

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

(11) **PI0116460-0 B1**

(22) Data de Depósito: 29/11/2001
(45) Data da Concessão: 20/09/2011
(RPI 2124)



* B R P I 0 1 1 6 4 6 0 B 1 *

(51) Int.Cl.:
D01F 8/06
D01F 8/12
D01F 8/14
A61C 15/04

(54) Título: **ARTIGO QUE COMPREENDE UMA FITA DE MONOFILAMENTOS DE DOIS COMPONENTES E FIO DENTAL.**

(30) Prioridade Unionista: 01/12/2000 US 09/728,127

(73) Titular(es): Johnson & Johnson, Mcneil-PPC, INC.

(72) Inventor(es): Vipul Bhupendra Dave

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"ARTIGO QUE COMPREENDE UMA FITA DE MONOFILAMENTOS DE DOIS COMPONENTES E FIO DENTAL"**.

5 A presente invenção se refere a uma fita de monofilamentos que pode ser usada como um fio dental. O fio é fácil de deslizar entre os dentes, eficaz na limpeza, suave às gengivas, e capaz de portar mais aroma do que os fios comparáveis.

O uso de fio dental é recomendado virtualmente por todos os dentistas. O uso do fio dental tem mostrado como sendo eficaz na remoção de placa interdental, de acordo com o Conselho de Terapêutica Odontológica. Apesar destes fatos, apenas cerca de 12% da população dos Estados Unidos usam fio dental regularmente. Desses que usam o fio dental, os consumidores preferem fios que são resistentes ao rasgamento e ao esgarçamento, que passam facilmente entre o estreitamento dos dentes, que são suaves às gengivas, que refrescam a boca, que limpam com eficácia, e que são fáceis de usar. O refrescamento da boca é controlado através do uso de revestimentos que tipicamente compreendem aromas, refrescantes de boca, agentes de limpeza, agentes de polimento e semelhantes. Quanto mais revestimento tiver o substrato do fio, melhor poderá ser o fio no tocante ao refrescamento e à limpeza da boca.

20 Fios de monofilamentos feitos de poli(tetrafluoroetileno) ("PTFE") proporcionam a maioria dos atributos discutidos acima, exceto a capacidade de portar mais aroma e outros aditivos e a facilidade de manuseio. Muitos consumidores sentem que o fio de monofilamentos de politetrafluoroetileno não limpa tão bem quanto os fios de múltiplos filamentos convencionais. Além disso, o custo do fio de politetrafluoroetileno é relativamente alto, principalmente, devido ao alto custo da resina. Portanto, há necessidade de substituir o fio de politetrafluoroetileno com materiais de custo inferior que irão proporcionar ao consumidor os atributos preferidos acima mencionados.

30 Uma tecnologia que pode ser útil para aplicações de fio dental é a tecnologia de fibra de dois componentes. As fibras de dois componentes são fibras que são feitas de dois polímeros diferentes. As fibras de dois componentes são também conhecidas como fibras "conjugadas", "compósitas", ou

"hetero". A principal vantagem de se usar esta tecnologia é a de combinar polímeros com propriedades diferentes em um único filamento. As fibras de dois componentes são comumente classificadas por suas estruturas em seção transversal, tais como núcleo-revestimento, dispostas lado a lado, dispostas uma no meio da outra, e na forma de pastelão.

A Patente norte-americana Nº 5.845.652 descreve a preparação de fibras de dois componentes de núcleo-revestimento que usam diferentes materiais e construções de fio. Os polímeros do revestimento são elastômeros termoplásticos, tais como os polímeros das marcas Pebax® e Hytrel®, e o polímero do núcleo é náilon. Os exemplos específicos mostrados na patente se baseiam em 70/30 fibras de núcleo-revestimento feitas de náilon/Pebax® 2533, de náilon/Hytrel® 3078 e de náilon/náilon apresentando, por exemplo, 144 filamentos, denier que varia de 580-730, sem qualquer torção e com resistências à tração de 3,4-5 g/d. Estas fibras foram achatadas em discos aquecidos para ligar os revestimentos dos filamentos durante o processo de fiação da fibra. A patente descreve os aspectos de formar fio volumoso com a utilização de diferentes materiais, principalmente, com o uso de fibras de dois componentes dispostas lado a lado. Ela também ensina processos de se obter o auto-avultamento e fio volumoso induzido por tensão.

A Patente norte-americana Nº 5.904.152 descreve um fio de múltiplos filamentos que apresenta múltiplos núcleos feitos de náilon com um polímero elastomérico termoplástico da marca Hytrel® ou da marca Pebax® como o revestimento.

A Patente norte-americana Nº 5.875.797 descreve um fio dental de múltiplos componentes, co-extrusado e de monofilamentos que compreende um núcleo compreendendo um primeiro material, tal como náilon. O núcleo é embutido em um revestimento que compreende um segundo material, tal como um polímero elastomérico termoplástico. O fio apresenta uma superfície externa contínua. O fio de monofilamentos é preparado com o uso da tecnologia de núcleo-revestimento e de uma montagem de matriz durante o processo de extrusão. Fios típicos descritos nesta patente apresentam um denier de 600-700 e compreendem 34 filamentos com uma proporção de 70/30 de po-

límero de núcleo/polímero de revestimento. Os fios descritos apresentam uma tenacidade de 3-4,5 g/d e um alongamento de pelo menos 300%.

Apesar da descrição das referências, persiste a necessidade de um fio que seja resistente ao rasgamento e ao esgarçamento, suave às gengivas, que refresque a boca, eficaz na limpeza, fácil de usar, e que passe prontamente no estreitamento entre os dentes.

A presente invenção apresenta um artigo que compreende uma fita de monofilamentos de dois componentes, a dita fita de monofilamentos de dois componentes compreendendo pelo menos cerca de 60 fibras de núcleo individuais que compreendem um primeiro polímero, as ditas fibras de núcleo individuais sendo embutidas e substancialmente circundadas por completo por um revestimento fundido que compreende um segundo polímero.

Em outro aspecto, a presente invenção apresenta um processo que inclui as etapas de prover pelo menos cerca de 60 fibras bicomponentes e de fundir os revestimentos para formar uma fita de monofilamentos.

A fita de monofilamentos de dois componentes da invenção é feita da fusão dos revestimentos das fibras bicomponentes. As fibras bicomponentes podem ser feitas por qualquer processo conhecido na técnica, incluindo, mas não limitados ao uso de um processo de fiação fundido por co-extrusão ou um processo de fiação por solução. A co-extrusão das fibras de dois componentes pode ser definida como a extrusão de dois polímeros através da mesma fiandeira com ambos os polímeros contidos dentro do mesmo filamento com uma divisa distinta entre os mesmos.

A Figura 1 é uma ilustração esquemática de um processo adequado para formar fibras de dois componentes. Os polímeros utilizados para formar o núcleo e o revestimento são colocados em extrusores de uma hélice (1A) e (1B). Os polímeros são aquecidos e fundidos nos extrusores, depois passados através de uma fiandeira (2) para formar uma pluralidade de fibras de dois componentes co-extrudadas (3). As fibras de dois componentes co-extrudadas são estiradas por pelo menos um rolete (4). As fibras de

dois componentes co-extrusadas (3) são resfriadas na região entre a fiandei-
ra e o rolete (4). O resfriamento pode ser provido por meio conhecido na
técnica, tal como, mas não limitado ao ar frio (5). Durante a co-extrusão das
5 fibras de dois componentes, as viscosidades dos dois polímeros na fiandeira
são preferivelmente combinadas a fim de impedirem a curva fechada do ex-
trusado, que é a curvatura indesejável da fibra de dois componentes co-
extrusadas (3) à medida que ela sai da fiandeira (2). A combinação das vis-
cosidades pode ser alcançada através da seleção de componentes poliméri-
cos e do controle da temperatura dos polímeros nos extrusores de uma héli-
10 ce (1A) e (1B) e na fiandeira (2).

Um acabamento de fiação pode ser aplicado por um rolete (6)
disposto na região de esfriamento (5) entre a fiandeira (2) e o primeiro rolete
(4). Acabamentos de fiação adequados inclui, mas não se limitam aos Fasa-
vin® 2830 e Fasavin® 2758, que são comercialmente disponíveis pela
15 Zschimmer e Schwarz.

O rolete (4) estira a pluralidade de fibras de dois componentes
que saem da fiandeira (2), isto é, as fibras são estiradas, ou esticadas, à
medida que elas passam através da zona de resfriamento (5) na direção do
primeiro rolete (4). O efeito desta etapa de estiramento ou esticamento é
20 duplicado: primeiro, as fibras são reduzidas no diâmetro (isto é, seu denier é
reduzido) e, em segundo lugar, sua resistência à tração é aumentada. Como
é bem conhecido, o termo "denier" se refere ao peso em gramas por 9000
metros de fibra.

