



(I O) INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL
PORTUGAL

(11) *Número de Publicação:* PT 92292 B

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)

B01D067/00 A

B01D069/08 B

C08J009/28 B

D01D005/24 B

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) *Data de depósito:* 1989.11.10

(30) *Prioridade:* 1988.11.10 AU 1395

(43) *Data de publicação do pedido:*
1990.05.31

(45) *Data e BPI da concessão:*
04/95 1995.04.19

(73) *Titular(es):*

MEMTEC LIMITED
1 MEMTEC PARKWAY, S. WINDSOR N.S.
WALES, 2756 COMMONW. OF AU AU

(72) *Inventor(es):*

(74) *Mandatário(s):*

GASTÃO C. DA CUNHA FERREIRA
RUA D. JOÃO V, 9 - R/C DTO 1200 LISBOA PT

(54) *Epígrafe:* PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE MEMBRANAS POROSAS

(57) *Resumo:*

[Fig.]

9

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE MEMBRANAS POROSAS"

para que
MEMTEC LIMITED pretende obter privilégio de invenção em
Portugal.

O presente invento refere-se a estruturas poliméricas e a um
processo para a preparação de tais estruturas.

As estruturas poliméricas que possuem poros compreendidos
entre 0,01 e 10 microns são vulgarmente utilizados para
microfiltração. Essas estruturas de membrana podem ser
preparadas a partir de polímeros termoplásticos utilizando
técnicas de precipitação e podem ser formados em várias
configurações, incluindo fibras ocas ou folhas planas.

A técnica de precipitação térmica para a formação de membrana
começa com a formação de uma solução de um polímero
termoplástico num solvente a uma temperatura elevada. Em
seguida a solução é arrefecida e, a uma temperatura
específica verifica-se a separação de fase que depende do
polímero, da concentração do polímero no solvente e da taxa
de arrefecimento, e o polímero líquido separa-se do solvente.

Todos os métodos práticos de precipitação seguem o mesmo
processo geral que é comentado por Smolders et al in Kolloid
Z.u.Z. Polymer 43, 14-20 (1971). O artigo distingue entre
decomposição de uma solução de polímero espinodal e binodal.

Quando se deixa arrefecer uma solução de polímero num
solvente a uma taxa infinitamente lenta, atinge-se a




temperatura abaixo da qual se verifica a separação de fase e o polímero líquido separa-se do solvente. A isto chama-se decomposição binodal da solução de polímero.

Quando a taxa de arrefecimento é finita, a temperatura à qual se verifica a fase de separação é geralmente mais baixa do que no caso da decomposição binodal. A isto chama-se decomposição espinodal da solução de polímero.

Por razões práticas, todos os processos de precipitação têm de ser razoavelmente rápidos e, assim, caem na categoria da decomposição espinodal.

Na maioria dos processos, as concentrações relativas de polímero e de solvente são de tal modo que a separação de fase resulta em finas gotas de solvente que se formam numa fase de polímero contínuo. Estas pequenas gotas formam a fase de membrana. A medida que o arrefecimento continua, o polímero congela em torno das gotas de solvente. Quando se verifica a separação de fase, resta ainda alguma solubilidade do polímero no solvente e de solvente no polímero.

A medida que a temperatura baixa, estas solubilidades diminuem e aparecem cada vez mais gotas de solvente na matriz do polímero. A cristalização das gotas no interior do polímero resulta em contracção e estalamento, formando-se assim interligações entre os poros. Finalmente retira-se o solvente dos poros.



Os métodos de precipitação conhecidos para a formação de membranas porosas dependem da separação do polímero líquido do solvente, seguindo-se o arrefecimento de modo que o polímero solidificado possa, depois, ser separado do solvente. Se o solvente é líquido ou sólido quando é removido do polímero, depende da temperatura à qual é efectuada a operação e do ponto de fusão do solvente.

As verdadeiras soluções requerem a existência de um solvente e de um soluto. O solvente constitui uma fase contínua e o soluto é distribuído no solvente a um nível molecular ao acaso. Uma tal situação é quase desconhecida em soluções de polímero. Longas cadeias de polímero têm tendência a ligar-se a si próprias e a formar interacções temporárias ou ligações com outras cadeias de polímeros, com as quais entram em contacto. Estas ligações estão continuamente a formar-se e a quebrar-se, formando-se novas ligações. Deste modo, as soluções de polímero raramente são verdadeiras soluções, situando-se algures entre verdadeiras soluções e misturas.

Em muitos casos é também difícil determinar qual é o solvente e qual é o soluto. Na arte, é prática aceitar chamar solução a uma mistura de solvente e de polímero se for visivelmente clara e sem óbvias inclusões de uma fase na outra. A separação de fase é habitualmente considerada como sendo aquele ponto em que há uma separação detectável à vista desarmada.



Há ainda um outro caso em que a mistura aquecida de polímero, de solvente e de outros componentes, quando presentes, não é uma solução nem uma mistura no sentido habitual do termo. É o caso em que se encontra presente um agente tensio-activo numa concentração suficiente para formar estruturas ordenadas, tais como micelas.

Na descrição da Patente dos EUA nº. 3.378.508, aquece-se um polímero com um solvente que é um agente tensio-activo aniónico. A solução é, em seguida, arrefecida e verifica-se a formação de membrana, o que está de acordo com os ensinamentos da técnica da decomposição espinodal. Como o solvente tensio-activo aniónico é um sólido à temperatura ambiente, a remoção de solvente é feita por remoção do agente tensio-activo sólido dos poros.

A descrição da Patente dos EUA nº. 4.247.498 descreve o uso da técnica de decomposição espinodal com arrefecimento lento da solução relativamente à vasta gama de polímeros e de solventes. De acordo com a descrição da Patente dos EUA nº. 4.247.498, o arrefecimento lento da solução permite que as gotas de solvente adiram um pouco antes de o polímero congelar à sua volta. A medida que a solução é arrefecida, formam-se cada vez mais gotas de solvente. A sua taxa de aderência é regulada pela taxa de difusão do solvente através da matriz de polímero líquido. Mais tempo a uma temperatura mais elevada permite uma maior difusão do solvente. O arrefecimento lento afecta também a taxa à qual os núcleos de

cristal se formam no polímero. O resultado é uma membrana que contem um grande número de células interligadas por estreitos canais. O material poroso da descrição da Patente dos E.U.A. n°. 4.247.498 é extrudado para o ar para formar um bloco que possui uma película na sua superfície.

