

(11) *Número de Publicação:* PT 90052 B

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 5)

D06M015/507 A

D04H001/42 B

D04H001/54 B

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) <i>Data de depósito:</i> 1989.03.20	(73) <i>Títular(es):</i> E.I. DU PONT DE NEMOURS AND CO. - ESTADO DE DELAWARE US
(30) <i>Prioridade:</i> 1988.03.18 GB 8806419	
(43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1989.11.10	(72) <i>Inventor(es):</i> ILAN MARCUS CH ROBERT ALLEN HALLING US
(45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 09/93 1993.09.03	(74) <i>Mandatário(s):</i> ANTÓNIO LUIS LOPES VIEIRA DE SAMPAIO RUA DE MIGUEL LUPI 16 R/C 1200 LISBOA PT

(54) *Epígrafe:* PROCESSO PARA A FABRICAÇÃO DE ENCHIMENTO DE FIBRAS DE POLIÉSTER

(57) *Resumo:*

[Fig.]

R E S U M O
=====

"Processo para a fabricação de enchimentos de fibras de poliéster"

Proporciona-se um enchimento de fibras de poliéster com um revestimento de alisamento de um copoliéster aperfeiçoado, sendo os aperfeiçoamentos caracterizados pelo facto de o copoliéster ser modificado de maneira a conter grupos polares que possuem sítios que são susceptíveis de uma reacção do tipo de reticulação e de os materiais resultantes terem sido submetidos a essa reacção do tipo de reticulação, de maneira que a durabilidade do revestimento do enchimento de fibras seja melhorada em comparação com copolímeros idênticos mas não modificados e de se obterem ainda outras vantagens.

Dr. J. L. L. L.



INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

DIRECÇÃO DE SERVIÇOS DE PATENTES

CAMPO DAS CEBOLAS, 1100 LISBOA
TEL.: 888 51 51 / 2 / 3 TELEX: 18356 INPI
TELEFAX: 87 53 08

FOLHA DO RESUMO

Modalidade e n.º (11)		T D	Data do pedido: (22)	Classificação Internacional (51)
90.052				
Requerente (71): E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY, uma sociedade organizada e existindo segundo as leis do Estado de Delaware, Estados Unidos da América, norte-americana, industrial, com sede em Wilmington, Estado de Delaware, Estados Unidos da América				
Inventores (72): ROBERT ALLEN HALLING e ILAN MARCUS				
Reivindicação de prioridade(s) (30)			Figura (para interpretação do resumo)	
Data do pedido	Pais de Origem	N.º de pedido		
18.03.1988	GB	8806419		
Epigrafe: (54) "PROCESSO PARA A FABRICAÇÃO DE ENCHIMENTOS DE FIBRAS DE POLIÉSTER"				
Resumo: (máx. 150 palavras) (57) Proporciona-se um enchimento de fibras de poliéster com um revestimento de alisamento de um copoliéster aperfeiçoado, sendo os aperfeiçoamentos caracterizados pelo facto de o copoliéster ser modificado de maneira a conter grupos polares que possuem sítios que são susceptíveis de uma reacção do tipo de reticulação e de os materiais resultantes terem sido submetidos a essa reacção do tipo de reticulação, de maneira que a durabilidade do revestimento do enchimento de fibras seja melhorada em comparação com copolímeros idênticos mas não modificados e de se obterem ainda outras vantagens.				

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBREADAS

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

(Dr. Jorge Garin)

C

"PROCESSO PARA A FABRICAÇÃO DE ENCHIMENTOS DE FIBRAS
DE POLIÉSTER"

CAMPO TÉCNICO

A presente invenção refere-se a aperfeiçoamentos em e relativos a material de enchimento de fibras de poliéster alisado, vulgarmente designado como enchimento de fibras de poliéster, como se descreve mais particularmente na presente memória desc^{ri}tiva.

ENQUADRAMENTO GERAL DA INVENÇÃO

O enchimento de fibras de poliéster é utilizado comercialmente em muitas peças de vestuário e em outros artigos, tais como sacos de dormir, almofadas, acolchoados e travesseiros. Uma forma particularmente útil e desejável de enchimento de fibras de poliéster tem um revestimento de poli-siloxano curado, muitas vezes designado por alisador de silicone, por exemplo como se descreve na patente de invenção norte-americana número 3 271 189, depositada por Hofmann e na patente de invenção norte-americana número 3 454 422, depositada por Mead e col., porque certas

propriedades desejáveis, tais como toque, estabilidade da massa e características de felpagem, são aperfeiçoadas em comparação com as do enchimento de fibras não alisado com silicone que até agora se tem designado como "seco".

