(es):** Nellie Anne Daniel-shores

(86) **Pedido Internacional:** PCT US2006049464 de 28/12/2006

(87) **Publicação Internacional:** WO 2007/079167de 12/07/2007

(57) **Resumo:** FIBRAS ÓXIDAS DE CERÂMICA. Trata-se de uma estopa de fibras óxidas de cerâmica substancialmente contínuas que têm um material de engomadura. As estopas de acordo com a presente invenção são úteis, por exemplo, para fabricar fios matriciais metálicos.

"FIBRAS ÓXIDAS DE CERÂMICA"

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a fibras óxidas de cerâmica, mais particularmente a fibras óxidas de cerâmica com material de engomadura.

ANTECEDENTES

De modo geral, são conhecidas fibras óxidas de cerâmica substancialmente contínuas. Exemplos destas incluem as fibras de alumina policristalinas como aquelas comercializadas pela 3M Company, St. Paul, MN (EUA) sob o nome comercial "NEXTEL 610", as fibras de aluminosilicato como aquelas comercializadas pela 3M Company sob os nomes comerciais "NEXTEL 440", "NEXTEL 550" e "NEXTEL 720", e as fibras de aluminosilicato como aquelas comercializadas pela 3M Company sob o nome comercial "NEXTEL 312". Estas fibras contínuas são incorporadas a vários compósitos matriciais metálicos (por exemplo, de alumínio e titânio) e compósitos matriciais poliméricos (por exemplo, epóxi) para reforçar e aumentar a rigidez destes compósitos.

É desejável que a rigidez dos compósitos seja mantida. A rigidez do compósito é aumentada por fibras que tenham tão poucas descontinuidades quanto possível. A descontinuidade pode ocorrer, por exemplo, quando a fibra contínua é desenrolada do carretel e se quebra ou desfia, o que é comumente chamado de desfiamento. É desejável eliminar, minimizar ou pelo menos reduzir estas descontinuidades produzidas durante o processo de desenrolamento para permitir a produção de compósitos

matriciais metálicos ou poliméricos de maior rigidez.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Em um aspecto, a presente invenção fornece uma estopa de fibras óxidas de cerâmica refratárias substancialmente contínuas (isto é, que mantêm sua integridade ou utilidade a temperaturas na faixa de 820°C a 1400°C), sendo que cada fibra óxida de cerâmica tem uma superfície externa, e sendo que, ao menos, uma porção das superfícies externas de, ao menos, algumas das fibras óxidas de cerâmica têm um material de engomadura nelas. O material de engomadura compreende uma composição representada pela fórmula:



sendo que R' é selecionado a partir de C_xH_{2x+1} , sendo que x é 1 a 8 ou -H; R é selecionado do grupo que consiste em $(C_yH_{2y})-$ (o qual pode ser linear ou ramificado), sendo que y é 1 a 4, e

$-CH_2-O-(CH_2)_m-$, sendo que m = 2 a 5; e sendo que n é escolhido de modo que o peso molecular numérico médio esteja em uma faixa de 500 g/mol a 7.000.000 g/mol. Normalmente, o peso molecular numérico médio está em uma faixa de 500 g/mol a 3.000.000 g/mol (em algumas modalidades, em uma faixa de 500 g/mol a 600.000 g/mol, 500 g/mol a 400.000 g/mol, 500 g/mol a 300.000 g/mol, ou até mesmo 4.000 g/mol a 40.000 g/mol). Normalmente, o material de engomadura fornece um peso complementar em uma faixa de 0,5 a 10 por cento, em peso.

O termo "fibra contínua" refere-se à fibra com um

comprimento de pelo menos 30 metros. Em algumas modalidades, as fibras refratárias são cristalinas (isto é, tem um padrão da difração de raios X por pó discernível). Em algumas modalidades, a fibra é pelo menos 50 (em algumas modalidades, ao menos 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98, 99, ou mesmo 100) por cento, em peso, cristalina. Em algumas modalidades, as fibras óxidas de cerâmica refratárias (incluindo fibras óxidas de cerâmica cristalinas) compreendem ao menos um de (a) ao menos 40 (em algumas modalidades, ao menos 50, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98, 99, ou mesmo 100) por cento, em peso, de Al_2O_3 , com base no conteúdo óxido total de cada fibra respectiva, ou (b) não mais de 40 (em algumas modalidades, não mais de 35, 30, 25, 20, 15, 10, 5, 4, 3, 2, 1, 0,5, 0,1, ou mesmo zero) por cento, em peso, coletivamente de SiO_2 , Bi_2O_3 , B_2O_3 , P_2O_5 , GeO_2 , TeO_2 , As_2O_3 , e V_2O_5 , com base no conteúdo óxido total de cada fibra respectiva.