A descrição da Patente dos E.U.A. n°. 4.564.448 descreve uma superfície porosa conseguida pela técnica de extrusão da solução de polímero num banho do solvente utilizado que forma a solução, sendo a temperatura do banho superior àquela a que se verifica a separação de fase.

A descrição da Patente do Reino Unido n°. 2.115.425 descreve uma técnica de decomposição espinodal, com a modificação de que o solvente para o polímero é uma mistura de solventes, um dos quais é um solvente muito bom para o polímero e o outro é um solvente pobre. Ajusta-se a proporção dos dois solventes para se obter um solvente compósito que possua o desejado efeito de temperatura relacionada com solvência para o polímero. A variação na proporção dos dois solventes afecta a estrutura de membrana resultante.

O processo descrito na Patente dos E.U.A. n°. 3.378.508 consiste em se aquecer uma mistura de um polímero sólido termoplástico de hidrocarbonetos monoeticamente insaturados e um agente tensio-activo aniónico solúvel em água, até uma temperatura a que o polímero e o agente tensio-activo sejam mutuamente solúveis; em se aquecer a mistura até uma



temperatura a que o polímero e o agente tensio-activo formem duas fases separadas interligadas e em se dissolver a fase do agente tensio-activo do polímero.

De acordo com a descrição da Patente dos E.U.A. nº. 3.378.508, o hidrocarboneto e o agente tensio-activo são misturados a temperaturas elevadas às quais os dois materiais são mutuamente solúveis, para se obter uma distribuição completamente uniforme do agente tensio-activo no polímero. A descrição revela que quaisquer agentes tensio-activos aniónicos solúveis em água e quaisquer polímeros sólidos termoplásticos de hidrocarbonetos monoetilenicamente insaturados, formam uma mistura homogénea a uma temperatura determinada pelo ponto de fusão mais elevado do agente tensio-activo ou da temperatura de esfriamento do polímero.

A descrição da Patente dos E.U.A. nº. 3.378.507 descreve pormenorizadamente as tentativas feitas para incorporar em polietileno agentes tensio-activos não-iónicos e catiónicos, tais como nonilfenoxipoli(oxietileno)etanol, alcoois gordos polioxietilados, ácidos gordos polioxietilados, óleo vegetal polioxietilado, copolímeros de polioxietileno e polioxipropileno; éteres de polietileno glicol e misturas de sais de alquilamina contendo uma média de 18 átomos de carbono no grupo alquilo.

Verificou-se que os agentes tensio-activos não-iónicos são incompatíveis com polietileno e não se misturaram com polietileno.



Embora os agentes tensio-activos catiónicos pudessem ser moidos em polietileno, o agente tensio-activo catiónico não poderia então ser lavado com água, com etanol ou com outros solventes.

Contrariamente aos ensinamentos da Patente dos E.U.A. nº. 3.378.507, verificou-se que podem usar-se certos agentes tensio-activos catiónicos e não-iónicos para formar materiais porosos. Por exemplo, enquanto a descrição da Patente dos E.U.A. determina que não pode utilizar-se nonilfenoxipoli(oxietileno) etanol, verificou-se que podem utilizar-se, pelo menos, algumas classes de agentes tensio-activos.

Um factor influente é a polaridade do agente tensio-activo catiónico ou não iónico que pode ser decrito relativamente ao equilíbrio hidrofílico-liofílico do agente tensio-activo. Dentro de uma certa gama de equilíbrio hidrofílico-liofílico, verificou-se que não há limitações quanto ao tipo de agente tensio-activo que pode ser usado para a formação de membranas porosas a partir de uma solução polimérica.

De acordo com o presente invento, proporciona-se um processo para a preparação de um material polimérico poroso que compreende as seguintes fases:

- a) aquecimento de uma mistura que compreende:
 - (i) um polímero termoplástico e,
 - (ii) um agente tensio-activo catiónico ou não-iónico



que possui uma gama de equilíbrio hidrofílico-liofílico de 4,0 a 6,0 a uma temperatura tal e durante um período de tempo suficiente para que o polímero e o agente tensio-activo se dissolvam mutuamente,

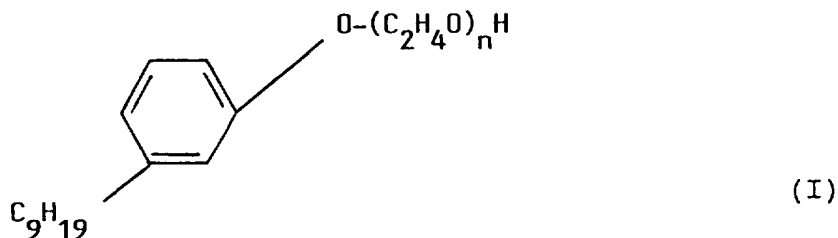
b) arrefecimento da mistura até uma temperatura tal que o não-equilíbrio da separação da fase líquido-líquido se verifique para formar uma matriz bi-contínua do polímero e do agente tensio-activo em que o polímero e o agente tensio-activo formem duas fases separadas interligadas de grande área de superfície interfacial e,

c) remoção da fase de agente tensio-activo do polímero.

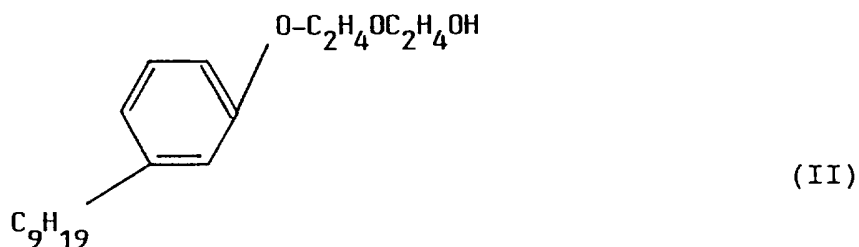
Os valores de equilíbrio hidrofílico-liofílico acima mencionados são relativamente baixos para agentes tensio-activos; por outras palavras, os agentes tensio-activos apropriados são relativamente hidrofóbicos (isto é, liofílicos). Os agentes tensio-activos com valores de equilíbrio hidrofílico-liofílico mais baixos do que a gama preferida, possuem uma solvência muito boa para que a membrana se forme quando o lubrificante se extingue e os agentes com maiores valores de equilíbrio hidrofílico-liofílico não dissolvem o polímero.