Por exemplo, em uma taxa constante de extrusão de polímero
25 fundido a partir da fiandeira (2), o denier da fibra é reduzido com o aumento
da velocidade de rotação do rolete (4). O rolete (4) tipicamente gira em uma
taxa de cerca de 100 metros por minuto a cerca de 2000 metros por minuto,
preferivelmente, de cerca de 400 metros por minuto a cerca de 1000 metros
por minuto. Preferivelmente, um segundo rolete (7) é usado em conjunção
30 com o primeiro rolete (4). O segundo rolete (7) gira substancialmente na
mesma velocidade que o primeiro rolete (4). O segundo rolete (7) gira subs-
tancialmente na mesma velocidade que o primeiro rolete (4). Conforme pode

ser visto pela referência à Figura 1 e à Figura 1A, a pluralidade de fibras de dois componentes (3) são intercaladas quando que elas deixam a região inferior da zona de resfriamento e entram então em contato com a superfície inferior do rolete (4). As fibras de dois componentes intercaladas (3A) deixam o rolete (4) e entram então em contato com a superfície mais inferior (conforme visto na Figura 1) do rolete (7). As fibras continuam a passar em torno do rolete (7) em uma direção contrária a do relógio até que elas alcancem a superfície mais superior (conforme visto na Figura 1) do rolete (7). As fibras são então conduzidas através da abertura entre os roletes (4) e (7), sendo trazidas para o contato com a superfície mais superior (conforme visto na Figura 1) do rolete (4). Uma volta das fibras intercaladas é completada no momento em que o feixe intercalado de fibras co-extrusadas novamente alcança o ponto no qual ele primeiramente entrou em contato com o rolete (4) quando ele inicialmente deixou a zona de resfriamento (5). Depois do término destas quatro voltas em torno dos roletes (4) e (7), o feixe de fibras intercalado (3A) deixa a superfície inferior (conforme visto na Figura 1) do rolete (7) e procede na direção do rolete (8).

O rolete (8) é ajustado para girar em uma velocidade mais rápida do que aquela dos roletes (4) e (7): assim as fibras de dois componentes co-extrusadas (3) no feixe intercalado (3A) são adicionalmente estiradas, isto é, como é bem conhecido na técnica, seu denier é adicionalmente reduzido e sua resistência à tração é adicionalmente aumentada. Conforme pode ser visto na Figura 1B, o feixe de fibras intercalado (3A) é enrolado diversas vezes em torno do rolete (8) depois do que ele passa para o rolete (9). O feixe de fibras (3A) é enrolado diversas vezes em torno do rolete (9) antes de proceder para o rolete (10).

Os roletes (8) e (9) tipicamente giram em uma velocidade de 100 metros a 3000 metros por minuto, preferivelmente, em uma velocidade de 1500 metros a 2500 metros por minuto. O rolete (9) deve ser operado pelo menos na mesma velocidade que o rolete (8). Caso desejado, o rolete (9) poderá ser operado em uma velocidade mais rápida do que o rolete (8), em cujo caso o denier das fibras será adicionalmente reduzido e sua resistência

à tração adicionalmente aumentada.

Conforme mencionado, o feixe de fibras intercalado (3A) passa para o rolete (10) depois de deixar o rolete (9). O rolete (10) é girado em uma velocidade que é inferior àquela do rolete (9); assim as fibras podem relaxar. O feixe de fibras (3A) passa diversas vezes em torno do rolete (10) e depois passa sob o rolete intermediário (11). O feixe de fibras (3A) é então enrolado no rolete (12) para esperar pelo processamento adicional.

Como é conhecido na técnica, qualquer dos roletes (4), (7), (8), (9) e (10) pode ser aquecido. As temperaturas dos roletes aquecidos (4), (7), (8), (9) e (10) podem variar de cerca de 30°C a cerca de 80°C, preferivelmente, de cerca de 50°C a cerca de 75°C.

As fibras de dois componentes utilizadas na presente invenção são fibras de núcleo-revestimento. As fibras de dois componentes utilizadas nesta invenção podem apresentar formas em seção transversal, tais como, arredondada, trilobal, em cruz, além de outras conhecidas na técnica.

A fim de ser adequado para uso na presente invenção, o ponto de fusão do polímero que constitui o componente de revestimento das fibras de dois componentes de núcleo-revestimento tem que ser inferior àquele do ponto de fusão do polímero que constitui o componente de núcleo. Polímeros adequados para o núcleo incluem poliamidas, tais como, mas não limitadas ao náilon 6, ao náilon 11, ao náilon 12, e ao náilon 66; poliésteres, tais como, mas não limitados ao tereftalato de (poli)etileno ("PET") e tereftalato de (poli)butileno ("PBT"); poliolefinas, tais como, mas não limitadas ao polipropileno e polietileno; e polímeros tratados com flúor, tais como, mas não limitados ao fluoreto de (poli)vinilideno e misturas dos mesmos. O náilon 6 e o polipropileno sendo os preferidos.

Polímeros adequados para o revestimento incluem poliolefinas, tais como, mas não limitadas ao polietileno ("PE") e polipropileno; poliésteres, tais como, mas não limitados a policaprolactona ("PCL"); poli(éter-amidas), tais como, mas não limitadas aos Pebax® 4033 SA e Pebax® 7233 SA (Marca Registrada da Elf Atochem); poli(éter-ésteres), tais como, mas não limitados aos polímeros de poli(éter-éster) Hytrel® 4056 (Marca Regis-

tada da DuPont) e Riteflex® disponíveis pela Hoechst-Celanese; elastômeros feitos de poliolefinas, por exemplo, os elastômeros Engage® disponíveis pela DuPont Dow; poli(éter-uretano), tais como, mas não limitado aos polímeros de poli(éter-uretano) Estane® disponíveis pela BF Goodrich; poli(éster-uretano), tal como, mas não limitado ao Estane® disponível pela BF Goodrich; polímeros Kraton®, tais como, mas não limitados ao poli(estireno-etileno/butileno-estireno) disponível pela Shell; e copolímeros de fluoreto de (poli)vinilideno, tal como, mas não limitados ao KynarFlex® 2800, disponível pela Elf Atochem. Pebax® 4033, polietileno, e policaprolactona sendo os preferidos.

A proporção dos dois componentes das fibras de núcleo-revestimento pode ser variada. Todas as proporções usadas aqui se baseiam em porcentagens de volume. A proporção pode variar de cerca de 10 por cento de núcleo a cerca de 90 por cento de revestimento e de cerca de 90 por cento de núcleo a cerca de 10 por cento de revestimento, preferivelmente, de cerca de 20 por cento de núcleo e cerca de 80 por cento de revestimento a cerca de 80 por cento de núcleo e cerca de 20 por cento de revestimento, mais preferivelmente, de cerca de 30 por cento de núcleo e cerca de 70 por cento de revestimento a cerca de 70 por cento de núcleo e cerca de 30 por cento de revestimento.

Durante o processo para formar a fita de dois componentes de monofilamentos da presente invenção, os revestimentos das fibras de dois componentes são fundidos. Conforme usado aqui, o termo "fundido" indica que as fibras de dois componentes que compreendem um feixe intercalado (3A) são expostas a uma temperatura suficiente por um período de tempo suficiente, de modo que os revestimentos dos filamentos de núcleo-revestimento individuais (3) sejam completamente fundidos e fluam juntos para formarem uma matriz substancialmente contínua do material de revestimento. As condições de tempo e temperatura sob as quais o processo de fusão acontece são, conforme seria entendido por aquele versado na técnica, uma função do ponto de fusão do polímero específico que compreende o material de revestimento das fibras de núcleo-revestimento individuais. A

temperatura na qual a função dos revestimentos das fibras de núcleo-revestimento é conduzida é mais baixa que aquela do ponto de fusão dos núcleos das fibras de dois componentes de núcleo-revestimento. Como resultado, a fita de monofilamentos de dois componentes da presente invenção compreende uma pluralidade de fibras de núcleo individuais de material polimérico embutidas e substancialmente circundadas por completo pelo material de revestimento fundido. A fusão pode ser alcançada, por exemplo, com o preaquecimento do feixe de fibras 3A e depois com a calandragem do feixe preaquecido. A calandragem é a passagem das fibras entre o estreitamento dos dois roletes aquecidos separados por uma abertura específica que é ajustada para controlar a espessura e a largura da fita. A flexibilidade da fita de dois componentes de monofilamentos acabada pode ser controlada pela seleção de materiais adequados para o núcleo e o revestimento, pela proporção de material de revestimento/material de núcleo, e pelo número e denier do filamento de núcleo-revestimento no feixe de fibras 3A.

A Figura 2 é uma ilustração esquemática de um processo para converter fibras de dois componentes co-extrusadas na fita de monofilamentos da presente invenção. As fibras de dois componentes co-extrusadas (3), preparadas conforme descrito acima, são puxadas por um rolete de enrolar (20). O número de fibras (3) é pelo menos 60, tipicamente de cerca de 150 a cerca de 500, preferivelmente, de cerca de 200 a cerca de 450, mais preferivelmente, de cerca de 300 a cerca de 400. No processo de conversão, as fibras de dois componentes co-extrusadas (3) são puxadas através do estreitamento dos roletes aquecidos (21A) e (21B) pelo rolete (20), para assim fundir os revestimentos das fibras de dois componentes individuais, formando assim uma fita de monofilamentos de acordo com os ensinamentos da presente invenção. A temperatura dos roletes (21A) e (21B) pode variar de cerca de 40°C a cerca de 90°C, preferivelmente, de cerca de 40°C a cerca de 85°C.