Observou-se que o material de engomadura tem proporciona lubricidade e proteção às mechas de fibra durante o manuseio. Para alguns usos da fibra, por exemplo, como reforço em um compósito matricial de metal, a engomadura é, tipicamente, removida durante o processamento anterior à aplicação do metal à fibra. A engomadura pode ser removida, por exemplo, queimando-a até que seja eliminada das fibras.

DESCRIÇÃO

Exemplos de fibras óxidas de cerâmica refratárias adequadas incluem fibras de alumina, fibras de

aluminosilicato, fibras de aluminoborato, fibras de aluminoborosilicato, fibras de zircônia-sílica e combinações das mesmas. Exemplos de fibras óxidas de cerâmica refratárias cristalinas adequadas incluem fibras de alumina, fibras de aluminosilicato, fibras de aluminoborato, fibras de aluminoborosilicato, fibras de zircônia-sílica e combinações das mesmas. Exemplos de fibras óxidas de cerâmica refratárias não-cristalinas adequadas incluem fibras de alumínio borosilicato, fibras de aluminoborato, fibras de zircônia-sílica e combinações das mesmas. Em algumas modalidades, é desejável que as fibras compreendam, ao menos, 40 (em algumas modalidades, ao menos 50, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 96, 97, 98, 99, ou mesmo 100) %, por volume de Al_2O_3 , com base no volume total da fibra. Em algumas modalidades, é desejável que as fibras estejam compreendidas em uma faixa de 40 a 70 (em algumas modalidades, em uma faixa de 55 a 70, ou mesmo 55 a 65) %, por volume de Al_2O_3 , com base no volume total da fibra.

As fibras parcialmente cristalinas podem compreender uma mistura de cerâmica cristalina e fases amorfas (isto é, uma fibra pode conter tanto cerâmica cristalina quanto fases amorfas). Tipicamente, as fibras cerâmicas contínuas têm um diâmetro da fibra médio de ao menos cerca de 5 micrômetros, mais tipicamente, em uma faixa de cerca de 5 micrômetros a cerca de 20 micrômetros; Em algumas modalidades, em uma faixa de cerca de 5 micrômetros a cerca de 15 micrômetros.

Fibras de alumina são descritas, por exemplo, na

patente U.S. nº 4.954.462 (Wood et al.) e 5.185.299 (Wood et al.). Em algumas modalidades, as fibras de alumina são fibras policristalinas de alumina alfa, e compreendem, em uma base óxida teórica, mais que 99 por cento, em peso, de Al_2O_3 e 0,2 a 0,5 por cento, em peso, de SiO_2 , com base no peso total das fibras de alumina. Em um outro aspecto, algumas fibras policristalinas de alumina alfa desejáveis compreendem alumina alfa com um tamanho de grão médio menor que 1 micrômetro (ou mesmo, em algumas modalidades, menor que 0,5 micrômetro). Em um outro aspecto, em algumas modalidades, as fibras policristalinas de alumina alfa têm uma resistência à tração média de, ao menos, 1,6 GPa (em algumas modalidades, ao menos, 2,1 GPa, ou mesmo, ao menos, 2,8 GPa), conforme determinado de acordo com o teste de resistência à tração descrito na patente U.S. nº 6.460.597 (McCullough et al.). As fibras de alumina alfa exemplificadoras são comercializadas sob a designação comercial de "NEXTEL 610" junto à 3M Company, St. Paul, MN, EUA.

As fibras de aluminosilicato são descritas, por exemplo, na patente U.S. nº 4.047.965 (Karst et al.). As fibras de aluminosilicato exemplificadoras são comercializadas sob a designação comercial de "NEXTEL 440", "NEXTEL 550" e "NEXTEL 720" junto à 3M Company de St. Paul, MN, EUA.