Os nonilfenoxipolietileno glicóis (que também são chamados

nonilfenoxipoli (oxietileno)etanóis) são representados pela fórmula gráfica



O segundo membro da série, em que $n=2$, nonilfenoxietoxietanol é um agente tensio-activo preferido de acordo com o presente invento e é o membro mais predominante da série numa mistura de nonilfenoxipolietileno glicóis que formam um solvente à venda no comércio TERIC N2 (TERIC é uma marca registada). O nonilfenoxietoxietanol é representado pela fórmula gráfica:

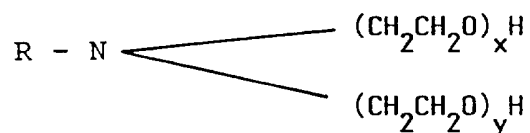


Os solventes nesta série representam uma distribuição de nonilfenoxipolietileno glicóis. Os nonilfenoxipolietileno glicóis são inicialmente uma mistura representada por uma distribuição de Poissonian, mas a distribuição exacta do produto final depende de um processamento ulterior, tal como destilação de componentes com um baixo ponto de ebulição para dar o material tal como proporcionado pelo fornecedor.

O segundo membro da série pode ser usado no processo de

acordo com o presente invento para proporcionar uma estrutura porosa, mas como n aumenta acima de 2, o material torna-se cada vez mais polar e não produzirá estruturas porosas quando usado no processo de acordo com o presente invento. NO caso de TERIC N2, a gama preferida do equilíbrio hidrofílico-lifílico é de 5,6 a 5,8.

Outro solvente que pode ser utilizado é SYNPROLAN 35X2 que é uma amina etoxilada de fórmula geral:



em que $x + y = 2$ a 50 e R é uma mistura de radicais gordos C_{13} e C_{15} na proporção aproximada de 70:30, cerca de metade dos quais são espécies lineares e a maioria dos restantes são espécies ramificadas. No caso de SYNPROLAN 35X2, $x + y = 2$. Ainda um outro solvente que pode ser utilizado é BR1J 92 que é um álcool de polioxietileno (2) oleilo. SYNPROLAN E BR1J são marcas registadas.

Outros solventes que possuem um equilíbrio hidrofílico-lifílico na gama de 4,0 a 6,0 e que podem ser utilizados na realização do processo, incluem:

- a) derivados etoxilados de álcool etil-oleil, tal como TERIC 17A2
- b) Condensados de óxido de etileno com óleo de sebo, tal como TERIC T2



- c) derivados auto-emulsionantes de ácidos gordos de elevado peso molecular, tais como TERIC 124
- d) monooleato de sorbitan
- e) monoestearato de sorbitan
- f) sesquioleato de sorbitan
- g) éster de ácido gordo de POE hexitan
- h) álcool de POE cetil oleil, tal como ATLAS G-70140
- i) agente tensio-activo não iónico ATMER 685
- j) álcool de POE (2) estearil
- l) alcoóis gordos de POE, tais como GIRASSOL EN-MB e GIRASSOL EN-MP
- m) álcool de POE (2) primário sintético C₁₅/C₁₅, tal como RENEX 702

ATLAS, ATMER, GIRASSOL e RENEX são marcas registadas.

Embora o polímero termoplástico preferido seja polipropileno, podem usar-se os seguintes polímeros:

- (a) polibutileno
- (b) difluoreto de polivinilideno
- (c) dicloreto de polivinilideno
- (d) poliamida
- (e) cloreto de polivinilo
- (f) poliestireno
- (g) polimetilmetacrilato
- (h) óxido de polifenileno
- (i) tereftalato de polietileno



- (j) poliacrilonitrilo
- (k) acetato de celulose

Numa forma de realização preferida do presente invento, o material poroso polimérico é formado como uma fibra oca utilizando-se uma cabeça de co-extrusão quádrupla que possui quatro percursos de passagem concêntricos. O percurso de passagem axial recebe um fluido de formação de lumen, o percurso de passagem para o exterior seguinte contém uma mistura homogênea do polímero e de um solvente tensio-activo para formar uma membrana, o percurso de passagem concêntrico seguinte possui um fluido de revestimento e o percurso de passagem mais afastada possui um fluido de esfriamento. Os fluidos de lumen, de revestimento e de esfriamento não contêm o agente tensio-activo.

Cada fluido é transportado para a cabeça de extrusão por meio de bombas de medição individuais. Os quatro componentes são aquecidos individualmente e são transportados ao longo de condutas termicamente isoladas e desprovidas de calor. A cabeça de extrusão possui um determinado número de zonas de temperatura. O fluido de lumen, o óleo de membrana e o fluido de revestimento são colocados à mesma temperatura numa zona de temperatura controlada de perto em que a solução de polímero que constitui o óleo é configurada. O fluido de esfriamento é introduzido numa zona de arrefecimento em que o óleo sofre a separação de fase de não-equilíbrio de líquido-líquido para formar uma matriz bicontínua de grande

9

área de superfície interfacial de dois líquidos em que a fase de polímero é solidificada antes que possa ter lugar a separação agregada em diferentes fases de pequena área de superfície interfacial.

A membrana de fibra oca deixa a cabeça de extrusão completamente formada e não é necessário qualquer tratamento de formação ulterior excepto para remover o solvente tensio-activo da membrana numa operação de pós-extrusão que é comum em processos de preparação de membranas. Utiliza-se um solvente volátil que não dissolve o polímero para remover o solvente tensio-activo da membrana acabada para o polímero.