Opcionalmente, as fibras (3) podem ser puxadas a partir do rolo de suprimento (12) (Figura 2) sobre pelo menos um rolete aquecido (22A) antes da calandragem. Em uma concretização preferida, as fibras (3) são

puxadas sobre um segundo rolete aquecido (22B) antes da calandragem nos rolos (21A/21B). A temperatura dos roletes aquecidos (22A) e (22B) pode variar de cerca de 40°C a cerca de 170°C. As fibras (3) podem então entrar pelo menos em um forno (23A) antes da calandragem. Em uma concretização preferida, as fibras entram em um segundo forno (23B) antes da calandragem. A temperatura dos fornos pode variar de cerca de 110°C a cerca de 180°C, preferivelmente, de cerca de 115°C a cerca de 170°C. A fita de monofilamentos pode ser puxada sobre pelo menos um rolete (24) em temperatura ambiente para ajudar no resfriamento da fita.

10 A espessura da fita de monofilamentos pode variar de cerca de 0,013 mm a cerca de 0,15 mm, preferivelmente, de cerca de 0,025 mm a cerca de 0,07 mm.

15 A combinação do polímero de revestimento macio e da resistência provida pelas fibras de núcleo permite o equilíbrio das propriedades do fio para prover a flexibilidade e a suavidade desejadas às gengivas. O material de revestimento pode ser selecionado, de tal maneira que ele apresente um alto coeficiente de atrito e superfície crítica isenta de energia, de modo que a fita possa ser revestida em quantidades mais altas de cera e outros aditivos para facilitar o manuseio e outras propriedades desejáveis.

20 Para aplicações de fio dental, a fita de monofilamentos é revestida com uma composição de revestimento contendo cera, aroma, e outros aditivos para formar um fio dental. A quantidade de cera, aroma, e outros aditivos tipicamente revestidos nas fibras para fazer o fio é conhecida na técnica. Tipicamente, a composição de revestimento é acrescentada em cerca de 15 por cento em peso a 60 por cento em peso, com base no peso da fita de monofilamentos. Os aromas adequados incluem, mas não se limitam aos óleos naturais e de aroma sintético, tais como a hortelã e a canela. Os óleos aromáticos podem ser usados como tais, ou podem ser encapsulados ou apoiados em um transportador, tal como amido ou amido modificado.

30 Outros aditivos incluem, mas não se limitam a adoçantes, tais como adoçantes a granel, incluindo sorbitol e manitol, adoçantes potentes incluindo aspartame e sacarina sódica, conforme ensinado pela Patente

norte-americana Nº 6.080.481, aqui incorporada para referência para descrição com relação às ceras e adoçantes; abrasivos, tal como a sílica; dentífricos, tal como um fluoreto ou composto contendo fluoreto; agentes quimioterapêuticos; limpadores, tais como peróxidos; e branqueadores. Exemplos de aditivos adequados são descritos na Patente norte-americana Nº 5.908.039, a descrição da qual é aqui incorporada para referência.

Os seguintes Exemplos se destinam a demonstrar a fita de monofilamentos e o processo da invenção. Os Exemplos não devem de maneira nenhuma ser interpretados como limitando o escopo da invenção.

10 Exemplo 1

Fitas de monofilamentos, de acordo com os ensinamentos da presente invenção, foram preparadas com o uso do aparelho ilustrado na Figura 2. As fitas de monofilamentos deste Exemplo 1 compreendidas de uma pluralidade de fibras de núcleo de poliéster embutidas em uma matriz substancialmente contínua de material de revestimento de polietileno. Cada fita foi preparada a partir de uma pluralidade de fibras de dois componentes comercialmente disponíveis que apresentam um núcleo de tereftalato de polietileno (PET) e um revestimento de polietileno (PE). As fibras de dois componentes iniciais apresentavam deniers que variam de cerca de 1,64 a cerca de 2,8 deniers por filamento. A proporção de volume de material de revestimento de PE/material de núcleo de PET nas fibras de dois componentes iniciais variou de 20/80 de PE/PET a 60/40 de PE/PET. A gravidade específica do polímero de PE em 210°C era de cerca de 0,76 e a gravidade específica do polímero de PET em 290°C era de cerca de 1,19. Todas as onze (11) amostras de fita de monofilamentos relatadas na Tabela 1 foram feitas a partir de um feixe inicial de 340 fibras de dois componentes de PE/PET. As fitas de monofilamentos acabadas relatadas como as Amostras 1-11 na Tabela 1 apresentaram espessuras na faixa de cerca de 0,03 mm a cerca de 0,05 mm. As fitas de monofilamentos acabadas identificadas como as Amostras 1-4 na Tabela 1 apresentaram um denier de 840, que foi obtido com o uso de 304 fitas de dois componentes, cada qual apresentando um denier de cerca de 2,76. Similarmente, as fitas de monofilamentos acabadas

identificadas como as Amostras 5-7 na Tabela 1 apresentaram um denier de 700, que foi obtido com o uso das 304 fibras de dois componentes iniciais, cada qual apresentando um denier de cerca de 2,3. As fitas de monofilamentos acabadas identificadas como as Amostras 8-10 na Tabela 1 apresentaram um denier de 600, que foi obtido com o processamento de 304 fibras de dois componentes iniciais, cada qual apresentando um denier de cerca de 2. Finalmente, a fita de monofilamentos acabada identificada como a Amostra 11 na Tabela 1 apresentou um denier de cerca de 500, que foi obtido com o uso das 304 fibras de dois componentes iniciais, cada qual apresentando um denier de cerca de 1,64.

Os dados de carga de ruptura, de tenacidade e de porcentagem de alongamento relatados na Tabela 1 se destinam às fitas de monofilamentos acabadas.

As 11 fitas de monofilamentos, de acordo com a invenção e conforme relatadas na Tabela 1, foram formadas com o uso do aparelho ilustrado na Figura 2. O feixe inicial 3A de fibras de dois componentes foi tirado do rolo de suprimento 12. Os roletes (22A) e (22B) foram espaçados entre si em torno de 30,48 cm (12 polegadas). Ambos os roletes foram mantidos em uma temperatura de 120-125°C e girados em uma velocidade de cerca de 80 metros por minuto. O forno (23A) tinha cerca de 2,4 m (8 pés) de comprimento, espaçado a cerca de 30,48 cm (12 polegadas) do rolo (22B) e mantido em uma temperatura de 130°C. O forno (23B) tinha cerca de 1,8 m (6 pés) de comprimento e foi também mantido em uma temperatura de 130°C. A distância entre os dois fornos foi de cerca de 15,24 cm (6 polegadas).

Uma calandra foi localizada estritamente adjacente à saída do forno (23B) e consistia em um par de roletes verticalmente empilhados 21A e 21B, ambos os roletes sendo mantidos em uma temperatura de cerca de 70°C e girados em cerca de 80 metros/minuto. Havia uma ligeira abertura entre os rolos de calandra (21A) e (21B), esta abertura correspondendo substancialmente à espessura desejada da fita de monofilamentos acabada. O rolo 24 foi mantido na temperatura ambiente e foi girado em cerca de 80

metros por minuto. A fita que sai do estreitamento dos rolos (21A) e (21B) foi enrolada em torno do rolo 24 cerca 3-4 voltas antes de proceder para o rolo de enrolar 20 que opera em cerca de 80 metros/minuto. A distância entre os rolos de calandra empilhados (21A), (21B) e a saída do forno (23B) foi de
5 cerca de 6 polegadas (15,24 cm).

Com referência ainda à Figura 2, o feixe inicial 3A de fibras de dois componentes foi conduzido do rolo de suprimento 12 e enrolado em torno de 6 voltas ao redor do rolo 22A antes de proceder para o rolo 22B. As fibras foram enroladas cerca de 4 voltas em torno do rolo 22B antes de se-
10 rem estiradas através dos fornos (23A), (23b). Depois de sair do forno (23B), o feixe de fibras passou através do estreitamento dos rolos de calandra (21A) e (21B), depois por 3-4 voltas em torno do rolo 24 antes de ser enrolado no rolo de enrolar 20. Sob as condições de processamento acima descritas, o tempo de residência do feixe de fibras nos rolos (21A) e (21B) foi de
15 cerca de 8 segundos. O tempo de residência em fornos (23A) e (23B) totalizou aproximadamente 3-4 segundos.

As fitas de monofilamentos foram analisadas quanto às propriedades mecânicas. Os resultados são mostrados nas três colunas da direita da Tabela 1. Os deniers das diversas fitas de monofilamentos acabadas são
20 mostrados na Tabela 1 também.

Para todos os Exemplos dentro deste pedido de patente, o denier, a tenacidade, a carga de ruptura, e a porcentagem de alongamento na ruptura foram testados seguindo o protocolo ASTM 2763.