As fibras de alumínio borato e aluminoborosilicato são descritas, por exemplo, na patente U.S. nº 3.795.524 (Sowman). As fibras de alumínio borosilicato

exemplificadoras são comercializadas sob a designação comercial de "NEXTEL 312" junto à 3M Company.

As fibras de zircônia-sílica exemplificadoras são descritas, por exemplo, na patente U.S. n° 3.795.524
5 (Sowman).

As estopas são conhecidas na técnica de fibra e tipicamente incluem, em geral, uma pluralidade de fibras não-torcidas (individuais) (tipicamente ao menos 100 fibras, mais tipicamente ao menos 400 fibras). Em algumas
10 modalidades, as estopas compreendem ao menos 780 fibras individuais por estopa e, em alguns casos, ao menos 2600 fibras individuais por estopa ou ao menos 5200 fibras individuais por estopa. Estopas de várias fibras cerâmicas estão disponíveis em uma variedade de comprimentos,
15 incluindo 300 metros, 500 metros, 750 metros, 1000 metros, 1500 metros e mais longas. As fibras podem ter um formato em seção transversal que seja circular, elíptico ou no formato de osso canino.

A(s) estopa(s), de acordo com a presente invenção,
20 pode(m) ser produzida(s) mediante um método que compreende:

fornecer uma estopa de fibras óxidas de cerâmica substancialmente contínuas, sendo que cada fibra óxida de cerâmica tem uma superfície externa;

revestir ao menos uma porção das superfícies
25 externas de ao menos algumas das fibras óxidas de cerâmica com um material de engomadura de base aquosa; e

Remover ao menos uma porção da água. O material de engomadura de base aquosa compreende uma composição

representada pela fórmula:



sendo que R' é selecionado a partir de C_xH_{2x+1} , sendo que x é 1 a 8 ou -H; R é selecionado do grupo formado por $-(C_yH_{2y})-$, onde y é 1 a 4, e $-CH_2-O-(CH_2)_m-$, onde m é 2 a 5; e sendo que n é escolhido de modo que o peso molecular numérico médio fique na faixa de 500 g/mol a 7.000.000 g/mol; Normalmente, o peso molecular numérico médio está em uma faixa de 500 g/mol a 3.000.000 g/mol (em algumas modalidades, em uma faixa de 500 g/mol a 600.000 g/mol, 500 g/mol a 400.000 g/mol, 500 g/mol a 300.000 g/mol, ou até mesmo 4.000 g/mol a 40.000 g/mol).

Materiais de engomadura adequados incluem poli(óxido de tetrametila) (disponível, por exemplo, junto à Invista, Wichita, KS, sob a designação comercial de "TERATHANE 2900" (peso molecular numérico médio 2.900 g/mol)), polietileno glicol (disponível, por exemplo, junto à Clariant GmbH Functional Chemicals Division, Frankfurt, Alemanha, sob a designação comercial de "POLYGLYKOL 35000" (peso molecular numérico médio 35.000 g/mol) "POLYGLYKOL 20000" (peso molecular numérico médio 20.000 g/mol), "POLYGLYKOL 4000S" (peso molecular numérico médio 4000 g/mol), "POLYGLYKOL 8000S" (peso molecular numérico médio 8000 g/mol), "POLYGLYKOL 1500S" (peso molecular numérico médio 1500 g/mol)), e peso molecular alto numérico médio de materiais de óxido de polietileno (disponível, por exemplo, junto à Dow Chemical, Midland, MI, EUA, sob a designação comercial de "POLYOX WSR N-3000" (peso

molecular numérico médio 400.000 g/mol), "POLYOX WSR N-750" (peso molecular numérico médio 300.000 g/mol) e "POLYOX WSR-301" (peso molecular numérico médio 4.000.000 g/mol).

