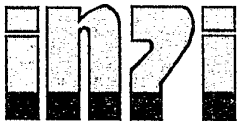
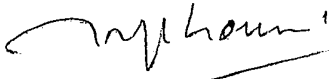




Modalidade e n.º (11)		T D	Data do pedido: (22)	Classificação Internacional (51)
97.516 Z				
Requerente (71): HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, alemã, industrial, com sede em D-6230 Frankfurt am Main 80, República Federal da Alemanha				
Inventores (72): JOSEPH GEIRHOS e DR. INGOLF JACOB				
Reivindicação de prioridade(s) (30)			Figura (para interpretação do resumo)	
Data do pedido	Pais de Origem	N.º de pedido		
30.04.1990	DE	P 40 13 946.8		
Epígrafe: (54) "FIO DE MULTIFILAMENTOS PREVIAMENTE REDEMOINHADO DE FILAMENTOS INDIVIDUAIS COM ELEVADO MÓDULO E PROCESSO PARA A FABRICAÇÃO DESSE FIO"				
Resumo: (máx. 150 palavras) (57)  A presente invenção refere-se a um fio de multifilamentos redemoinhado de filamentos individuais de módulo elevado como, por exemplo, aramida, carbono ou vidro assim como a um processo para a fabricação deste fio. O redemoinhamento com ar tradicional não se emprega praticamente nos fios de elevado módulo porque, dada a sua aspereza, têm tendência a romper-se, o que origina especialmente uma diminuição considerável de força máxima de tracção. A invenção reivindica o redemoinhamento realizado a elevada temperatura - ou por pré-aquecimento do fio ou por aquecimento do ar de redemoinhamento. Surpreendentemente, verificou-se que, des-				

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBRADAS



Modalidade e n.º (11)	T D	Data do pedido (22)	Classificação Internacional (51)
Resumo (continuação) (57)			<u>2</u>
<p>ta forma, com distâncias de redemoinhamento relativamente pequenas, se evita uma diminuição da força máxima de tracção relativamente à finura e se consegue parcialmente na realidade um aumento da força máxima de tracção. O fio de multifilamentos fabricado de acordo com este processo caracteriza-se especialmente por um pequeno número de filamentos individuais partidos. A invenção também se pode utilizar nos chamados fios misturados em que uma parte do fio consiste em filamentos de elevado módulo e a outra parte em filamentos termoplásticos.</p> <p style="text-align: right;"> (Dr. Jorge Garin)</p>			

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBREADAS

4.

"FIO DE MULTIFILAMENTOS PREVIAMENTE REDEMOINHADO DE FILAMENTOS INDIVIDUAIS COM ELEVADO MÓDULO E PROCESSO PARA A FABRICAÇÃO DESSE FIO"

#### DESCRIÇÃO

A presente invenção refere-se a um processo para a fabricação de um fio de multifilamentos com um título total de 500 - 4 000 dtex, de preferência 700 - 3 000 dtex, em que pelo menos uma parte do fio consiste em filamentos individuais de elevado módulo com um módulo inicial maior do que 50 GPa, de preferência maior do que 80 GPa, no qual o fio é redemoinhado num meio de remoinhamento, em especial ar; assim como um fio de multifilamentos deste tipo.

Os fios de elevado módulo deste tipo que consistem em polímeros de elevada massa molecular líquido-cristalinos ou especiais com cadeias pouco flexíveis, como, por exemplo, aramida, carbono e vidro, são em geral muito rígidos. O processo tradicional de redemoinhamento em ar como se utiliza, por exemplo, para aumentar o acabamento do fio ou para misturar com outros componentes do fio, origina, especialmente no caso de elevado grau de redemoinhamento consideráveis dificuldades porque os filamentos individuais, por causa da sua rigidez, são muito difíceis de redemoinhar e por causa da sua fragilidade têm tendência a romper-se, o que se traduz especialmente na considerável diminuição da força máxima de resistência à tracção relativamente à finura (resistência de finura). O acabamento de fios deste tipo é, portanto, insuficiente e por causa do grande número de rupturas dos

filamentos individuais não é possível fabricar um fio liso isento de borbotos. Um intenso redemoinhamento do ar dos fios de elevado módulo deste tipo não origina portanto resultados aceitáveis na prática.

Por meio da presente invenção, proporciona-se um processo para a fabricação de um fio de multifilamentos de elevado módulo, assim como um fio de multifilamentos deste tipo que permite obter um elevado acabamento de fio e que é o mais possível liso e isento de borbotos. Deve notar-se especialmente uma diminuição da força máxima de tracção relativamente à finura provocada pelo redemoinhamento.

Para atingir este objectivo, propõe-se um processo com as características típicas mencionadas antes de acordo com a presente invenção, que se caracteriza pelo facto de o redemoinhamento se realizar a uma temperatura de  $(0,25 - 0,9)T_s$ , em que o símbolo  $T_s$  representa a temperatura de fusão ou a temperatura de decomposição dos filamentos individuais de elevado módulo, expressa em graus Celsius.