Tabela 1

| Amostra | *Proporção | | Carga de ruptura <u>Kg (libras)</u> | Tenacidade <u>(g/d)</u> | Alonga- <u>mento (%)</u> |
|---------|---------------|---------------|--|----------------------------|-----------------------------|
| | <u>PE/PET</u> | <u>Denier</u> | | | |
| 1 | 20/80 | 840 | 7,0 (15,5) | 8,3 | 9,5 |
| 2 | 40/60 | 840 | 4,3 (9,5) | 5,1 | 10,2 |
| 3 | 50/50 | 840 | 3,3 (7,3) | 3,9 | 14,4 |
| 4 | 60/40 | 840 | 2,7 (6) | 3,3 | 18,6 |
| 5 | 40/60 | 700 | 3,7 (8,3) | 5,4 | 10,4 |
| 6 | 50/50 | 700 | 2,9 (6,5) | 4,2 | 11,6 |

Tabela 1 (continuação)

| Amostra | *Proporção | | Carga de ruptura | Tenacidade | Alonga- |
|---------|------------|--------|------------------|------------|-----------|
| | PE/PET | Denier | Kg (libras) | (g/d) | mento (%) |
| 7 | 60/40 | 700 | 2,2 (5) | 3,2 | 17,4 |
| 8 | 40/60 | 600 | 3,3 (7,3) | 5,5 | 8,3 |
| 9 | 50/50 | 600 | 2,1 (5,5) | 4,2 | 10 |
| 10 | 60/40 | 600 | 1,9 (4,3) | 3,3 | 16 |
| 11 | 40/60 | 500 | 2 (5,4) | 4,9 | 9,5 |

* das fibras de dois componentes iniciais individuais

A fim de obter o equilíbrio adequado entre a resistência e a flexibilidade nas fibras para aplicação como um fio dental, a tenacidade foi traçada versus a porcentagem de teor de polietileno nas fibras. A tenacidade das fibras cai exponencialmente com o aumento do teor de polietileno. Por isso, o aumento do teor de PE deve prover um fio que seja mais flexível.

A tenacidade foi medida tanto para o feixe de fibras de dois componentes como para a fita de monofilamentos. A tenacidade da fita de monofilamentos foi consistentemente mais alta do que a tenacidade do feixe de fibras de dois componentes em cerca de 6-10%.

Seis fitas de monofilamentos adicionais, de acordo com a invenção, foram formadas com o uso do mesmo processo como aquele usado para formar as Amostras 1-11 na Tabela 1.

Dois amostras, 12 e 12A apresentou um denier de 600. A amostra 12 foi feita a partir de um feixe de 152 fibras de dois componentes de PE/PET individuais, cada qual apresentando um denier de cerca de 3,95, ao passo que a Amostra 12A foi formada de um feixe de 304 fibras de dois componentes de PE/PET individuais, cada qual apresentando um denier de cerca de 2. As amostras 13 e 13A apresentaram um denier acabado de 650 e foram feitas, respectivamente, a partir de feixes de fibras iniciais apresentando 152 fibras (cada qual com cerca de 4,2 deniers/filamento) e 304 fibras (cada qual com cerca de 2,1 deniers/filamento). As amostras 14 e 14A apresentaram um denier acabado de 700. A amostra 14 foi feita a partir de um feixe inicial de 152 fibras de dois componentes, cada qual apresentando um

denier de cerca de 4,6, enquanto que a Amostra 14A foi feita a partir de um feixe inicial de 304 fibras de dois componentes, cada qual apresentando um denier de cerca de 2,3.

Em todos os casos, as fibras de dois componentes eram substancialmente circulares na seção transversal e compreendiam um revestimento de polietileno (PE) e um núcleo de tereftalato de polietileno (PET) em uma proporção de volume de 45 de PE/55 de PET.

A carga de ruptura e a tenacidade das seis amostras acabadas foram relatadas na Tabela 2.

10

Tabela 2

| <u>Amostra</u> | <u>Denier</u> | <u>Carga de ruptura Kg (libras)</u> | | <u>Tenacidade (g/d)</u> | |
|----------------|---------------|-------------------------------------|-------------------|-------------------------|-------------------|
| | | <u>152 fibras</u> | <u>304 fibras</u> | <u>152 fibras</u> | <u>304 fibras</u> |
| 12 | 600 | 3,1 (7) | - | 5,3 | - |
| 12A | 600 | - | 2,9 (6,5) | - | 4,9 |
| 13 | 650 | 3,2 (7,1) | - | 5 | - |
| 13 | 650 | - | 3,0 (6,8) | - | 4,7 |
| 14 | 700 | 3,4(7,5) | - | 4,9 | - |
| 14A | 700 | - | 3,3 (7,4) | - | 4,8 |

15

Em geral, as fitas de monofilamentos apresentaram tenacidade e resistência suficientes para serem usadas como fios dentais. As fitas de monofilamentos feitas a partir de 152 fibras de dois componentes eram mais resistentes do que as fitas correspondentes preparadas a partir de 304 fibras de dois componentes do mesmo denier. Em um esforço para aperfeiçoar as propriedades da fita de monofilamentos de denier 600 feita das 152 fibras de dois componentes, foram conduzidos experimentos com diferentes quantidades de polietileno. Os resultados são sumarizados na Tabela 3.

Tabela 3

| <u>Amostra</u> | <u>% PE</u> | <u>Carga de ruptura Kg (libras)</u> | <u>Tenacidade (g/d)</u> |
|----------------|-------------|-------------------------------------|-------------------------|
| 15 | 35 | 3,3 (7,4) | 5,6 |
| 16 | 40 | 3,1 (7) | 5,3 |
| 17 | 45 | 2,9 (6,5) | 5 |

20

Os resultados indicam que 35% de polietileno proveram a fita de

monofilamentos mais resistente com uma tenacidade de quase 6 g/d.

Os filamentos de dois componentes usados nos seguintes Exemplos 2-5 foram preparados por meio de um processo de extrusão ilustrado esquematicamente na Figura 1.

5 Para o processo de extrusão, foram usados os seguintes aparelhos e condições:

extrusores: extrusores padrão de uma hélice de 3,8 cm com L:D = 30,1 equipados com tremonhas

10 fiandeiras: 2 cabeçotes de fiação com fiandeiras de 175 orifícios e orifícios de matriz de 0,4 a 0,8 mm;

temperatura do ar de resfriamento brusco = 6-18°C

proporção de estiramento total = velocidade do rolete (10)/velocidade do rolete (7); velocidade de enrolamento: 700-2500 m/min.

Exemplo 2 - Poliolefina-Poliéster (Revestimento-Núcleo)

15 Uma série de fitas de monofilamentos de núcleo-revestimento de poliolefina/poliéster foi preparada com o uso do equipamento de extrusão e com o processo de co-extrusão descrito acima com referência à Figura 1. O material de núcleo era o polipropileno ("PP") e o material de revestimento era a policaprolactona ("PCL"). A PCL usada neste Exemplo 2 é comercialmente adequada e foi obtida a partir da Union Carbide com a designação
20 Tone® 767. A gravidade específica de PP em 250°C é de 0,75. As fibras de núcleo-revestimento de PP-PCL foram preparadas a partir de proporções de núcleo-revestimento de 80/20 a 50/50; 175 a 350 fibras; tamanho de orifício de 0,4 mm a 0,8 mm; denier de 500 a 800 (1,4 a 4,6 deniers por fibra); proporção de estiramento de 2,5 a 6; temperatura de estiramento de ambiente a
25 50°C e tenacidade de 2 a 5,5 g/d. A fusão do material de revestimento de PCL para formar a fita de monofilamentos ocorreu entre a zona 5 e o rolete 12 no aparelho mostrado na Figura 1. As fitas de monofilamentos foram analisadas quanto às suas propriedades mecânicas. Os resultados são mostrados nas Tabelas 4A, 4B, 5, 6A e 6B.
30

Tabela 4A

| 350 fi- bras de amostra | Reves- timento PCL 767 | Núcleo PP* | Proporção de estira- mento | Denier | Carga de ruptura Kg (libras) | Tena- cidade (g/d) | Alonga- mento (%) |
|-------------------------------|------------------------------|---------------|----------------------------------|--------|------------------------------------|--------------------------|-------------------------|
| 18 | 20 | 80 | 3,6 | 790 | 3,0 (6,8) | 3,9 | 52 |
| 19 | 35 | 65 | 3,1 | 720 | 2,7 (6) | 3,8 | 50 |
| 20 | 50 | 50 | 3,1 | 730 | 2,1 (4,8) | 3 | 51 |
| 21 | 35 | 65 | 3 | 600 | 2,1 (4,7) | 3,6 | 92 |
| 22 | 35 | 65 | 2,5 | 630 | 1,7 (3,9) | 2,8 | 144 |
| 23 | 35 | 65 | 3 | 630 | 2,1 (4,7) | 3,4 | 93 |
| 24 | 35 | 65 | 3,1 | 630 | 2,3 (5,2) | 3,7 | 79 |
| 25 | 35 | 65 | 4 | 630 | 2,5 (5,7) | 4,1 | 62 |
| 26 | 35 | 65 | 3,1 | 550 | 1,9 (4,2) | 3,5 | 84 |