5 Materiais de engomadura solúveis em água como poli(etilenos glicóis) podem ser dissolvidos em água para fornecer o material de engomadura de base aquosa. A concentração de materiais de engomadura solúveis em água no material de engomadura de base aquosa pode ser escolhida conforme for desejado. Tipicamente, tais materiais de engomadura de base aquosa são produzidos pela combinação de 10 material de engomadura solúvel em água e água, para fornecer material de engomadura de base aquosa que está compreendida, em peso, em uma faixa de 1 a 30 por cento; Em algumas modalidades, em uma faixa de 1 a 10 por cento de materiais de engomadura solúveis em água. 15

Quando se usa materiais que não são solúveis em água (por exemplo, poli(óxido de tetrametila)), o material de engomadura de base aquosa é emulsionado. Tais emulsões podem ser produzidas com o uso de tensoativos. Tipicamente, 20 a quantidade de tensoativo usado para produzir a emulsão está em uma faixa de 0,5 a 10% por cento, em peso, do material a ser emulsionado, embora quantidades de tensoativo fora desta faixa possam, também, ser úteis. Tipicamente, a emulsão está em uma faixa de 5 a 50 por cento, em peso, de 25 sólidos. Se o percentual de sólido da emulsão estiver mais alto que o desejado, esta pode ser diluída em água.

Em geral, os materiais de engomadura têm sido observados na técnica por sua capacidade de proporcionar (a)

união das fibras na estopa em um feixe coesivo, (b) boas características de lubrificação/liberação, de modo que as fibras/estopas não adiram ao equipamento e aos guias de rosca, e tenham lubrificação para reduzir a fricção e a aderência às superfícies que estejam em contato com a estopa durante o manuseio, e (c) habilidade para serem rapidamente oxidados sem deixar resíduos na fibra (por exemplo, resíduo contendo carbono), em temperaturas relativamente baixas ou moderadas (por exemplo, 700°C). O último é, particularmente, desejável em modalidades do processo de fabricação de fios matriciais de metal, sendo que o material de engomadura é, tipicamente, removido com facilidade em um período de tempo relativamente curto (por exemplo, menor que 30 segundos), pelo aquecimento das estopas em temperaturas relativamente baixas ou moderadas. A remoção do material de engomadura é acentuada pelo bombeamento de um gás oxidante (por exemplo, ar) na região onde o material de engomadura está sendo oxidado. Embora as taxas de fluxo desejadas do gás oxidante dependam de circunstâncias específicas (por exemplo, o material de engomadura específico, a quantidade de material de engomadura, a velocidade da fibra, a temperatura, o comprimento da zona quente, etc.), as taxas de fluxo exemplificadoras incluem taxas de fluxo em uma faixa de cerca de 5 litros/min. a cerca de 10 litros/min.

Adicionalmente, o material de engomadura especificado para a presente invenção pode ser aplicado de maneira eficaz à fibra (por exemplo, fibra a uma temperatura na faixa de cerca de 15°C a 200°C), incluindo a aplicação do

material de engomadura à fibra, à medida que este sai da fornalha de sinterização.

As estopas, de acordo com a presente invenção são úteis, por exemplo, para fabricar compósitos de fios matriciais de metal. Os materiais matriciais de metal exemplificadores incluem alumínio, zinco, estanho, magnésio e ligas dessas substâncias (por exemplo, uma liga de alumínio e cobre). As técnicas para produção de fios compósitos matriciais de metal são conhecidas na técnica, e incluem as descritas, por exemplo, nas patentes U.S. n° 5.501.906 (Deve), 6.180.232 (McCullough et al.), 6.245.425 (McCullough et al.), 6.336.495 (McCullough et al.), 6.544.645 (McCullough et al.), 6.447.927 (McCullough et al.), 6.460.597 (McCullough et al.), 6.329.056 (Deve et al.), 6.344.270 (McCullough et al.), 6.485.796 (Carpenter et al.), 6.559.385 (Johnson et al.), 6.796.365 (McCullough et al.), 6.723.451 (McCullough et al.) e 6.692.842 (McCullough et al.) e 6.913.838 (McCullough et al.); pedido com n° de série 10/403.643, depositado em 31 de março de 2003, publicação U.S. n° 2005-0178000-A1, depositada em 13 de fevereiro de 2004, publicação U.S. n° 2005-0181228-A1, depositada em 13 de fevereiro de 2004, publicação U.S. n° 2005-0279526-A1, depositada em 17 de junho de 2004, publicação U.S. n° 2005-0279527-A1, depositada em 17 de junho 2004 e patente U.S. n° 7.093.416.