O fio de multifilamentos de acordo com a presente invenção caracteriza-se pelo facto de a distância média de redemoinhamento do fio, medida no ensaio de agulha (por meio de um Rothschild Entanglement Tester 2050), ser menor do que 150 mm e o número de rupturas dos filamentos individuais, medido pelo processo da estufa de luz num lado do fio, ser menor do que 20/m.

A patente de invenção norte-americana Nº 29 85 995 que serve de base ao processo de redemoinhamento contém já a indicação geral de que o redemoinhamento de fios se pode realizar a uma temperatura elevada, em especial no caso de tensão demasiadamente grande dos fios e/ou a uma pressão demasiadamente pe

4.

quena do meio de redemoinhamento, sendo favorável uma determinada plastificação do fio por modificação e/ou aquecimento do meio de redemoinhamento. Este pensamento é aproveitado nas memórias descritivas das patentes de invenção norte-americanas Nº 30 69 836 e Nº 30 83 523, em que fios de poliéster ou de poliamida são redemoinhados com ar aquecido para produzir fios que têm um pequeno encolhimento. Na memória descritiva da patente de invenção europeia Nº 01 64 624, redemoinha-se um fio de poliéster com ar aquecido para que o fio possa ser enrolado no estado aquecido. A memória descritiva da patente de invenção alemã oriental Nº 240 032 finalmente descreve a preparação de um fio de poliamida, poliéster ou poliolefina em que o fio é tratado num dispositivo de acabamento do fio com vapor de água ou ar quente húmido para se obter uma seda bobinável sem dificuldade.

Contrariamente a este estado da técnica, a presente invenção baseia-se no conhecimento de que, no caso de fios de multifilamentos com módulos especialmente elevados, o redemoinhamento a quente ao contrário do redemoinhamento de frio, não tem praticamente como consequência nenhuma diminuição da força máxima de resistência à tracção relativamente à finura e assim poder originar o aumento da força máxima de tracção. Com efeito, consegue-se pela primeira vez preparar um fio de multifilamentos fortemente redemoinhado com um módulo inicial maior do que 50 GPa, que tem um elevado acabamento do fio, é liso e praticamente isento de irregularidades e cuja elevada força de tracção relativamente à finura não é menor ou não é essencialmente menor do que a do fio não redemoinhado.

Convenientemente, redemoinha-se o fio tão intensamen-

te que a distância média de redemoinhamento do fio, medida no ensaio de agulha, é menor do que 150 mm, de preferência menor do que 70 mm ou 50 mm.

Para o redemoinhamento, podem utilizar-se bocais de redemoinhamento usuais. A distância de redemoinhamento ou a intensidade de redemoinhamento determina-se principalmente pela pressão do meio de redemoinhamento e pelo tipo especial dos bocais. Para atingir a distância de redemoinhamento pretendida, deve escolher-se com determinado tipo de bocal uma pressão de redemoinhamento correspondente. Convenientemente, a pressão de trabalho fica compreendida dentro do intervalo de 1 a 10 bar, de preferência 1,5 a 8 bar e, em especial, 2 a 4 bar.

A temperatura de redemoinhamento está compreendida, de preferência, dentro do intervalo de  $(0,5 - 0,9)T_s$ , em especial de  $(0,7 - 0,8)T_s$ . Se, por exemplo, os filamentos individuais de elevado módulo consistirem em aramida, então a temperatura de redemoinhamento está convenientemente compreendida dentro do intervalo de 200 a 360°C, sendo de preferência igual a 300°C. No caso de fios de fibras de carvão, a temperatura de redemoinhamento está compreendida entre 200 e 500°C, de preferência entre 300 e 500°C. Nos filamentos individuais de elevado módulo que consistem em vidro, então a temperatura de redemoinhamento está compreendida dentro do intervalo de 300 a 600°C, de preferência entre 300 e 500°C.

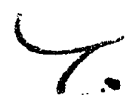
Os filamentos individuais de elevado módulo podem ser aquecidos antes do redemoinhamento até à temperatura de redemoinhamento em que o aquecimento se pode realizar por meio de tambores, superfícies de aquecimento, tubos de aquecimento, aquecimento por irradiação sob tensão prévia ou com ar quente. Se o

fio total consistir em filamentos individuais de elevado módulo, então o meio de redemoinhamento pode também ser aquecido até à temperatura de redemoinhamento.

A invenção pode utilizar-se não só para fios de um componente, mas também para os chamados fios misturados nos quais apenas uma parte do fio é constituída por filamentos individuais de elevado módulo e a outra parte por filamentos individuais termoplásticos com módulo inicial pequeno. A expressão "fio intermisturado" é esclarecida, por exemplo, em *Chemiefasern/Textilindustrie (Industrie Textilien)*, 39/91, T 185 (1989). Neste caso, só se aquecem previamente os filamentos individuais de elevado módulo à temperatura de redemoinhamento, enquanto os filamentos individuais termoplásticos com baixo ponto de fusão não são previamente aquecidos e o meio de redemoinhamento também não é aquecido.

Como filamentos individuais termoplásticos de pequeno módulo inicial, interessam, por exemplo, PEEK (poliéter-éter-cetona), PEI (polieterimida), PET (politereftalato de etileno) e PPS (poli-sulfureto de fenileno).