Temperatura de Estiramento = ambiente

*MFR de 36, conforme medido por ASTM-D1238

Tabela 4B

| 350 fi- bras - denier de 640 | Reves- timento PCL 767 | Núcleo PP* | Proporção de esti- ramento | DT | Carga de ruptura Kg (libras) | Tena- cidade (g/d) | Alonga- mento (%) |
|---------------------------------------|------------------------------|---------------|----------------------------------|----|------------------------------------|--------------------------|-------------------------|
| 27 | 20 | 80 | 4 | 30 | 3,1 (6,9) | 4,8 | 33 |
| 28 | 35 | 65 | 4 | 30 | 2,7 (6) | 4,2 | 44 |
| 29 | 50 | 50 | 4 | 30 | 2,2 (4,9) | 3,4 | 49 |
| 30 | 20 | 80 | 4,2 | 30 | 3,0 (6,7) | 4,7 | 29 |
| 31 | 35 | 65 | 4,2 | 30 | 2,7 (6,1) | 4,3 | 36 |
| 32 | 50 | 50 | 4,2 | 30 | 2,1 (4,8) | 3,4 | 42 |
| 33 | 20 | 80 | 4 | 50 | 3,0 (6,7) | 4,8 | 27 |
| 34 | 35 | 65 | 4 | 50 | 2,6 (5,8) | 4,1 | 34 |
| 35 | 50 | 50 | 4 | 50 | 2,1 (4,8) | 3,4 | 43 |
| 36 | 20 | 80 | 4,6 | 50 | 3,4 (7,5) | 5,4 | 23 |
| 37 | 35 | 65 | 4,6 | 50 | 2,9 (6,5) | 4,6 | 27 |
| 38 | 50 | 50 | 4,6 | 50 | 2,3 (5,2) | 3,6 | 32 |

5 DT = temperatura de estiramento (em °C)

*MFR de 36, conforme medido por ASTM-D1238

Tabela 5

| <u>Amostra</u> | <u>Tama- nho do orifício</u> | <u>Reves- timento</u> | <u>Núcleo</u> | <u>Propor- ção de estira- mento</u> | <u>Carga de ruptura Kg (libras)</u> | <u>Tena- cidade (g/d)</u> | <u>Alonga- mento (%)</u> |
|----------------|--------------------------------------|---------------------------|---------------|---|---|-----------------------------------|----------------------------------|
| 39 | 0,4 mm | 20 | 80 | 5 | 2,8 (6,2) | 4,7 | 40 |
| 40 | 0,6 mm | 20 | 80 | 5 | 2,7 (6) | 4,5 | 40 |
| 41 | 0,8 mm | 20 | 80 | 4,5 | 2,4 (5,5) | 4,2 | 55 |
| 42 | 0,4 mm | 35 | 65 | 5 | 2,4 (5,5) | 4,2 | 50 |
| 43 | 0,6 mm | 35 | 65 | 5 | 2,4 (5,4) | 4,1 | 51 |
| 44 | 0,8 mm | 35 | 65 | 4,5 | 2,3 (5,2) | 3,9 | 64 |
| 45 | 0,8 mm | 35 | 65 | 5 | 2,4 (5,5) | 4,2 | 42 |
| 46 | 0,4 mm | 50 | 50 | 5 | 2,1 (4,7) | 3,6 | 57 |
| 47 | 0,6 mm | 50 | 50 | 5 | 2,0 (4,6) | 3,5 | 63 |
| 48 | 0,8 mm | 50 | 50 | 4,5 | 2,1 (4,7) | 3,6 | 67 |
| 49 | 0,8 mm | 50 | 50 | 5 | 2,1 (4,7) | 3,6 | 48 |
| 50 | 0,4 mm | 20 | 80 | 5,5 | 2,9 (6,6) | 5 | 34 |
| 51 | 0,4 mm | 35 | 65 | 5,5 | 2,5 (5,6) | 4,2 | 44 |
| 52 | 0,4 mm | 50 | 50 | 5,5 | 2,1 (4,7) | 3,6 | 49 |
| 53 | 0,4 mm | 50 | 50 | 6 | 2,3 (5,2) | 3,9 | 30 |
| 54 | 0,6 mm | 50 | 50 | 5,5 | 1,8 (4) | 3 | 47 |

Feito a partir de 175 fibras Temperatura de Estiramento = ambiente

Tabela 6A

| <u>Amostra</u> | <u>PCL 767</u> | <u>PP*</u> | <u>Propor- ção de estira- mento</u> | <u>Denier</u> | <u>Carga de ruptura Kg (libras)</u> | <u>Tena- cidade (g/d)</u> | <u>Alonga- mento (%)</u> |
|----------------|----------------|------------|---|---------------|---|-----------------------------------|----------------------------------|
| 55 | 35 | 65 | 3,1 | 730 | 1,9 (4,3) | 2,7 | 128 |
| 56 | 50 | 50 | 3,1 | 730 | 1,5 (3,4) | 2,1 | 140 |

Feito a partir de 350 fibras Temperatura de Estiramento = ambiente

5 *MFR de 18, conforme medido pelo Processo de Teste ASTM D-1238

Tabela 6B

| <u>Amostra</u> | <u>PCL 767</u> | <u>PP*</u> | Propor- ção de estira- mento | <u>Denier</u> | Carga de ruptura Kg (libras) | Tena- cidade (g/d) | Alonga- mento (%) |
|----------------|----------------|------------|---------------------------------------|---------------|------------------------------------|--------------------------|-------------------------|
| 57 | 35 | 65 | 3 | 630 | 1,8 (4,1) | 2,9 | 140 |
| 58 | 35 | 65 | 3,2 | 630 | 1,9 (4,3) | 3,1 | 112 |

Os resultados mostram que uma proporção de estiramento mais alta produz propriedades superiores. Os resultados também mostram que um tamanho de orifício menor (Vide Tabela 5) fornece melhores propriedades. Isto se dá provavelmente devido às forças de cisalhamento maiores durante o processo de fiação que conduz a uma alta orientação molecular das moléculas de polímero.

As ótimas propriedades para esta combinação foram obtidas com o uso de polipropileno que apresenta um MFR de 36 e com o processamento das fibras em uma alta proporção de estiramento e temperatura de estiramento originárias de um tamanho de orifício pequeno.

Exemplo 3 - Poliamida-Poliéster (Núcleo-Revestimento)

Uma série de fibras de dois componentes de núcleo-revestimento de poliamida-poliéster foi preparada conforme descrito acima. Para este conjunto de experimentos, o náilon 6 (B-3) era o núcleo e PCL (Tone® 767) era o revestimento. A gravidade específica do náilon 6(B-3) em 265°C é de 1. As fibras de núcleo-revestimento foram preparadas em proporções de núcleo-revestimento de 80/20 a 35/65 em cerca de denier de 640 (1,8 deniers por fibra) e processadas em uma temperatura de estiramento de ambiente a 50°C, proporções de estiramento de 2,5 a 4; e tenacidade de 2,5 a 5 g/d. As fibras foram fundidas em linha, isto é, entre a zona 5 e o rolete 12 no aparelho mostrado na Figura 1, para formar as fitas de monofilamentos, similares às fibras de núcleo-revestimento de PP-PCL, e não exigiram nenhum processamento subsequente no aparelho mostrado na Figura 2. As fitas de monofilamentos foram analisadas quanto às propriedades mecânicas. Os resultados são mostrados nas Tabelas 7A e 7B.

Tabela 7A

| Amos- tra | Reves- timento | Núcleo de | Temp. de esti- ra- mento | Carga de ruptura Kg | Te- naci- dade | Along. | | |
|--------------|-------------------|--------------|-----------------------------------|------------------------|----------------------|-----------|--------|----------|
| | PCL | náilon | | | | | Denier | (libras) |
| 59 | 767 | 6 | D/R | 20 | 630 | 2,4 (5,4) | 3,9 | 64 |
| 60 | 35 | 65 | 2,48 | 26 | 650 | 2,1 (4,7) | 3,3 | 59 |
| 61 | 50 | 50 | 2,48 | 40 | 650 | 2,0 (4,6) | 3,2 | 58 |
| 62 | 50 | 50 | 2,48 | 50 | 650 | 2,1 (4,7) | 3,3 | 54 |
| 63 | 50 | 50 | 2,48 | 60 | 650 | 2,1 (4,7) | 3,3 | 49 |
| 64 | 65 | 35 | 2,48 | 40 | 650 | 1,7 (3,8) | 2,6 | 41 |
| 65 | 40 | 60 | 2,48 | 40 | 630 | 2,4 (5,4) | 3,9 | 63 |

Feito a partir de 350 fibras

Tabela 7B

| Amos- tra | Reves- timento | Núcleo de | Temp. de esti- ra- mento | Carga de ruptura Kg | Tena- cida- de | Along. | | |
|--------------|-------------------|--------------|-----------------------------------|------------------------|----------------------|-----------|--------|----------|
| | PCL 767 | náilon | | | | | Denier | (libras) |
| 66 | 20 | 80 | 3,5 | 30 | 640 | 2,9 (6,5) | 4,5 | 43 |
| 67 | 35 | 65 | 3,5 | 30 | 640 | 3,2 (7,2) | 5,1 | 41 |
| 68 | 50 | 50 | 3,75 | 30 | 640 | 3,0 (6,8) | 4,8 | 35 |
| 69 | 50 | 50 | 4 | 30 | 640 | 3,1 (6,9) | 4,9 | 31 |
| 70 | 20 | 80 | 3,5 | 50 | 640 | 2,9 (6,5) | 4,6 | 35 |
| 71 | 35 | 65 | 3,5 | 50 | 640 | 3,0 (6,7) | 4,7 | 44 |
| 72 | 50 | 50 | 3,75 | 50 | 640 | 3,0 (6,8) | 4,8 | 30 |

Along. = alongamento

5 Temp. = temperatura (°C)

D/R = proporção de estiramento

Os resultados mostram que uma quantidade maior de náilon 6 confere valores de tenacidade mais altos. Para aplicações de fio, 65% de náilon 6 irão prover resistência suficiente e 35% de PCL irão prover flexibilidade e ligação adequadas às fibras de núcleo.