Observou-se que modalidades de fios compósitos matriciais de metal produzidos a partir de fibras engomadas, de acordo com a presente invenção, têm sido mais resistentes

(por exemplo, cerca de 2 a 8%) à medida que se compara com fios compósitos matriciais de metal produzidos a partir de fibras que não incluem o material de engomadura, utilizado na presente invenção (incluindo fibras engomadas com outros materiais de engomadura).

As vantagens e modalidades desta invenção são ilustradas, ainda, pelos exemplos a seguir, porém, os materiais e quantidades específicos citados nesses exemplos, bem como as condições e detalhes, não devem ser interpretados indevidamente como limitadores desta invenção. Todas as partes e porcentagens são medidas em peso, exceto onde indicado em contrário.

EXEMPLOS

EXEMPLO 1

52,2 kg (115 lbs.) de poli(óxido de tetrametileno) sólido (2900 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de INVISTA, Wichita, KS, EUA sob a designação comercial de "TERATHANE 2900") foram derretidas pela colocação em um forno aquecido à 60°C (140°F) de um dia para o outro. Um reservatório encamisado em água revestido com vidro de 284 litros (galão 75), encaixado em um agitador, foi trazido à 60°C (140°F). O agitador foi ajustado a 80 rpm, e o reator carregado com o poli(óxido de tetrametileno) derretido ("TERATHANE 2900"). 52,2 kg (115 lbs.) de acetato de etila (obtido a partir de Sigma-Aldrich, Milwaukee, WI, EUA) foi, então, adicionado ao reator, seguido de 8,7 kg (19,1 lbs.) de octadecilmetil(polióxi etileno[15]) cloreto de amônio

(obtido a partir de Akzo Nobel, Chicago, IL, EUA, sob a designação comercial de "ETHOQUAD 18/25").

Um segundo reservatório encamisado em água revestido com vidro de 284 litros (galão 75), encaixado em um agitador (80 rpm), foi trazido à 60°C (140°F). 114 kg (253 lbs.) de água desionizada; filtrada através de um filtro de 0,2 micron (obtido a partir de C.C. Day Co., Minneapolis, MN, EUA; parte N° 25-10110-002-01-WG), foi adicionada ao reator. A velocidade do agitador foi aumentada para 100 rpm. Uma vez que a temperatura tanto do reator quanto do reservatório atingiu 60°C (140°F), a pressão de nitrogênio no reservatório foi aumentada para permitir que os conteúdos do primeiro reator fluíssem para dentro do segundo reator.

Uma conexão de entrada de água de um homogeneizador em dois estágios (tipo 70-M-310-TBS; obtido a partir de Manton-Gaulin Manufacturing Co., Everett, MA, EUA; purgado com água desionizada) foi fixado à porta de entrada do homogeneizador com um tubo e um filtro de 02 microns (obtido a partir da C.C. Day Co.; parte N° 25-10110-002-01-WG). Um cartucho de filtro de 25 micrômetros (obtido a partir da C.C. Day Co.; parte N° SWF-25-RYA10T) foi fixado entre a saída do reator e a conexão de entrada do homogeneizador. A pressão operacional do homogeneizador foi ajustada a 20,7 MPa (3000 psig), e a mistura bombeada através deste a 20,7 MPa (3000 psig). Uma vez que a saída do homogeneizador consistia em uma emulsão branca azulada sem sólidos, a saída foi encaminhada para tambores com forro de polietileno de

208 litros (galão 55).

A emulsão branca azulada foi passada no homogeneizador por uma segunda vez, e a saída foi encaminhada novamente para tambores com forros de polietileno de 5 208 litros (galão 55). O primeiro reator foi encaixado em um decantador condensado, purgado e limpo com água desionizada, antes que a emulsão branca azulada fosse carregada no reator (limpo). O agitador foi trazido a 60 rpm, e a temperatura da camisa ajustada para 38°C (100°F). O reator foi, então, 10 fechado e um vácuo (8 kPa (60 mm Hg)) extraído dos conteúdos. À medida que foi coletado acetato de etila destilado no decantador, o vácuo foi aumentado vagarosamente para (5,3 kPa (40 mm Hg), para minimizar o excesso de espuma. Quando se coletou 45,4 kg (100 lbs.) de acetato de etila, a destilação 15 se deu por encerrada, o reator foi resfriado para 21°C (70°F), e a emulsão resultante drenada através de um filtro de cartucho de 25 micrômetros (obtido a partir de C.C. Day Co.; parte N°SWF-25-RYA10T), para o interior de caçambas forradas com polietileno de 19 litros (galão 5) e tampados.