O fluido de formação de lumen pode ser escolhido de entre uma grande variedade de substâncias tal como óleo de soja e de um gás inerte tal como azoto. A mesma substância pode ser utilizada como fluido de revestimento e como fluido de esfriamento. Pode utilizar-se água como fluido de esfriamento. Outras substâncias que podem usar-se como material de formação de lumen, como fluido de revestimento e como fluido de esfriamento, incluem:

- (a) óleo de parafina
- (b) óleo de amendoim
- (c) óleo de "teel"
- (d) óleo de "boleko"
- (e) óleo de mostarda
- (f) azeite

9

- (g) óleo de seneca
- (h) óleo de coco
- (i) óleo de café
- (j) óleo de semente de colza
- (k) óleo de trigo
- (l) óleo de semente de algodão
- (m) glicerol
- (n) trioleato de gliceril
- (o) trimiristina
- (p) óleo de jojoba
- (q) óleo de macassar
- (r) óleo de "neem"
- (s) óleo de castor
- (t) óleo de raiz de flor de liz
- (u) óleo de açafora
- (v) ácidos oleico, palmítico, esteárico, araquídico, araquidónico, behénico, lignocérico, linoleico, linolénico, elaidico, vacénico e seus glicéridos e misturas com os seus sais de sódio, de potássio e de cálcio.
- (w) dioctilftalato e outros ésteres ftalato de álcoois de seis átomos de carbono ou mais.

A mistura homogénea do polímero termoplástico e do solvente tensio-activo (i.e. óleo) pode incluir um anti-oxidante. No caso de polipropileno, o anti-oxidante preferido é ETHANOX 330 (ETHANOX é uma Marca Registada) cuja



denominação química é 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris-3,5-di-terc-butil-4-hidroxibenzil)benzeno. Poderia utilizar-se qualquer fenol retardador que se dissolva no óleo.

Verificou-se que no caso do sistema polipropileno/TERIC N2, a concentração do polímero no óleo pode ser de 15 a 50% de peso por peso, embora a gama preferida se situe entre 20 e 40% de peso por peso.

A viscosidade do solvente pode situar-se na gama de 10 a 1000 mPa.s e a viscosidade do líquido de esfriamento pode situar-se entre 20 e 100 mPa.s, embora seja preferível entre 50 e 70 mPa.s. Utilizando o aparelho de extrusão acima descrito, a fibra oca pode ser extrudada a uma taxa de 40 a 120 metros/minuto, embora a gama preferida se situe entre 50 e 85 metros/minuto.

A membrana de fibra oca de acordo com o presente invento é caracterizada por possuir uma estrutura do tipo de renda ou filamentosa.

Nesta descrição o termo "renda" significa que a membrana é feita de uma pluralidade de fios condutores de polímero ligados em conjunto num número de localizações ao longo de cada fio condutor. Cada ponto de ligação possui dimensões ligeiramente maiores do que a secção transversal dos fios. O comprimento de cada fio varia de 5 a 50 vezes o diâmetro do fio e a configuração da secção transversal dos fios varia

9

entre circular e elíptica, podendo neste último caso o eixo maior da elipse ser até 5 vezes o eixo menor da elipse. A descrição "estrutura do tipo renda ou filamentosa" pode também ser visualizada como um fio de renda arredondado de três dimensões derivado de uma estrutura bicontínua.

Numa forma de realização preferida de acordo com o presente invento, a membrana de fibra oca possui uma estrutura do tipo renda em que existe uma ligeira orientação dos fios na direcção axial da fibra de modo que, quando se implementa um processo de insuflação de retorno gasoso de lumen para limpar as fibras, determinadas dimensões dos interstícios aumentam em média, permitindo que seja facilmente desalojado qualquer material que aí se tenha alojado. Os interstícios têm uma forma substancialmente prolongada axialmente e quando se aplica a insuflação de retorno gasoso, os interstícios alteram a forma axialmente prolongada para uma forma substancialmente quadrada para aumentar a dimensão mínima dos interstícios. A insuflação de retorno gasoso também estira a fibra para aumentar a dimensão mínima dos interstícios.

Tendo em vista uma mais rápida compreensão e execução do presente invento, far-se-á agora referência aos desenhos anexos, nos quais:

Figura 1 é um diagrama de fase para um sistema de polímero/solvente generalizado, e



Figura 2 é uma representação micrográfica esquemática da estrutura do material polimérico poroso, de acordo com uma forma de realização do presente invento.

A Figura 1 é um diagrama da fase temperatura/composição para um sistema de polímero/solvente generalizado ilustrando a separação da fase líquido-líquido e sólido-líquido. A abcissa representa a composição da mistura, variando de ausência de polímero à esquerda, até polímero completo à direita. A ordenada representa a temperatura. Para a direita do diagrama, a linha 10 que se inclina para cima segundo um ângulo oblíquo a direito representa a divisão entre a solução completa acima da linha e a separação de sólido-líquido abaixo da linha. A zona acima da linha 10 prolonga-se para a esquerda do diagrama por cima do topo da linha ascendente convexa ou curva 11 de modo que toda a parte superior do diagrama acima das linhas 10 e 11 representa as condições que resultam numa solução completa do polímero no solvente.

Sob a curva 11 encontra-se uma linha tracejada convexa ascendente 12 que representa a divisão entre a separação de fase de não-equilíbrio líquido-líquido acima da linha 12 e a separação da fase de equilíbrio líquido-líquido abaixo da linha 12. A linha 12 é ilustrada a tracejado porque a localização real da linha é indiferente.

A zona entre as linhas a tracejado 12 e a linha a cheio 11 é uma zona alvo estável acima da qual os componentes têm de

formar uma fase e abaixo da qual os componentes têm de formar fases líquidas diferentes. A zona entre a linha horizontal traço--ponto 13 e a linha cheia 11 é o hiato de miscibilidade. A linha cheia 11 representa a separação de fase quando se faz baixar a temperatura de um modo infinitamente lento, e a linha a tracejado 12 representa a separação de fase quando se faz baixar a temperatura de um modo infinitamente rápido. Uma vez que o processo de realização do presente invento é um processo de não-equilíbrio, o mesmo passa de um ponto acima do hiato de miscibilidade através da curva binodal (linha cheia 11) para a zona alvo estável na direcção vertical e algures nessa zona forma-se a matriz bi-continua líquido--líquido, e continuando verticalmente para baixo através da curva espinodal (linha tracejada 12) para a zona líquido--líquido e ainda mais para baixo para lá da linha traço-ponto 13 onde a fase rica do polímero solidifica, para um ponto algures na zona sólido--líquido.