Exemplo 4 - Poliamida-Poli(éter-amida) (Núcleo-revestimento)

Uma série de fitas de monofilamentos de núcleo-revestimento de poliamida-poli(éter-amida) foi preparada conforme descrito acima. Para este conjunto de experimentos, o náilon 6 (B-3) era o núcleo e Pebax® 4033 poli(éter-amida), comercialmente disponível pela Elf Atochen, era o revestimento. A gravidade específica do Pebax® 4033 era 1,05 em 240°C. A gravidade específica do náilon 6(B-3) era de 1,0 em 265°C. As fibras foram feitas de proporções de núcleo-revestimento de 80/20 a 35/65 em denier de 600-650 (1,7 a 1,85 deniers por fibra) em uma proporção de estiramento de 2,3, temperatura de 50°C a 90°C e tenacidade de 3,5 a 5 g/d. As fibras não se fundiram em linha, e o pós-tratamento similar ao Exemplo 1 foi exigido para fundir o Pebax® 4033 para formar a fita de monofilamentos final. As fitas de monofilamentos finais foram analisadas quanto às propriedades mecânicas. Os resultados são mostrados em Tabelas 8 e 9.

15

Tabela 8

| <u>Amostra</u> | Revesti- | Núcleo | | Carga de | | Tenaci- | Along. |
|----------------|-------------------------|----------------|-----|----------|------------------------|---------------|--------|
| | mento Pebax® 4033 | de náilon 6 | D/R | Denier | ruptura kg (libras) | dade (g/d) | |
| 73 | 20 | 80 | 2,3 | 600 | 2,8 (6,2) | 4,7 | 64 |
| 74 | 20 | 80 | 2,3 | 650 | 3,3 (7,3) | 5,1 | 82 |
| 75 | 35 | 65 | 2,3 | 620 | 2,7 (6) | 4,4 | 64 |
| 76 | 35 | 65 | 2,3 | 650 | 3,0 (6,7) | 4,7 | 63 |
| 77 | 50 | 50 | 2,3 | 600 | 2,4 (5,4) | 4 | 31 |
| 78 | 50 | 50 | 2,3 | 650 | 2,5 (5,7) | 3,9 | 25 |
| 79 | 65 | 35 | 2,3 | 600 | 2,2 (5) | 3,7 | 21 |
| 80 | 65 | 35 | 2,3 | 650 | 2,4 (5,3) | 3,7 | 24 |

Feito a partir de 350 fibras

D/R = proporção de estiramento

Along. = alongamento

Temperatura de estiramento = 50°C

Tabela 9

| <u>Amostra</u> | <u>Proporção de re- vestimento-núcleo</u> | <u>D/T</u> | <u>Estira- mento total</u> | <u>Carga de ruptura kg (libras)</u> | <u>Tenacida- de (g/d)</u> |
|----------------|---|------------|------------------------------------|---|-----------------------------------|
| 81 | 35/65 | 50 | 2,2 | 2,5 (5,63) | 4,12 |
| 82 | 35/65 | 50 | 2,2 | 2,4 (5,42) | 3,96 |
| 83 | 35/65 | 50 | 2,27 | 2,6 (5,85) | 4,28 |
| 84 | 35/65 | 50 | 2,27 | 2,4 (5,48) | 4,02 |
| 85 | 35/65 | 50 | 2,5 | 2,9 (6,43) | 4,71 |
| 86 | 35/65 | 50 | 2,8 | 3,0 (6,64) | 4,86 |
| 87 | 35/65 | 70 | 2,46 | 2,7 (6,1) | 4,47 |
| 88 | 35/65 | 70 | 2,7 | 2,7 (6,1) | 4,47 |
| 89 | 35/65 | 70 | 3 | 3,1 (6,85) | 5,01 |
| 90 | 35/65 | 70 | 33,3 | 3,3 (7,22) | 5,28 |
| 91 | 35/65 | 90 | 3,33 | 3,3 (7,41) | 5,43 |

Feito a partir de 350 fibras

Revestimento = Pebax® 4033

Núcleo = náilon 6

5 D/T = temperatura de estiramento (°C)

Denier = 620

10 Os resultados mostram que um maior teor de Pebax® 4033 reduz a tenacidade das fibras, e que as fibras de Pebax® 4033/náilon 6 são mais resistentes do que as fibras de PCL/náilon 6. Os resultados também mostram a tenacidade das fibras foi aperfeiçoada como uma função da proporção de estiramento e da temperatura de estiramento. Trinta e cinco por cento de Pebax® 4033 ligaram extremamente bem às fibras de náilon 6, e proveram uma maior flexibilidade e tenacidade para as aplicações de fio dental.

15 Exemplo 5 - Poliéster-Poli(éter-éster) (Núcleo-Revestimento)

Uma série de fibras de dois componentes de núcleo-revestimento de poliéster-poli(éter-éster) foi preparada conforme descrito acima. Para este conjunto de experimentos, PBT e PET foram os materiais do núcleo, e poli(éter-éster) Hytre® 4056, comercialmente disponível pela DuPont, foi o

material de revestimento. As fibras foram estiradas de acordo com a seguinte seqüência:

Fibras não-estiradas → primeiro conjunto de roletes aquecidos (30-40 metros por minuto; 50°C) → banho de água quente (70°C) → segundo conjunto de roletes aquecidos (100-135 metros por minuto; 50°C) → forno a vapor → terceiro conjunto de roletes ambientes (100-120 metros por minuto) → dispositivo de enrolar.

As fibras não-estiradas foram estiradas entre os primeiro e segundo conjuntos de roletes aquecidos e relaxadas com o uso do terceiro conjunto de roletes. Típicas proporções de estiramento para esta operação foram de 2 a 4 e o denier das fibras estiradas foi de 800-900. Estas fibras foram fundidas para formar fitas de monofilamentos. As fitas de monofilamentos foram analisadas quanto às propriedades mecânicas. Os resultados são mostrados nas Tabelas 10A e 10B.

15

Tabela 10A

| Amostra | Revesti- mento Hytrel® 4056 | Núcleo PBT | D/R | Denier | Carga de ruptura (Kg (libras)) | Tena- cidade (g/d) | Along. (%) |
|---------|-----------------------------------|---------------|------|--------|--------------------------------------|--------------------------|---------------|
| 92 | 35 | 65 | 1,74 | 830 | 2,6 (5,8) | 2,9 | 45 |
| 93 | 50 | 50 | 1,74 | 900 | 5,2 (2,3) | 2,8 | 50 |

Feito a partir de 350 fibras

D/R = proporção de estiramento

Along. = alongamento

Tabela 10B

| Amos- tra | Revesti- mento Hytrel® 4056 | Nú- cleo PBT | D/R | Denier | Carga de ruptura (Kg (libras)) | Tena- cidade (g/d) | Along. (%) |
|--------------|--------------------------------------|--------------------|----------|--------|--------------------------------------|--------------------------|---------------|
| 94 | 35 | 65 | 3 | 830 | 2,5 (5,6) | 3,1 | 35 |
| 95 | 50 | 50 | 3 | 870 | 2,6 (5,9) | 3,1 | 32 |
| 96 | 50 | 50 | Em linha | 830 | 2,3 (5,2) | 2,8 | 26 |
| 97 | 65 | 35 | 2,63 | 900 | 1,9 (4,2) | 2,2 | 27 |

Feito a partir de 350 fibras

D/R = proporção de estiramento

20

Along. = alongamento

Os resultados mostram que os valores da tenacidade não são grandemente afetados pela variação do teor de Hytrel® 4056, conforme foi mostrado para outros sistemas anteriores.

Exemplo 6

5 (a) PET-PE (Núcleo-Revestimento)

Um fio dental foi feito com a aplicação de um revestimento de cera microcristalina Multiwax W-445 (Witco) à fita de monofilamentos não-revestida que apresentou as seguintes características:

10 proporção de núcleo=revestimento de 65/35 de PET- PE; Denier de 600; 152 fibras; 3,94 deniers/fibra; 0,05 mm de espessura; carga de ruptura de 3,3 kg (7,4 libras); tenacidade de 5,6 g/d; 10% de alongamento na ruptura.

15 O fio foi feito, como segue: A fita de monofilamento foi desenrolada do carretel de suprimento, tensionada com um tensionador e passada através de um orifício. O revestimento de cera, que foi aquecido a 87°C (190°F), foi aplicado à fita de monofilamentos através de uma matriz que foi injetada com quantidade requerida de material de revestimento. A fita de monofilamento foi então passada através de um túnel de ar frio e esfriada até 2,7°C (37°F), e o fio resultante foi reenrolado em um rolo de enrolar com
20 o uso de equipamento de enrolamento convencional. O fio continha um acréscimo de revestimento de cera de 18-20% com base no peso da fita de monofilamentos não-revestida.

(b) Náilon 6-Pebax® (Núcleo-Revestimento)

25 Um fio dental foi preparado por meio do processo descrito acima com cera microcristalina em um acréscimo de 18-20% com base no peso da fita de monofilamentos. A fita de monofilamentos não-revestida apresentou as seguintes características: proporção de núcleo/revestimento de 65/35 de náilon 6/Pebax® 4033; denier de 650; 350 filamentos; 1,85 deniers/filamento; 0,05 mm de espessura; carga de ruptura de 3,0 kg (6,7 libras);
30 tenacidade de 4,7 g/d; 60% de alongamento na ruptura.