Como já se mencionou, os fios de multifilamentos preparados de acordo com a presente invenção caracterizam-se pelo facto de possuírem um mínimo de fios partidos do filamento individual menor do que 20 por metro. De preferência, o número de fios partidos é na realidade menor do que 10 por metro e pode na realidade ser quase nulo, em especial menor do que 3/m e de maneira muito especialmente preferida menor do que 0,1/m. Os fios partidos dos filamentos individuais são medidos pelo processo de observação com luz habitual que abrange as extremidades partidas dos filamentos individuais que saem por um lado do fio (por exemplo, com o medidor de pilosidade Shirley do Shirley Institu-



te, Manchester, Reino Unido),

Uma característica importante do fio de multifilamentos preparado de acordo com a presente invenção reside no facto de a força máxima de resistência à tracção relativamente à finura ser essencialmente maior do que a de um redemoinhamento realizado a frio do fio. Isto deve provocar um menor número de fios partidos do filamento individual e, por outro lado, ser compatível com uma direcção vantajosa dos filamentos individuais. Se se tratar de um fio de um único componente, que consiste totalmente em filamentos individuais de elevado módulo, então a força máxima de tracção relativamente à finura do fio redemoinhado deve ser pelo menos 80% do fio não redemoinhado. Frequentemente, obtém-se na realidade uma força máxima de resistência à tracção relativamente à finura pelo menos igual a 90% e, em determinados casos, de até 100% da força do fio não redemoinhado.

Também no caso de fios misturados, a invenção origina o aumento da força de resistência à tracção máxima relativamente à finura em comparação com fios redemoinhados a frio. De facto, os fios intermisturados caracterizam-se por um elevado fechamento do fio e uma grande lisura que podem tornar os fios na realidade aptos para serem tecidos.

Por meio dos diagramas representados nas Figuras, esclarecem-se os Exemplos da presente invenção. Nelas:

as Figuras 1 a 5 representam diagramas em que, para fios de multifilamentos de aramida, se representa graficamente a relação entre a força de resistência à tracção máxima relativamente à finura (resistência à finura) e o redemoinhamento a quente previsto de acordo com a presente invenção;

as Figuras 6 e 7 representam diagramas que se referem

a fios de multifilamentos de vidro e de carbono e representam graficamente a relação entre a resistência à finura e o redemoinhamento a quente previsto de acordo com a presente invenção; e

a Figura 8 representa um diagrama que mostra graficamente a resistência à finura de fios de um componente feitos de acordo com a presente invenção e de fios intermisturados.

No diagrama representado na Figura 1, está representada graficamente a resistência de finura (expressa em cN/tex) de um fio de aramida existente à venda no comércio, em que a curva tracejada "a" se refere a um fio com uma torção Z100 e a curva "b" se refere a um fio não torcido ensaiado para finalidades de investigação. As extremidades da esquerda das duas curvas referem-se ao fio não submetido a redemoinhamento, enquanto a parte média das curvas se refere a fio redemoinhado a frio e as extremidades da direita das curvas se referem a um fio de acordo com a presente invenção que foi redemoinhado depois de aquecimento prévio a 300°C.

Como as duas curvas mostram nitidamente, a resistência da finura diminui consideravelmente com o redemoinhamento a frio, enquanto no caso do redemoinhamento a quente previsto de acordo com a presente invenção se mantém essencialmente constante. No eixo horizontal do diagrama, está representada a distância de redemoinhamento (em milímetros) do fio que, no caso do fio redemoinhado a frio, é igual a 32 milímetros e no caso do fio redemoinhado a quente é igual a 19 mm.

O diagrama da Figura 2 mostra a relação existente entre a resistência da finura e a temperatura de redemoinhamento e, na realidade, para um outro fio de aramida à venda no comér-

cio com a torção Z100. Como é evidente, neste caso a resistência de finura aumenta com a temperatura de redemoinhamento. A distância de redemoinhamento é preponderantemente independente da temperatura de redemoinhamento.

No diagrama da Figura 3 está representada graficamente a relação entre a resistência de finura e os diversos tipos de aquecimento para o fio de aramida utilizado na Figura 1. Assim, pré-aqueceu-se o fio com tambores a 300°C ou pré-aqueceu-se com ar quente a 300 ou a 400°C e de acordo com outra possibilidade aqueceu-se o ar de redemoinhamento a 300°C. Também neste diagrama se indica claramente que a resistência de finura diminui nitidamente com o redemoinhamento a frio enquanto praticamente se mantém ou aumenta no caso de redemoinhamento a quente previsto de acordo com a presente invenção.

No diagrama da Figura 4, além da resistência à finura (curva I), ainda se representa o alongamento (em percentagem; curva II) para o fio de aramida representado na Figura 2. Os quatro pontos de inflexão das duas curvas são válidos para o fio de assentamento não redemoinhado sem torção, o fio de assentamento não redemoinhado com torção de Z1000, assim como o fio redemoinhado a quente com ou sem torção. Também neste fio o redemoinhamento a quente origina um determinado aumento de resistência de finura, enquanto o alongamento permanece praticamente constante.