20 A emulsão resultante foi revestido com estopas de fibras de alumina alfa (10.000 denier; comercializada pela 3M Company, St. Paul, MN, EUA, sob a designação comercial de "NEXTEL CERAMIC OXIDE FIBER 610" (A fibra usada foi desengomada antes da aplicação da emulsão. A fibra 25 comercializada pela 3M é vendida, tipicamente, com uma engomadura nela. Tal engomadura pode, tipicamente, ser removida pelo aquecimento da fibra por ao menos 700°C durante 5 minutos.) usando uma estação de revestimento, de

acordo com o procedimento exposto a seguir. A emulsão "TERATHANE 2900", conforme descrito acima, foi diluída com água desionizada para 5% da emulsão "TERATHANE 2900", e colocada em uma bandeja de engomadura da estação de revestimento. O cilindro de engomadura coleta a emulsão pela imersão na bandeja de revestimento. A engomadura foi revestida sobre uma estopa de fibra pela passagem da estopa sobre o cilindro de engomadura, em uma taxa de 34,7 m/min. (114 pés/min). A velocidade do cilindro para aplicação de engomadura foi ajustada para fornecer um peso de revestimento líquido de engomadura de 1,5%. A estopa revestida com fibra envolveu os rolos de aço revestidos de cromo com 15 cm (6 polegadas) de diâmetro das latas de secagem, aquecidos até 100°C por 12 vezes e, depois, envolveu os cilindros de cartolina.

A quantidade de engomadura aplicada à estopa de fibra foi determinada pela pesagem de uma peça da estopa de fibra de um metro (3 pés) ($W_{inicial}$), colocando a peça de estopa engomada em uma fornalha a 700°C durante 5 minutos, removendo a amostra da fornalha, permitindo resfriar até a temperatura ambiente, e, então, repesando a amostra (W_{final}). P percentual em peso de engomadura aplicado (S_w) foi calculada usando a seguinte fórmula:

$$S_w = \frac{(W_{inicial} - W_{final})}{W_{inicial}} \times 100$$

O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 2%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 2

Uma jarra de vidro de 4 litros (1 galão) foi carregada com 2858 gramas de água desionizada. Um misturador suspenso encaixado em uma lâmina misturadora de Cowl foi inserido na jarra de vidro, trazido a 500 rpms, e 150 gramas de polietileno glicol (300.000 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Dow Chemical, Midland MI, EUA, sob a designação comercial de "POLYOX WSR N-750") adicionado lentamente (mais de cerca de 30 minutos) no vórtice criado pela lâmina de Cowl. A mistura resultante foi colocada em uma mesa agitadora de plataforma (obtida a partir de New Brunswick Scientific Co. Inc., Edison, NJ, EUA, sob a designação comercial "INNOVA 2000") por cerca de 60 horas.

A solução resultante foi revestida com estopas de fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 1%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 3

O Exemplo 3 foi preparado conforme descrito no Exemplo 2, exceto por 3 gramas de polietileno glicol (1500 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Sigma-Aldrich, Milwaukee, WI, EUA sob a designação comercial de "PEG 1500") que foram adicionados à água desionizada antes do polietileno glicol.

A solução resultante foi revestida com estopas de

5 fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 1,5%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 4

10 O Exemplo 4 foi preparado conforme descrito no Exemplo 2, exceto por 150 gramas de polietileno glicol (20.000 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Sigma-Aldrich, sob a designação comercial de "PEG 20,000") que foi substituído por polietileno glicol. O material resultante foi uma solução límpida.