(c) Polipropileno (MFR 36)/PCL 767 (Núcleo-Revestimento)

Um fio dental foi preparado por meio do processo descrito acima

[Exemplo 6-(a)] com cera microcristalina em um acréscimo de 18-20% com base no peso da fita de monofilamentos não-revestida. A fita de monofilamentos não-revestida apresentou as seguintes propriedades: proporção de núcleo/revestimento de 65/35 de polipropileno/PCL; denier de 640; 350 filamentos; 1.82 deniers/filamento; 0,05 mm de espessura; carga de ruptura de 2,9 kg (6,5 libras); tenacidade de 4,6 g/d; 27% de alongamento na ruptura.

Exemplo 7

As fitas de monofilamentos acima mencionadas foram também revestidas de maneira similar com as seguintes composições: cera microcristalina - 75-85%; borribo de aroma seco - 15-25%; e sacarina sódica - 1%. O acréscimo total das composições foi de 35-45% com base no peso da fita de monofilamentos não-revestida. A fita de monofilamentos de Pebax® 4033/Náilon 6 não se mostrou cerosa mesmo quando o acréscimo foi tão alto quanto 44%. O nível elevado dos acréscimos da composição de revestimento (isto é, de 35-45%) permitiu prover mais facilmente um fio dental com maiores níveis de aromatizantes (provendo assim um "alto impacto de aroma"), abrasivos, ingredientes ativos e outros aditivos conhecidos na técnica.

Os fios dentais foram testados quanto às diversas propriedades incluindo a maneira pela qual o fio desliza entre os dentes, a resistência ao rasgamento, resistência, facilidade de uso, eficácia na limpeza, suavidade às gengivas, e uma sensação de limpeza na boca. Os resultados foram relatados em uma escala de 0 a 10, com 0 sendo insatisfatório e 10 sendo excelente. Os resultados são mostrados na Tabela 11.

Tabela 11

| | PET/PE | Náilon 6/ Pebax® 4033 |
|---|--------|-----------------------------|
| Ligação total | 5,20 | 6,92 |
| Alta qualidade | 5,27 | 7,44 |
| Fácil deslizamento entre os dentes | 5,89 | 7,61 |
| Nenhum rasgamento ou esgarçamento entre os dentes | 6,38 | 7,67 |
| Nenhuma ruptura durante o uso | 7,24 | 8,09 |
| Resistência do fio | 6,62 | 7,86 |

Tabela 11 (continuação)

| | PET/PE | Náilon 6/ Pebax® 4033 |
|--|--------|-----------------------------|
| Suave às gengivas | 5,65 | 7,39 |
| Flexível/não-rígido | 6,58 | 7,62 |
| Limpeza eficaz dos dentes | 6,05 | 7,85 |
| Sensação de limpeza na boca | 5,97 | 7,38 |
| Fácil de segurar (não-escorregadio) | 6,30 | 7,76 |
| Não machuca/causa qualquer desconforto aos dedos enquanto do uso | 6,47 | 7,79 |
| Espessura certa | 4,89 | 6,86 |
| Quantidade de revestimento de cera | 4,74 | 6,98 |
| Espessura (% "quase certa") | 36% | 62% |
| Quantidade de revestimento de cera (% "quase certa") | 36% | 56% |
| Aparência atraente antes do uso | 5,67 | 7,32 |
| Sem qualquer desordem durante o uso | 6,24 | 7,91 |

Os resultados acima mostram que os fios da fita de monofilamentos revestidos com 20% de cera tiveram um bom desempenho em todos os atributos testados.

5 A superfície e a seção transversal das fitas de monofilamentos foram observadas com o uso de microscópio eletrônico de varredura. Em todas as fitas de monofilamentos, os revestimentos dos filamentos de núcleo/revestimento individuais foram fundidos durante o processo de calandragem. As seções transversais das fitas de monofilamentos também mos-

10 traram que os revestimentos foram fundidos ao longo do comprimento das fitas de monofilamentos.

As gravidades específicas em temperatura ambiente (de aproximadamente 22°C) dos diversos polímeros mencionados aqui, conforme determinado de acordo com o procedimento mostrado em Processo de Teste

15 ASTM D-792, são mostradas abaixo.

| <u>Polímero</u> | <u>Gravidade Específica</u> |
|---|-----------------------------|
| Tereftalato de polietileno (PET) | 1,38 |
| Polietileno linear de baixa densidade (LLDPE) | 0,92 |
| Náilon 6 | 1,14 |

(continuação)

| | <u>Polímero</u> | <u>Gravidade Específica</u> |
|---|-----------------------------------|-----------------------------|
| | Náilon 6,6 | 1,14 |
| | Polipropileno (PP) | 0,9 |
| 5 | Pebax® 4033 | 1,01 |
| | Policaprolactona (PCL) | 1,14 |
| | Hytrel® 4056 | 1,17 |
| | Tereftalato de polibutileno (PBT) | 1,42 |

REIVINDICAÇÕES

1. Artigo que compreende uma fita de monofilamentos de dois componentes, caracterizado pelo fato de que a dita fita de monofilamentos de dois componentes compreende de 150 a 500 fibras de núcleo individuais que compreendem um primeiro polímero e apresentam um denier que varia de 0,6 a 4,5, as ditas fibras de núcleo individuais sendo embutidas e substancialmente circundadas por completo por um revestimento fundido que compreende um segundo polímero.

2. Artigo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o denier das fibras de núcleo individuais varia de 0,7 a 3,8.

3. Artigo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o polímero que compreende os núcleos individuais é selecionado de uma poliamida, de um poliéster, de uma poliolefina, e de um polímero fluorado.

4. Artigo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que a poliamida é selecionada do grupo que consiste em náilon 6, em náilon 11, em náilon 12, e em náilon 66; o poliéster é selecionado do grupo que consiste em tereftalato de (poli)etileno e de tereftalato de (poli)butileno; a poliolefina é selecionada do grupo que consiste em polipropileno e de polietileno; e o polímero fluorado é de fluoreto de (poli)vinilideno.

5. Artigo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o polímero que compreende núcleos individuais é selecionado do grupo que consiste em polipropileno e de náilon 6.

6. Artigo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o polímero que compreende o revestimento é selecionado de uma poliolefina, de um poliéster, de uma poli(éter-amida), de um elastômero, e de um copolímero de fluoreto de (poli)vinilideno.

7. Artigo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a poliolefina é selecionada do grupo que consiste em polietileno e polipropileno; o poliéster é policaprolactona; a poli(éter-amida) é selecionada do grupo que consiste em polímero Pebax® 4033 SA e polímero Pebax® 7233 SA; o poli(éter-éster) é selecionado do grupo que consiste em

polímero Hytrel® 4056 e em polímero Riteflex®; o elastômero é feito de poliolefinas, por exemplo, os elastômeros Engage®, o elastômero é feito de um poli(éter-uretano), por exemplo, os elastômeros Estane®, o elastômero é feito de poli(éster-uretano), por exemplo, os elastômeros Estane®, o elastômero é feito de poli(estireno-etileno/butileno-estireno), por exemplo, os elastômeros Kraton®; e o copolímero de fluoreto de (poli)vinilideno é polímero KynarFlex® 2800.

8. Artigo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o polímero que compreende o revestimento é selecionado do grupo que consiste em policaprolactona, de polietileno, de polímero Pebax® 4033 SA e de polímero Pebax® 7233 SA.

9. Artigo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a proporção de núcleo/revestimento nas fibras de núcleo/revestimento de dois componentes varia de 10 por cento de núcleo e de 90 por cento de revestimento a 90 por cento de núcleo a 10 por cento de revestimento.

10. Artigo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a proporção de núcleo/revestimento nas fibras de núcleo/revestimento de dois componentes varia de 20 por cento de núcleo e de 80 por cento de revestimento a 80 por cento de núcleo e de 20 por cento de revestimento.

11. Artigo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a proporção de núcleo/revestimento nas fibras de núcleo/revestimento de dois componentes varia de 30 por cento de núcleo e de 70 por cento de revestimento a 70 por cento de núcleo e de 30 por cento de revestimento.

12. Artigo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a espessura da fita de monofilamentos varia de 0,01 mm a 0,15 mm.

13. Artigo de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a espessura da fita de monofilamentos varia de 0,03 mm a 0,07 mm.

14. Artigo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a fita de monofilamentos tem aplicada à mesma uma composição de revestimento que compreende uma cera, um aroma e pelo menos um outro aditivo para formar um fio dental.

5 15. Fio dental como definido na reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que a composição de revestimento está presente de 15 por cento em peso de 60 por cento em peso com base no peso da fita de monofilamentos; o aroma é selecionado do grupo que consiste em hortelã e canela; e
10 pelo menos um outro dito aditivo é selecionado do grupo que consiste em adoçantes, abrasivos, limpadores, agentes quimioterapêuticos, e branqueadores.