O diagrama da Figura 5 representa uma série de medições que correspondem à curva I da Figura 4 com a forma de um diagrama de barras para um outro fio de aramida existente no comércio. No diagrama, vê-se que o redemoinhamento de acordo com a invenção não origina diminuição da resistência. Conclui-se ain

da que no caso de elevada torção dos fios (não redemoinhados e redemoinhados) se verifica um aumento da resistência em que esta é maior no fio redemoinhado do que no fio não redemoinhado.

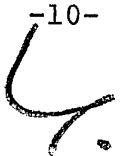
No diagrama da Figura 6, está representada a resistência de finura de um fio de multifilamentos de vidro que primeiramente existiu como fio de colocação não tratado, depois como fio redemoinhado a frio e finalmente como fio redemoinhado a quente. No caso de redemoinhamento a quente, pré-aqueceu-se o fio com ar quente e, na realidade, num caso a 300°C e no outro a 600°C. A pressão de redemoinhamento foi respectivamente igual a 1,0 bar.

Como se vê claramente no diagrama, o redemoinhamento a frio também no caso de fio de vidro origina uma nítida diminuição da resistência de finura, enquanto com o redemoinhamento a quente esta se mantém ou mesmo aumenta.

O diagrama da Figura 7 mostra a mesma relação, no qual a curva inferior se aplica a um fio de vidro de tipo E e a curva superior a um fio de carbono.

No diagrama da Figura 8, está representada a resistência de finura para fios de um componente redemoinhados e não redemoinhados de diferentes materiais, assim como também para diversos fios intermisturados. As barras marcadas com uma cruz referem-se a fios não redemoinhados de aramida, carbono, vidro e PEEK. As barras tracejadas a inclinado aplicam-se aos fios redemoinhados a quente dos mesmos materiais. As colunas marcadas com linhas tracejadas, finalmente, referem-se a fios intermisturados de aramida, carbono ou vidro, com os quais se misturou respectivamente PEEK.

Verifica-se em todos os diagramas que, no caso de redemoinhamento a quente, a temperatura de redemoinhamento foi



igual a  $300^{\circ}\text{C}$ , sempre que, nos diagramas, não se indique outro valor diferente.

R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1.- Processo para a fabricação de um fio de multifilamentos com um título total de 500 - 4000 dtex, de preferência 700 - 3000 dtex, em que pelo menos uma parte do fio consiste em filamentos individuais com um elevado módulo cujo valor inicial é maior do que 50 GPa, de preferência maior do que 80 GPa, no qual o fio é redemoinhado por acção de um meio turbilionario, em especial ar, caracterizado pelo facto de o tratamento por turbilionamento se realizar a uma temperatura de  $(0,25 - 0,9)T_s$ , de preferência de  $(0,5 - 0,9)T_s$ , em que o símbolo  $T_s$  representa a temperatura de fusão ou a temperatura de decomposição dos filamentos individuais com elevado módulo, expressa em °C.

...

2.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o fio ser redemoinhado tão intensamente que a distância de turbilionamento média do fio, medida de acordo com o ensaio de agulha, é menor do que 150 mm, de preferência menor do que 70 mm, ou melhor, menor do que 50 mm.

3.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo facto de os filamentos individuais de elevado módulo consistirem em aramida e a temperatura de redemoinhamento estar compreendida entre 200 e 360°C, de preferência 300°C.

4.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo facto de os filamentos individuais de elevado módulo consistirem em carbono e a temperatura de redemoinhamento estar compreendida entre 200° e 500°C, de preferência entre 300° e 500°C.

5.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo facto de os filamentos individuais de elevado módulo consistirem em vidro e a temperatura de redemoinhamento estar compreendida entre 300° e 600°C, de preferência entre 300° e 500°C.

6.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindi-

cações anteriores, caracterizado pelo facto de os filamentos individuais de elevado módulo serem aquecidos à temperatura de redemoinhamento antes de serem submetidos a esta operação, especialmente por intermédio de almofadas ("galettes"), contacto com superfícies quentes, tubo de aquecimento, aquecimento por radiação sob pré-tensionamento ou por ar quente.

7.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, em que o fio consiste completamente em filamentos individuais de elevado módulo, caracterizado pelo facto de se aquecer o meio que provoca o redemoinhamento à temperatura de redemoinhamento.

8.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 6, em que apenas uma parte do fio consiste em filamentos de elevado módulo e a outra parte consiste em filamentos individuais termoplásticos de um pequeno módulo inicial, de preferência de polieteretercetona (PEEK), polieterimida (PEI), politereftalato de etileno (PET) ou polissulfureto de fenileno (PPS), caracterizado pelo facto de apenas os filamentos individuais de elevado módulo serem pré-aquecidos até à temperatura de redemoinhamento e de o redemoinhamento das duas partes se fazer com meio de redemoinhamento não aquecido.