15 A solução resultante foi revestida com estopas de fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 1%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 5

20 Uma jarra de vidro de 3,8 litros (um galão) foi carregada com 2850 gramas de água desionizada. Um misturador suspenso encaixado em uma lâmina misturadora de Cowl foi inserido na jarra de vidro, trazido a 500 rpms, e 150 gramas de polietileno glicol (35.000 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Clariant Corporation, Mount Holly, NC, EUA, sob a designação comercial de "POLYGLYKOL 35000") adicionado lentamente (mais de cerca de 25 10 minutos) no vórtice criado pela lâmina de Cowl. O

material resultante foi uma solução límpida e sem cor.

A solução resultante foi diluída e revestida com estopas de fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi
5 cerca de 1%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 6

Um béquer de aço inoxidável de 6 litros foi
10 carregado com 2970 gramas de água desionizada e um misturador (Modelo N° ME100L obtido a partir de Charles Ross & Son Co. Hauppauge, NY, EUA; sob a designação comercial de "ROSS MIXER EMULSIFIER") foi inserido no béquer. O misturador foi trazido a 5000 rpm, e 30 gramas de polietileno glicol
15 (4.000.000 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Dow Chemical sob a designação comercial de "POLYOX WSR-301") foram adicionadas vagarosamente (mais de cerca de 15 minutos) à água. A mistura resultante foi colocada em uma mesa agitadora (vide Exemplo 2; a 125 rpm) por 12 horas.

20 A solução resultante foi revestida com estopas de fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 1,5%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo
25 das fibras.

EXEMPLO 7

Um béquer de aço inoxidável de 6 litros foi carregado com 2985 gramas de água desionizada. Um misturador

suspensão encaixado em uma lâmina misturadora de Cowl foi inserido na jarra de vidro, trazido a 500 rpms, e 15 gramas de polietileno glicol (7.000.000 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Dow Chemical sob a designação comercial de "POLYOX WSR-303") foram adicionadas vagorosamente (mais de cerca de 30 minutos) à água. A mistura resultante foi colocada em uma mesa agitadora (vide Exemplo 2; a 125 rpm) por 12 horas.

A solução resultante foi revestida com estopas de fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 2%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

15 EXEMPLO 8

Um béquer de aço inoxidável de 6 litros foi carregado com 2850 gramas de água desionizada e um misturador ("ROSS MIXER EMULSIFIER"), encaixado em um cabeçote de triagem Ross, foi inserido no béquer. O misturador foi trazido a 5000 rpm, e a água aquecida a cerca de 60°C, 30 gramas de polietileno glicol ("POLYOX WSR N-750") foram adicionadas vagorosamente (mais de cerca de 15 minutos) à água. A mistura resultante foi colocada em uma mesa aplicadora de esfera convencional (a cerca de 40 rpm) por 12 horas, rendendo uma solução turva.

A solução resultante foi revestida com estopas de fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de

1,3%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 9

5 Um béquer de aço inoxidável de 6 litros foi carregado com 2850 gramas de água desionizada e um misturador ("ROSS MIXER EMULSIFIER"), encaixado em uma lâmina dispersante Ross, foi inserido no béquer. O misturador foi trazido a 5000 rpm, e 150 gramas de polietileno glicol (400000 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Dow Chemical sob a designação comercial de "POLYOX WSR-3000") foram adicionadas vagarosamente (mais de cerca de 30 minutos) à água. Isto resultou em uma solução límpida.

15 A solução resultante foi revestida com estopas de fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 1,5%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 10

O Exemplo 10 foi preparado conforme descrito no Exemplo 3, exceto por polietileno glicol (4000 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Clariant Corporation, sob a designação comercial de "POLYGLYKOL 4000S") que foi adicionado à água desionizada, em vez do polietileno glicol "PEG 1500".

A solução resultante foi revestida com estopas de

5 fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 1,3%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 11

10 O Exemplo 11 foi preparado conforme descrito no Exemplo 10, exceto por polietileno glicol (8000 g/mol de peso molecular numérico médio; obtido a partir de Clariant Corporation, sob a designação comercial de "POLYGLYKOL 8000S") que foi adicionado à água desionizada, em vez do polietileno glicol "POLYGLYKOL 4000S".