A posição ao longo do eixo horizontal em que se efectua o esfriamento determina qual a estrutura que se obtem. Uma estrutura granular verifica-se geralmente a partir de posições à esquerda do vértice das curvas binodal e espinodal. Uma estrutura granular, segundo o ponto de vista da requerente, é de pouco valor comercial para membranas microporosas que utilizam lavagem de retorno gasoso. O processo do presente invento utiliza condições à direita do vértice das curvas binodal e espinodal, o que resulta numa estrutura do tipo renda. Segundo o ponto de vista da

requerente, quaisquer membranas produzidas por precipitação térmica têm de ser realizadas por decomposição espinodal.

A Figura 2 representa esquematicamente uma fotomicrografia tirada de um material polimérico poroso preferido, de acordo com o processo do presente invento. As zonas escuras 14 representam material polimérico sólido na superfície da imagem. As zonas orladas 15 representam material polimérico sólido ligeiramente abaixo da superfície da imagem. As zonas ponteadas 16 representam pontes de polímero bastante abaixo da superfície da imagem. As zonas em branco representam a estrutura alveolar.

Descrever-se-á agora o invento fazendo referência à produção de membranas de fibras ocas.

Formou-se um lubrificante misturando e aquecendo em seguida 2600 gramas de pequenas bolas de polipropileno, 7300 gramas de TERIC N2 e 100 gramas de anti-oxidante ETHANOX 330. Elevou-se a temperatura do óleo para mais de 220°C com agitação sob vácuo para assegurar que a mistura ficasse homogênea. O óleo foi então extrudado através da matriz de passagem quádrupla a uma temperatura de 220°C.

Utilizou-se azoto como fluido de formação de lumen e óleo de soja como fluido de revestimento e fluido de esfriamento. A taxa de fluxo de óleo foi de 22cc/minuto, a taxa de bombeamento de fluxo de lumen 7,6 cc/minuto, a taxa de

bombeamento de fluxo de revestimento 5,0 cc/minuto e a taxa de bombeamento de fluxo de esfriamento foi de 1750 cc/minuto.

A circularidade da fibra antes da extracção do solvente foi de 95% e a extensão de quebra foi de 175%. Após se extrair o solvente, as características físicas da fibra foram:

Lumen	340 microns
Diâmetro exterior	640 microns
Circularidade	
Concentricidade	
Ponto de efervescência	>170kPa
%de poros acima de 0,16 microns	>50%
Dimensão de poro médio	0,20 micron
Permeabilidade à água a 50 kPa	>40 cc/minuto/m
Força de rendimento	0,8 N
Força de quebra	1,0 N
Extensão de quebra	>150%
Poros de superfície	
Largura (nominal)	1 micron

A estrutura da fibra assim formada era substancialmente do tipo renda.

A estrutura do tipo renda não se presta a uma descrição qualitativa precisa nos termos utilizados para descrever as membranas da técnica anterior tais como células e poros. Na

técnica anterior, tal como na Patente dos EUA 4.519.909, as células correspondem a esferas e os poros correspondem a cilindros. Nalguns aspectos, as partes da estrutura do tipo renda em que uma cavidade intersecta a outra podem ser equivalentes a uma "célula" e a própria intersecção real a um "poro". Topologicamente tais "células" da estrutura do tipo renda correspondem a esferas contíguas e tais "poros" correspondem a círculos formados pela sua intersecção, enquanto que na técnica anterior as células correspondem a esferas separadas e os poros aos cilindros de ligação.

Tal como esses "poros" e "células", a estrutura do tipo renda possui alvéolos que são cavidades maiores do que as células e estas ligam-se a um maior número de "células". A estrutura do tipo renda ocupa os espaços entre os alvéolos.

Uma estrutura do tipo renda típica pode ter "células" substancialmente esféricas entre de 0,1 micron a 5 microns que possuem "poros" substancialmente circulares entre 0,1 e 0,5 micron que interligam as células umas às outras. Os "poros" também ligam as células a alvéolos de cerca de 8 a 20 microns.

Os testes de permeabilidade à água revelaram que a permeabilidade de uma fibra típica do exterior para o lumen era um terço da permeabilidade do lumen para o exterior.

Embora o presente invento tenha sido descrito em relação a

uma solução de polipropileno/TERIC N2, compreender-se-á que o invento não está limitado a essa solução. Pode adicionar-se à solução óleo de soja com ou sem óleo de castor, como um co-solvente e pode usar-se SYNPROLAM 35X2 ou BR1J 92 em vez de TERIC N2. Pode adicionar-se um solvente ao fluido de revestimento.

A modificação da superfície de poro pode ser efectuada tanto por controlo de temperatura como fazendo variar a composição do fluido de revestimento. Podem preparar-se membranas que possuem poros alongados na direcção axial, mas com morfologia simétrica nas direcções radial e circunferencial. A porosidade da superfície pode ser feita variar na porosidade radial de uma "pele" até isotropia radial completa e ainda para se obter uma superfície que é mais porosa que o restante da membrana (assimetria inversa).

Durante a extrusão, o fluido de revestimento mistura-se significativamente com a solução de polímero liquefeito numa extensão maior do que se mistura o fluido de esfriamento quando se omite o fluido de revestimento. O fluido de revestimento controla a porosidade de superfície da membrana. O fluido de revestimento quente melhora o efeito de arrefecimento repentino do fluido de esfriamento no óleo. O fluido de revestimento é uma co-extrusão separada e não faz parte da extrusão da membrana, nem da co-extrusão de esfriamento.



Embora o mecanismo exacto da formação da estrutura não seja claro, parece que se forma um sistema bicontínuo líquido-líquido que, se mantido durante tempo suficiente, tornar-se-á em duas camadas separadas. Durante este processo, poderia fazer-se passar o sistema através de uma estrutura do tipo renda seguindo-se um estágio de células quase esféricas com poros de interligação. Para uma dada mistura de polímero e de solvente, a gama de dimensão das células depende da taxa de arrefecimento e da tensão da superfície interfacial entre as fases ricas em polímero e as fases pobres em polímero, ao passo que a dimensão do poro depende da taxa de arrefecimento e, em menor medida, do peso molecular do polímero.