9.- Fio de multifilamentos com um título total de

500 - 4 000 dtex, de preferência 700 - 3 000 dtex, no qual pelo menos uma parte do fio consiste em filamentos individuais de elevado módulo maior do que 50 GPa, de preferência maior do que 80 GPa, e que é submetido a um tratamento de redemoinhamento, caracterizado pelo facto de a distância média de redemoinhamento do fio, determinado pelo ensaio da agulha, ser menor do que 150 mm, de preferência menor do que 70 mm, e de o número de filamentos individuais partidos, determinado pelo processo de limitação da luz num lado do fio, ser menor do que 20/m, de preferência menor do que 0,1/m.

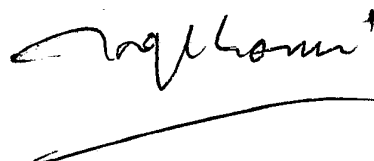
10.- Fio de multifilamentos de acordo com a reivindicação 9, que consiste totalmente em filamentos de elevado módulo, caracterizado pelo facto que a carga máxima de tracção referida à finura do fio submetido a remoinhamento ser pelo menos igual a 80%, de preferência mais do que 100% do fio não tratado.

11.- Fio de multifilamentos de acordo com uma das reivindicações 9 e 10, caracterizado pelo facto de os filamentos individuais de módulo elevado consistirem em aramida, carbono ou vidro.

12.- Fio de multifilamentos de acordo com uma qualquer das reivindicações 9 a 11, caracterizado pelo facto de apenas uma parte do fio consistir nos filamentos individuais de módulo ele-

vado e a outra parte consistir em filamentos individuais termoplásticos de pequeno módulo inicial, em especial de polietereter cetona (PEEK), polieterimida (PEI), politereftalato de etileno (PET) ou polissulfureto de fenileno (PPS).

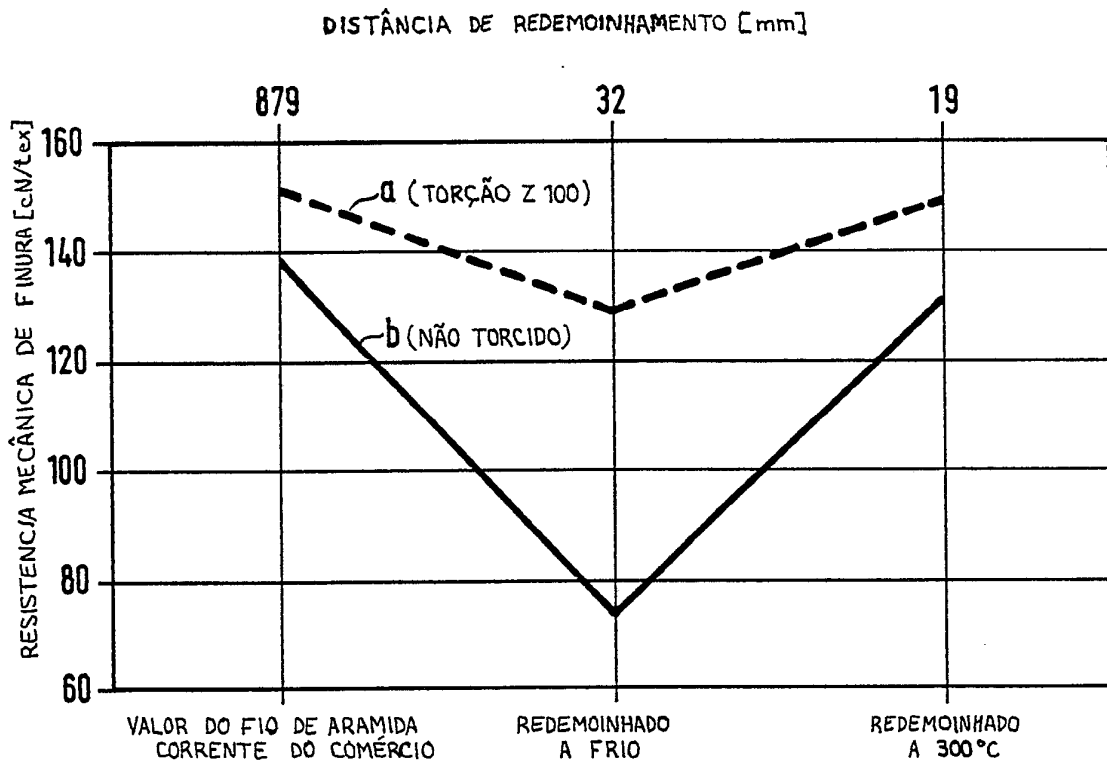
O Agente Oficial da Propriedade Industrial