FIG. 1

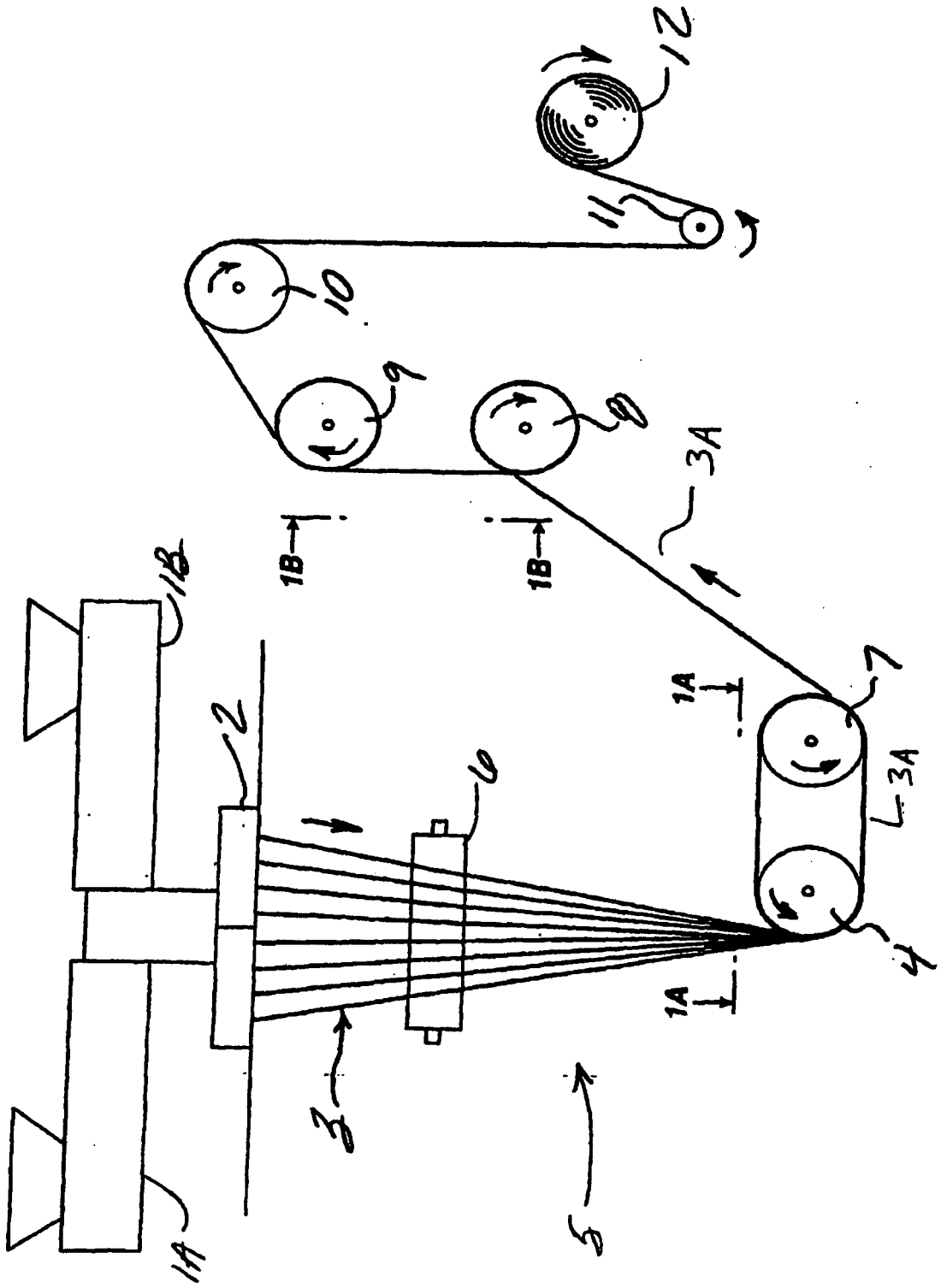


FIG. 1A

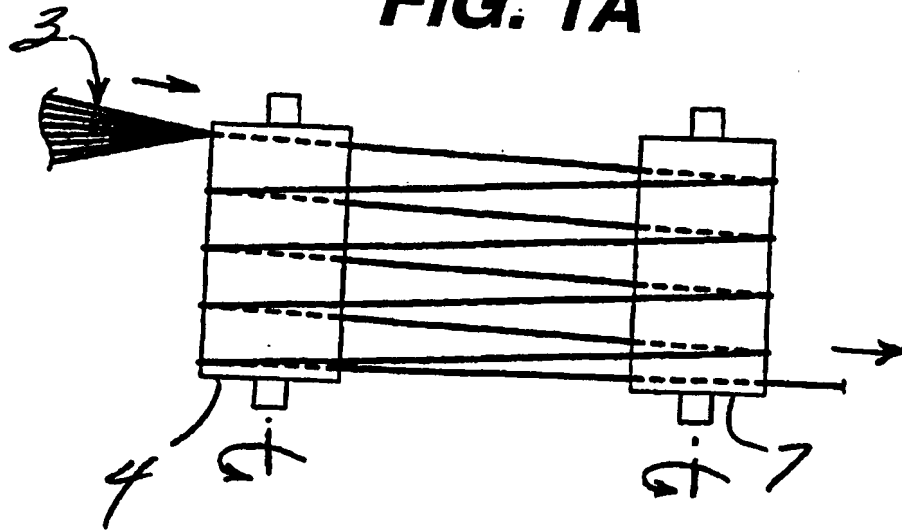


FIG. 1B

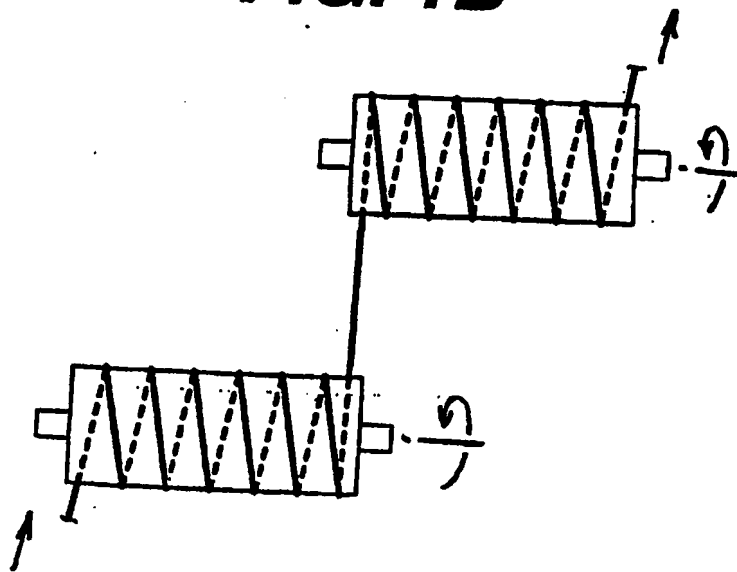
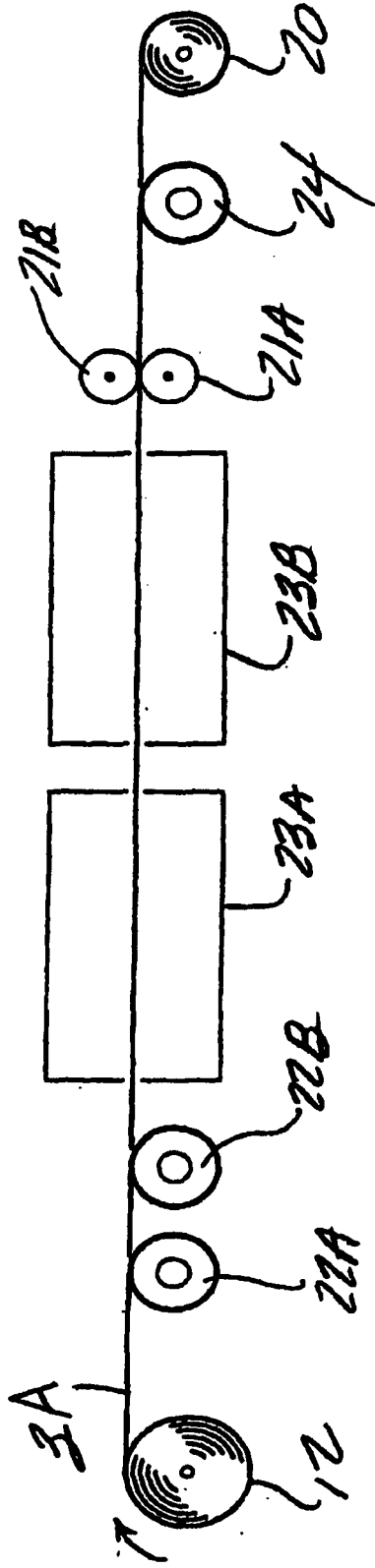


FIG. 2



RESUMO

Patente de Invenção: **"ARTIGO QUE COMPREENDE UMA FITA DE MONOFILAMENTOS DE DOIS COMPONENTES E FIO DENTAL"**.

5 É descrita uma fita de monofilamentos de dois componentes, a fita sendo feita da fusão dos revestimentos de pelo menos cerca de 60 fibras bicomponentes e da ligação dos revestimentos fundidos às fibras do núcleo. Também é descrito um processo para preparar uma fita de monofilamentos de dois componentes com a provisão de pelo menos cerca de 60 fibras bi-
10 fibras de núcleo. componentes, fundir os revestimentos, e ligar os revestimentos fundidos às