Notar-se-á que a fibra se desloca na condução de esfriamento a uma velocidade linear substancialmente diferente da do fluido de esfriamento. A fibra extrudada desloca-se a uma velocidade três a quatro vezes superior do que a velocidade média do fluido de esfriamento. Essa diferença de velocidade calculada sobre a velocidade média significa também que a fibra se desloca sensivelmente ao dobro da velocidade máxima da do fluido de arrefecimento. As velocidades média e máxima do fluido de esfriamento são tomadas sem que se encontre fibra presente.

Embora o exemplo acima se refira à utilização de azoto como fluido de formação de lumen, pode usar-se qualquer vapor saturado, tal como se pode usar uma vasta variedade de



líquidos. Quando se usa azoto (ou um vapor saturado), tem o efeito de reduzir a dimensão de poro de superfície luminal, dando uma maior assimetria. O uso de um vapor saturado tem a propriedade de que ele condensará no lumen sob arrefecimento, permitindo que o fluido de esfriamento passe através das paredes porosas e proporciona alguma compressão mecânica à membrana que se encontra a solidificar.

EXEMPLO 2

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno PPN1060F da Hoechst em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 230°C com óleo de soja como fluidos de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento foi de 31,3°C.

As dimensões da fibra foram 322 microns de diâmetro de lumen e 671 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha uma permeabilidade à água de 106 ml/minuto/m a 96 kPa, 367 ml/minuto/m a 398 kPa e 478 ml/minuto/m a 599 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,301 micron e 90,7% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 3

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno PPN1060F da Hoechst em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e

extrudaram-se a uma temperatura de 230°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento de 29,9°C.

As dimensões da fibra eram de 324 microns de diâmetro de lumen e 652 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha uma permeabilidade à água de 126 ml/minuto/m a 96 kPa, 430 ml/minuto/m a 398 kPa e 543 ml/minuto/m a 599 kPa, uma dimensão média de poro de 0,380 micron e 95,2% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 4

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno PPN1060F da Hoechst em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 230°C tendo óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 31,7°C.

As dimensões da fibra eram de 323 microns de diâmetro de lumen e 640 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha uma permeabilidade à água de 94 ml/minuto/m a 95 kPa, 330 ml/minuto/m a 396 kPa e 448 ml/minuto/m a 598 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,310 micron e 87,9% de poros acima de 0,16 micron.

9

EXEMPLO 5

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno de PPN1060F da Hoechst em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 230°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 31,8°C.

As dimensões da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 627 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tem uma permeabilidade à água de 80 ml/minuto/m a 98 kPa, 288 ml/minuto/m a 399 kPa e 393 ml/minuto/m a 600 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,260 micron e 80,9% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 6

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno de PPN1060F da Hoechst em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 230°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 30,5°C.

As dimensões da fibra eram de 325 microns de diâmetro de lumen e 642 microns de diâmetro exterior.



A fibra resultante tem uma permeabilidade à água de 73 ml/minuto/m a 98 kPa, 288 ml/minuto/m a 399 kPa e 393 ml/minuto/m a 600 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,260 micron e 80,9% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 7

Dissolveram-se 6,75 kg de polipropileno de PPN1060F da Hoechst em 18,25 kg de TERIC N2 com 0,25 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 230°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 30,1°C.

As dimensões da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tem uma permeabilidade à água de 68 ml/minuto/m a 95 kPa, 288 ml/minuto/m a 402 kPa e 347 ml/minuto/m a 600 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,270 micron e 80,1% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 8

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno de PPN1060F da Hoechst em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 230°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento.



A temperatura do fluido de esfriamento era de 31,5°C.

As dimensões da fibra eram de 310 microns de diâmetro de lumen e 599 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tem uma permeabilidade à água de 52 ml/minuto/m a 96 kPa, 241 ml/minuto/m a 397 kPa e 305 ml/minuto/m a 598 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,322 micron e 65,7% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 9

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno LY6100 da Shell numa mistura de 9,8 kg de óleo de soja e 4,6 kg de óleo de castor com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram--se a uma temperatura de 195°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 26,2°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha um ponto de efervescência de 175 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,3 micron e 87,4% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 10

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno PPR1070 da Hoechst numa mistura de 9,8 kg de óleo de soja e 4,6 kg de óleo de castor com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 197°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 26,0°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha um ponto de efervescência de 133 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,45 micron e 100,0% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 11

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno PPR1060F da Hoechst numa mistura de 10,8 kg de óleo de soja e 5,0 kg de óleo de castor extrudaram-se a uma temperatura de 186°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 27,5°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha um ponto de efervescência de 245



kPa, uma dimensão de poro médio de 0,19 micron e 86,2% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 12

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno PPN1070 da Hoechst em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 196°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 25,4°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha um ponto de efervescência de 140 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,24 micron e 89,6% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 13

Dissolveram-se 4,8 kg de polipropileno PPN1070 da Hoechst em 15,0 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 198°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 20,7°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha um ponto de efervescência de 175 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,23 micron e 82,8% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 14

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno PPN1060F da Hoechst em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 238°C com óleo de soja como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 21,4°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha um ponto de efervescência de 280 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,18 micron e 83,4% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 15

Dissolveram-se 5,2 kg de polipropileno LY6100 da Shell em 14,6 kg de TERIC N2 com 0,2 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 190°C com dioctilftalato como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 26,5°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de

diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha um ponto de ebulição de 310 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,24 micron e 79% de poros acima de 0,16 micron.

EXEMPLO 16

Dissolveram-se 350 g de polipropileno PPN1060F da Hoechst numa mistura de 100 g de óleo de castor e 550 g de dioctilftalato com 1 grama de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 190°C com uma mistura de dioctilftalato e óleo de castor como fluido de lumen e de revestimento e dioctilftalato como fluido de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 28,9°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior e tinham uma estrutura microporosa.