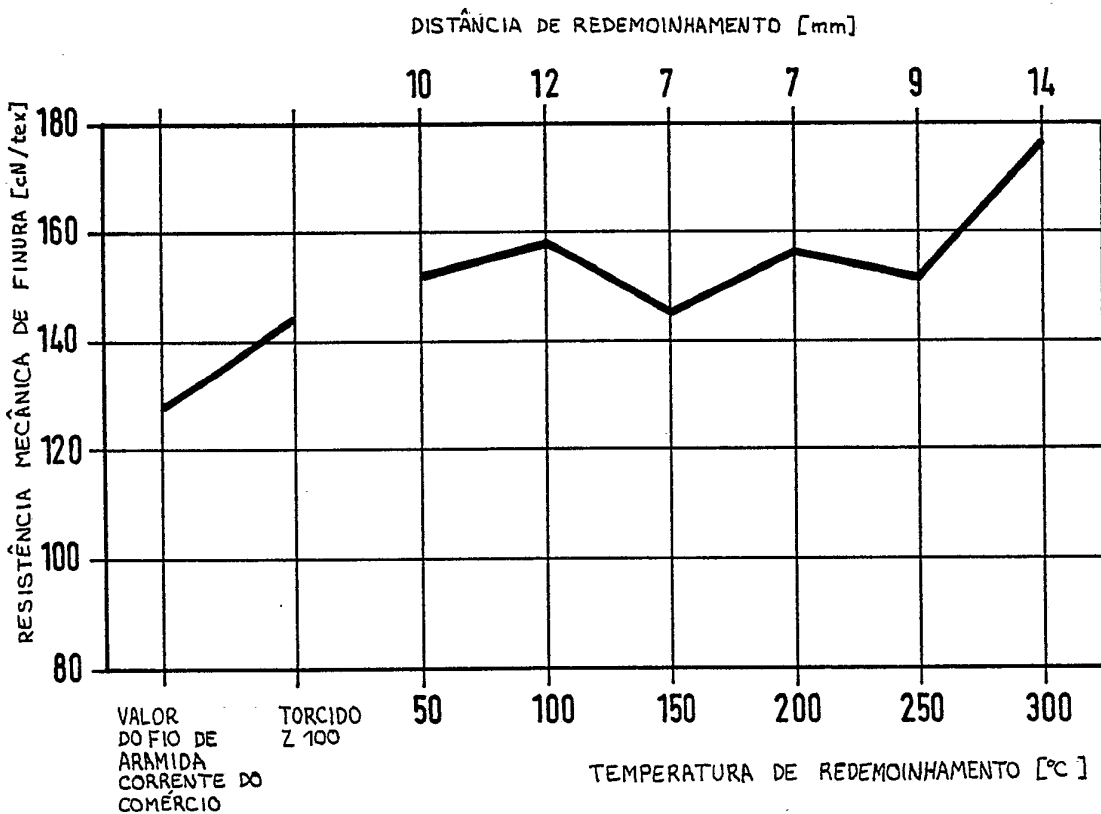
Raphael

4

**Fig. 1**