15 A solução resultante foi revestida com estopas de fibras de alumina, conforme descrito no Exemplo 1. O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 2%, em peso. Observou-se visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

EXEMPLO 12

20 O Exemplo 12 foi preparado conforme descrito no Exemplo 2, exceto por 147 gramas de "POLYOX WSR N-750" e 3,02 gramas de "PEG-1500" que foram adicionadas à água desionizada, em vez de 150 gramas do polietileno glicol "POLYOX WSR N-750". O peso complementar do material de engomadura seco foi cerca de 1,2%, em peso. Observou-se
25 visualmente que o material de engomadura foi queimado, sendo assim eliminado por completo das fibras.

Diversas modificações e alterações da presente

invenção se tornarão evidentes para os versados na técnica sem se desviar do escopo e intenção desta invenção e deve ser entendido que a presente invenção não deve ser indevidamente limitada pelas modalidades ilustrativas aqui apresentadas.

REIVINDICAÇÕES

1. Estopa de fibras óxidas de cerâmica substancialmente contínuas, **CARACTERIZADA** pelo fato de que cada fibra óxida de cerâmica tem uma superfície externa, em que
5 pelo menos uma porção das superfícies externas de pelo menos parte das fibras óxidas de cerâmica contém um material de engomadura que compreende uma composição representada pela fórmula:



10 em que:

R' é selecionado entre C_xH_{2x+1} , em que x é 1 a 8 ou -H;

R é selecionado do grupo consistindo em $-(C_yH_{2y})-$, em que y é 1 a 4, e $-CH_2-O-(CH_2)_m-$, em que m é 2 a 5; e

15 n é escolhido de modo que o peso molecular numérico médio fique na faixa de 500 g/mol a 7.000.000 g/mol.

2. Estopa, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que as fibras óxidas de cerâmica substancialmente contínuas são cristalinas.

20 3. Estopa, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que as fibras óxidas de cerâmica substancialmente contínuas são selecionadas do grupo consistindo em fibras de alumina cristalina, fibras de aluminossilicato cristalino, fibras de aluminoborosilicato
25 cristalino e combinações das mesmas.

4. Estopa, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADA** pelo fato de que n é escolhido de modo que o peso molecular numérico médio fique na faixa de 500 g/mol a

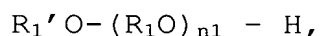
3.000.000 g/mol.

5. Estopa, de acordo com a reivindicação 1, **CA-
RACTERIZADA** pelo fato de que n é escolhido de modo que o
peso molecular numérico médio fique na faixa de 500 g/mol a
5 400.000 g/mol.

6. Método para fornecer a estopa de fibras óxidas
de cerâmica substancialmente contínuas conforme definidas
na reivindicação 1, o método sendo **CARACTERIZADO** por com-
preender:

10 fornecer uma estopa de fibras óxidas de cerâmica
substancialmente contínuas, em que cada fibra óxida de ce-
râmica tem uma superfície externa;

revestir pelo menos uma porção das superfícies
externas de pelo menos uma parte das fibras óxidas de cerâ-
15 mica com um material de engomadura de base aquosa, em que
tal material de engomadura compreende uma composição repre-
sentada pela fórmula:



em que:

20 R_1' é selecionado entre $C_{x1}H_{2x1+1}$, em que x_1 é 1 a 8
ou -H;

R_1 é selecionado do grupo formado por $-(C_{y1}H_{2y1})-$,
em que y_1 é 1 a 4, e $-CH_2-O-(CH_2)_{m1}-$, em que m_1 é 2 a 5; e em
que n é escolhido de modo que o peso molecular numérico
25 médio fique na faixa de 500 g/mol a 7.000.000 g/mol; e

remover ao menos uma porção da água.

7. Método, de acordo com a reivindicação 6, **CARAC-
TERIZADO** pelo fato de que o material de engomadura de base

aquosa é uma solução.

8. Método, de acordo com a reivindicação 6, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o material de engomadura de base aquosa é uma emulsão.

RESUMO

"FIBRAS ÓXIDAS DE CERÂMICA"

Trata-se de uma estopa de fibras óxidas de cerâmica substancialmente contínuas que têm um material de engomadura.

5 As estopas de acordo com a presente invenção são úteis, por exemplo, para fabricar fios matriciais metálicos.