EXEMPLO 17

Dissolveram-se 300 g de polipropileno PPN1060F da Hoechst numa mistura de 450 g de ácido oleico e 250 g de ácido dímero Pripol 1017 da Unichem com 1 grama de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 190°C com ácido oleico como fluido de lumen e de revestimento e uma mistura de celulose etílica e água com uma viscosidade de 560

centipoise como fluido de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 32°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior e tinham uma estrutura microporosa.

EXEMPLO 18

Dissolveram-se 525 g de polipropileno PPN1060F da Hoechst em 975 g de óleo de castor com 1,5 grama de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 190°C com dioctilftalato como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento foi gradualmente aumentada de 25°C até 33°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior e tinham uma estrutura microporosa.

EXEMPLO 19

Dissolveram-se 450 g de polipropileno PPN1060F da Hoechst em 1,05 kg de dibutilftalato com 1,5 gramas de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura que foi gradualmente aumentada de 200 para 230°C com dibutilftalato como fluido de lumen, de revestimento e de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento foi gradualmente



aumentada de 25°C até 33°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior e tinham uma estrutura microporosa.

EXEMPLO 20

Dissolveram-se 500 g de polipropileno PPN1060F da Hoechst numa mistura de 350 g de dioctilftalato e 1050 g de dibutilftalato com 10 kg de anti-oxidante Ethanox 330 e extrudaram-se a uma temperatura de 230°C com dioctilftalato como fluido de lumen e de revestimento e 99% de dibutilftalato e 1% de dioctilftalato como fluido de esfriamento. A temperatura do fluido de esfriamento era de 32,6°C.

As dimensões nominais da fibra eram de 320 microns de diâmetro de lumen e 650 microns de diâmetro exterior.

A fibra resultante tinha um ponto de efervescência de 460 kPa, uma dimensão de poro médio de 0,10 micron e 15% de poros acima de 0,16 micron.

9

- R E I V I N D I C A Ç Õ E S -

1. Processo para a preparação de um material poroso polimérico caracterizado por compreender as seguintes fases:

a) aquecimento de uma mistura que compreende:

(i) - um polímero termoplástico e

(ii) - um agente tensio-activo cationico ou não iónico tendo uma gama de equilíbrio hidrofílico-lipofílico de 4.0 a 6.0 a uma temperatura e num tempo suficiente para que o polímero e o agente tensio-activo se dissolvam mutuamente.

b) arrefecimento da mistura para uma temperatura tal que o não-equilíbrio da separação da fase líquido-líquido tenha lugar para formar uma matriz bi-continua de polímero e do agente tensio-activo, de modo que o polímero e o agente-tensio-activo formem 2 fases separadas entremisturadas, de grande área de superfície interfacial e,

c) remoção da fase de agente tensio-activo do polímero.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a mistura liquefeita ser introduzida numa cabeça de extrusão adaptada para moldar a mistura liquefeita numa fibra oca.

3. Processo de acordo com a reivindicação 2 caracterizado por incluir a fase de introdução de um fluido de formação de lumen no lumen da mistura liquefeita moldada.

4. Processo de acordo com as reivindicações 2 ou 3 caracterizado por compreender a fase de introdução de um



fluido de revestimento em torno da superfície exterior da mistura liquefeita moldada.

5. Processo de acordo com a reivindicação 4 caracterizado por incluir a fase de introdução de um fluido de arrefecimento em torno do fluido de revestimento.

6. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por a cabeça de extrusão possuir uma primeira zona de temperatura na qual a fibra é formada e uma segunda zona de temperatura em que a fibra formada é arrefecida e solidificada.

7. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por o fluido de formação de lumen e o fluido de revestimento serem introduzidos na cabeça de extrusão na primeira zona de temperatura e o fluido de arrefecimento ser introduzido na cabeça de extrusão na segunda zona de temperatura.

8. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o diâmetro da fibra ser reduzido depois da formação da fibra oca, estando a proporção do diâmetro final da fibra em relação ao do diâmetro inicial compreendida entre 0.25 a 10.

9. Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por a fibra se deslocar através da cabeça de extrusão a uma velocidade linear diferente da do fluido de arrefecimento.



10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado por a fibra se deslocar a uma velocidade 3 a 4 vezes mais rápida do que a velocidade média do fluido de arrefecimento.

11. Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fluido de formação de lumen ser gás de azoto ou um vapor saturado.

12. Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado por o fluido de revestimento ser escolhido do grupo constituído por óleo de soja, óleo de parafina, óleo de amendoim, óleo de "teel", óleo de "boleko", óleo de mostarda, azeite, óleo de seneca, óleo de coco, óleo de café, óleo de semente de colza, óleo de milho, óleo de semente de algodão, glicerol, trioleato de gliceril, trimiristina, óleo de jojoba, óleo de macassar, óleo de "neem", óleo de castor, óleo de raiz de flor de liz, óleo de açafora, e ácidos oleico, palmítico, esteárico, araquídico, araquidónico, behénico, lignocérico, linoleico, linolénico, elaidico e vacénico e seus glicéridos e misturas com os seus sais de sódio, cálcio e potássio.

13. Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por o fluido de arrefecimento ser escolhido do grupo que é constituído por óleo de soja, água, óleo de parafina, óleo de amendoim, óleo de teel, óleo de boleko, óleo de mostarda, azeite, óleo de seneca, óleo de coco, óleo de café, óleo de semente de colza, óleo de milho, óleo de semente de algodão,



glicerol, trioleato de gliceril, trimiristina, óleo de jojoba, óleo de massacar, óleo de neem, óleo de castor, óleo de raiz de flor de liz, óleo de açafora e ácidos oleico, palmítico, esteárico, araquídico, araquidónico, behénico, lignocérico, linoleico, linolénico, elaidico, vacénico e os seus glicéridos e misturas com os seus sais de sódio, de potássio e de cálcio.

14. Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado por o fluido de arrefecimento ser o mesmo que o fluido de revestimento.

15. Processo de acordo com a reivindicação 14, caracterizado por o fluido de formação de lumen ser o mesmo que o fluido de revestimento e que o fluido de arrefecimento.

16. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado por o fluido de formação de lumen e o fluido de revestimento serem aquecidos até à temperatura da mistura liquefeita antes de serem introduzidos na cabeça de extrusão.

17. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o polímero ser escolhido do grupo que é constituído por polipropileno, polibutileno, difluoreto de polivinilideno, dicloreto de polivinilideno, poliamida, cloreto de polivinil, poliestireno, polimetilmetacrilato, óxido de polifenileno, tereftalato de polietileno, poliacrilonitrilo e acetato de celulose.



18. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o agente tensio-activo ser escolhido do grupo que é constituído por nonilfenoxietoxietanol, um etoxilato de amina, um álcool de polioxietileno(2)oleil, derivados etiloxidados de álcool cetil-oleil, condensados de óxido de etileno com óleo de "sebo", derivados auto-emulsionantes de ácidos gordos de elevado peso molecular, monooleato de sorbitan, monoestearato de sorbitan, sesquiolato de sorbitan, éster de ácido gordo de POE hexitan, álcool de POE cetil-oleilo, agente tensio-activo de ATMER 685 não iónico, álcool de POE (2) cetil, álcool POE (2) estearil, álcoois de POE gordo e álcool de POE (2) primário sintético C₁₃/C₁₅.

19. Processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores caracterizado por a mistura de formação de fibra incluir um anti-oxidante.

20. Processo de acordo com a reivindicação 19 caracterizado por o anti-oxidante ser escolhido do grupo que compreende (1,3,5-trimetil-2,4,6-tri-3,5-terc-butil-4-hidroxibenzil)benzeno e um fenol de dissolução retardada.

21. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o polímero ser polipropileno e o solvente ser nonilfenoxietoxietanol e por a concentração do polímero no solvente ser de 15% a 50% por peso.

22. Processo para a preparação de um material polimérico



poroso caracterizado por possuir uma estrutura do tipo renda ou filamentosa que consiste numa pluralidade de fios condutores poliméricos ligadas em conjunto em localizações espaçadas ao longo de cada fio condutor.

23. Processo para a preparação de um material poroso, de acordo com a reivindicação 22, caracterizado por a dimensão da ligação ser apenas ligeiramente maior do que a secção transversal dos fios condutores no ponto de ligação.

24. Processo para a preparação de um material poroso, de acordo com as reivindicações 22 ou 23, caracterizado por o comprimento de cada fio condutor ser de 5 a 50 vezes o diâmetro do fio condutor.

25. Processo para a preparação de um material poroso de acordo com qualquer das reivindicações 22 a 24, caracterizado por a configuração da secção transversal de, pelo menos, alguns dos fios condutores, ser circular.

26. Processo para a preparação de um material poroso de acordo com qualquer das reivindicações 22 a 24, caracterizado por a configuração da secção transversal de, pelo menos, alguns dos fios condutores, ser elíptica.

27. Processo para a preparação de um material poroso de acordo com a reivindicação 26, caracterizado por o eixo maior da elipse ser até 5 vezes o eixo menor da elipse.



28. Processo para a preparação de um material poroso, de acordo com qualquer das reivindicações 22 a 27, caracterizado por, pelo menos, alguns dos fios condutores estarem orientados na direcção axial e os fios condutores interligados dirigidos axialmente definirem interstícios com uma configuração geral pronunciada.

29. Processo para a preparação de um material poroso, de acordo com qualquer das reivindicações 22 a 28, caracterizado por a estrutura incluir uma pluralidade de células compreendidas entre 0,1 a 5 microns que estão ligadas em conjunto por poros de 0,1 a 0,5 micron e uma pluralidade de alvéolos de 8 a 20 microns.

30. Processo para a preparação de um material poroso, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado por cada alvéolo estar ligado a um grande número de células.

31. Processo para a preparação de um material poroso de acordo com as reivindicações 29 ou 30, caracterizado por a estrutura tipo renda ocupar os espaços entre os alvéolos.

32. Processo para a preparação de um material poroso, de acordo com qualquer das reivindicações 22 a 31, caracterizado por a permeabilidade do material numa das direcções ser um terço da permeabilidade na direcção inversa.

33. Processo para a preparação de um material poroso, de



acordo com qualquer das reivindicações 22 a 32, caracterizado por o referido material ser na forma de uma fibra oca.

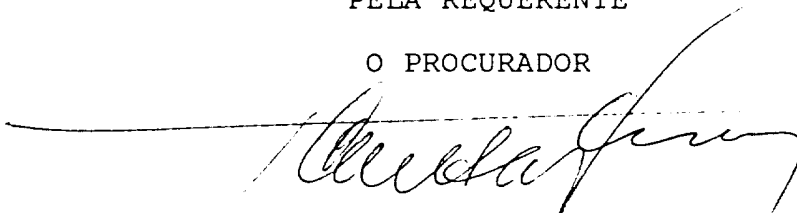
34. Processo para a preparação de um material poroso polimérico, caracterizado por o referido material ser feito de acordo com o processo da reivindicação 1.

A requerente declara haver depositado o primeiro pedido desta patente na Austrália, em 10 de Novembro de 1988, sob o no. PJ 1395.

Lisboa, 10 de Novembro de 1989

PELA REQUERENTE

O PROCURADOR



RESUMO

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE MEMBRANAS POROSAS"

A presente invenção descreve um processo para a preparação de um material polimérico poroso por meio de aquecimento de uma mistura de um polímero termoplástico e de um agente tensio-activo catiónico ou não iónico tendo uma gama de equilíbrio hidrofílico-lifílico de 4.0 a 6.0 a uma temperatura e durante um período de tempo suficiente para que o polímero e o agente tensio-activo se dissolvam mutuamente. A mistura é então arrefecida para uma temperatura tal que o não equilíbrio da separação da fase liquido-liquido tenha lugar para formar uma matriz bi-contínua do polímero e agente tensio-activo de forma a que o polímero e agente tensio-activo formem duas fases separadas entremisturadas de larga área de superfície interfacial. O agente tensio-activo é então removido do polímero.

O material polimérico poroso produzido pelo processo acima descrito tem uma estrutura tipo renda ou filamentosa consistindo numa pluralidade de fios condutores poliméricos ligados em conjunto em locais afastados ao longo de cada fio condutor.

Figuras 1 e 2.