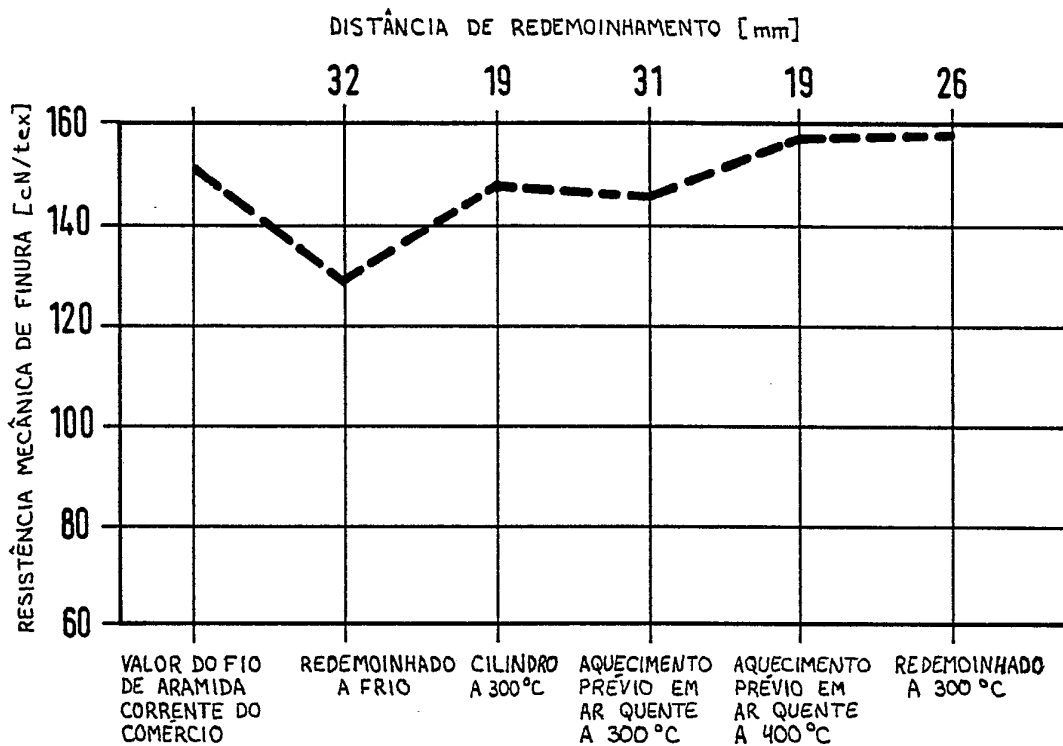


**Fig. 2**

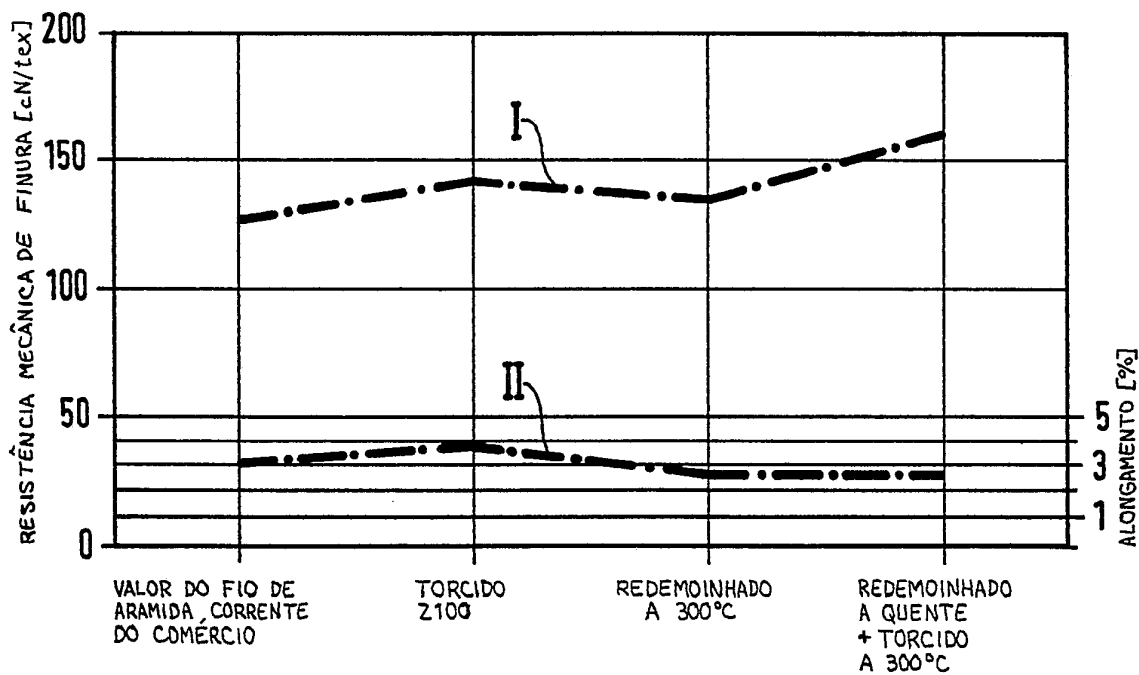


4.

**Fig. 3**

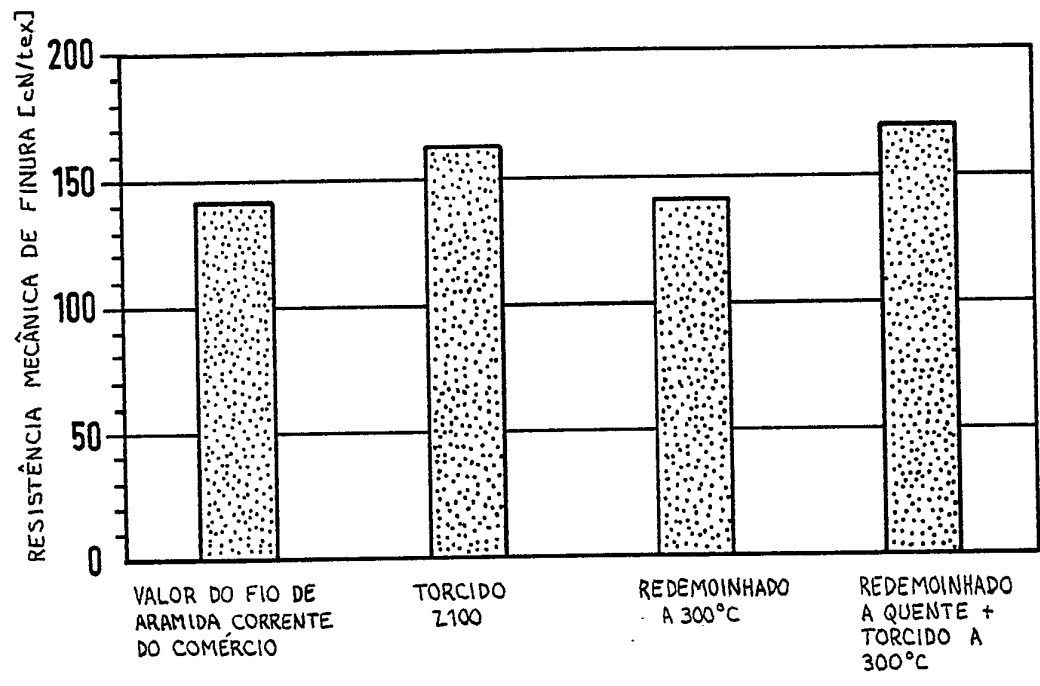


**Fig. 4**

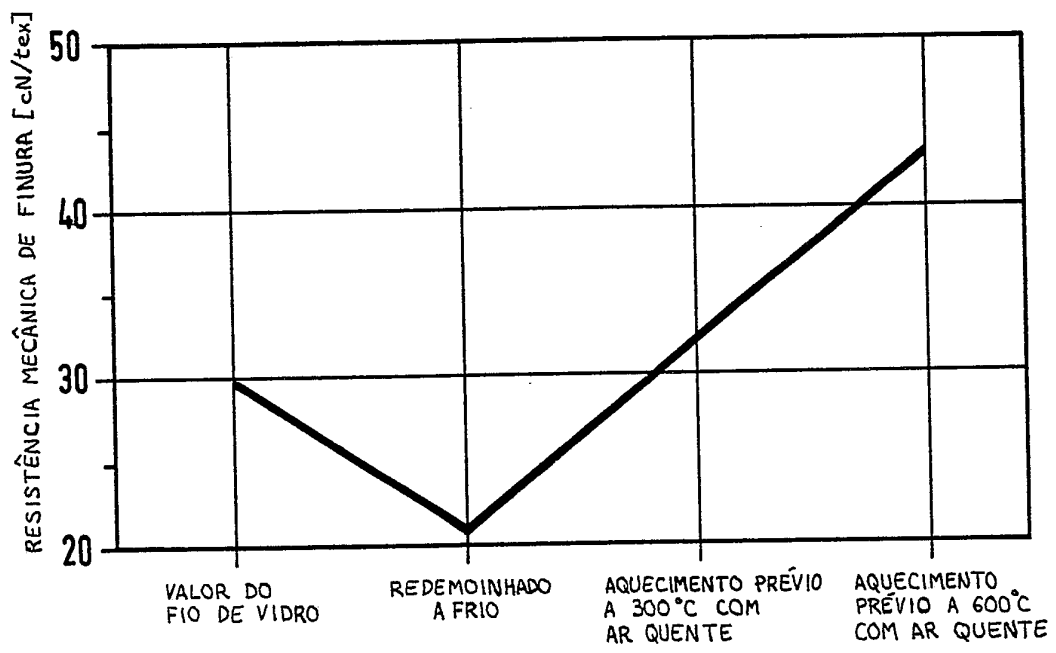


4.

**Fig. 5**

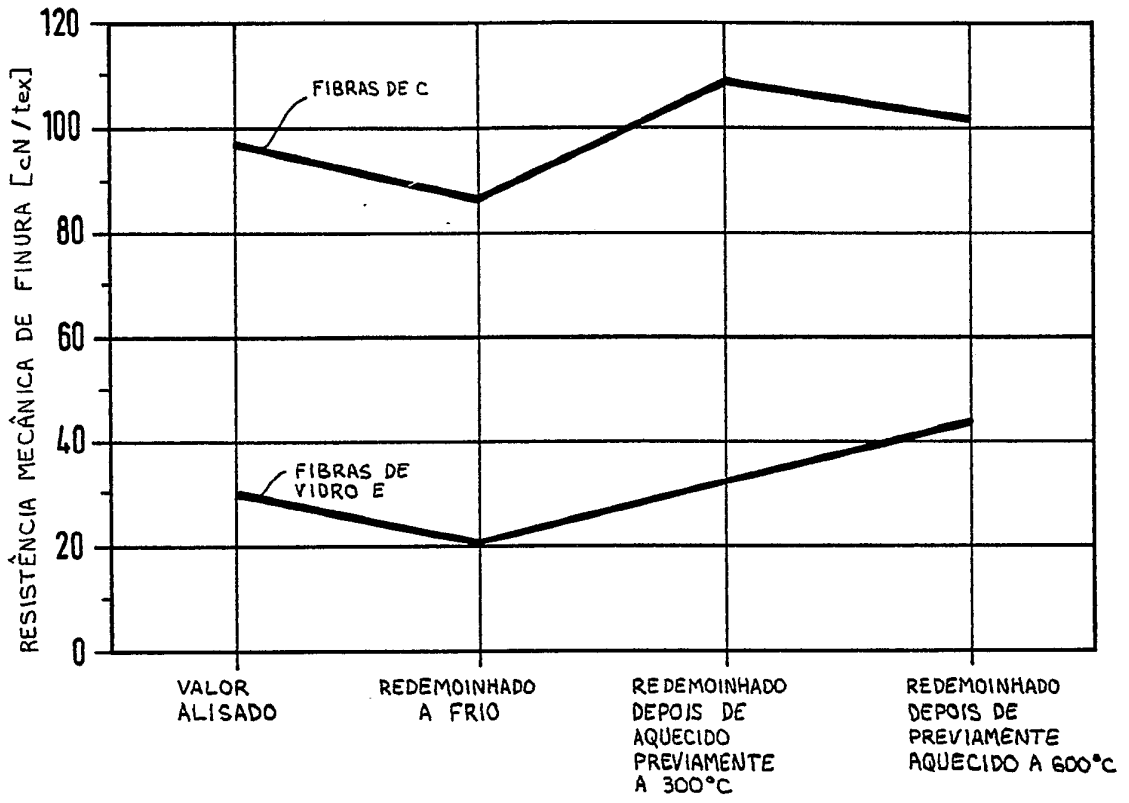


**Fig. 6**



PRESSÃO DE REDEMOINHAMENTO 1,0 BAR

**Fig. 7**



**Fig. 8**