O enchimento de fibras de poliéster alisado tem geralmente tido a forma de fibras a granel de poliéster (de preferência, essencialmente poli(tereftalato, de etileno), por serem os materiais mais baratos e mais facilmente disponíveis, mas também são usados materiais especializados, tais como materiais de dois componentes e de cadeia ramificada) com um denier (para a utilização final prevista) e com a secção transversal e o comprimento cortado de uma estopa de filamentos de poliéster apropriados, feito convencionalmente por fiação em fusão de filamentos de polímero de poliéster, recolhendo esses filamentos em feixes e processando-os sob a forma de uma estopa de grandes dimensões, normalmente com estiramento para aumentar a orientação e a cristalinidade (muito embora também se possam obter directamente por fiação a alta velocidade sob condições apropriadas suficientes de orientação da fiação e de cristalinidade), encrespamento para produzir filamentos encrespados, relaxação dos filamentos encrespados e transformação da estopa contínua em fibras a granel (muito embora se tenham utilizado alguns enchimentos de fibras sob a forma de estopa de filamentos) e é caracterizado pelo facto de as fibras de poliéster (geralmente quando se encontram ainda sob a forma de filamentos contínuos) serem revestidas

com o agente de alisamento para melhorar o aspecto estético do enchimento de fibras resultante e o agente de alisamento ser muitas vezes endurecido sobre as fibras, por exemplo, convenientemente, durante a operação de relaxação. As fibras de poliéster podem ser maciças mas preferem-se cada vez mais fibras ocas de secção transversal específica para algumas finalidades, por exemplo por causa das suas propriedades de isolamento aperfeiçoadas e por causa do seu pequeno peso volúmico.

Não obstante a larga utilização comercial deste enchimento de fibras de poliéster alisado com silicone, reconheceu-se desde há muito tempo que este revestimento tem inconvenientes importantes juntamente com as vantagens desejáveis. Como é referido na patente de invenção norte-americana número 4 281 042, depositada por Pamm e na patente de invenção norte-americana número 4 304 817, depositada por Frankosky, um revestimento de silicone torna quase impossível ligar o enchimento de fibras de poliéster em pontos de cruzamento separados, especialmente quando se tratam termicamente misturas de apenas enchimento de fibras de poliéster alisado e de fibras de agente ligante de modo a activar as fibras ligantes. Quaisquer ligações que se formam são muito fracas e parecem ser o resultado da ligação entre resíduos de quaisquer fibras ligantes que eram fibras de dois componentes cujos núcleos permanecem depois da ligação. Assim, não tem sido considerada prática a utilização destes enchimentos de fibras alisados com silicone quando o objectivo tem sido formar uma



esteira ligada através da massa ou um artigo moldado que é apropriadamente ligado e durável como é desejável em algumas utilizações finais.

A expressão "ligado através da massa" é utilizada para distinguir da ligação superficial tal como é conseguida por pulverização de um agente ligante sobre a superfície ou as superfícies e efectuando a ligação por tratamento térmico deste agente ligante, ou por outros meios, tais como reticulação química deste agente ligante que é pulverizado apenas sobre a superfície da esteira. Em contraste, distribuindo fibras ligantes através da esteira, por exemplo utilizando uma mistura de enchimento de fibras e de fibras ligantes, obtém-se a ligação através da massa em vez da ligação superficial.

Outros problemas que resultam da utilização de agentes de alisamento de silicone têm incluído o aumento de inflamabilidade resultante e outros defeitos que foram indicados na literatura. Alguns destes problemas são referidos na patente de invenção europeia EPA 87 309 241.5 (Marcus I), depositada em 20 de Outubro de 1987, que se incorpora na presente memória descritiva como referência e que se refere à obtenção de um aperfeiçoamento significativo substituindo os agentes alisantes de silicone comerciais existentes no mercado por um revestimento hidrófilo [isto é, um polímero que contém cadeias ou segmentos de poli-(óxido de alquilenos)] aplicado sobre a superfície do enchimento

de fibras de poliéster. O enchimento de fibras de poliéster assim revestido pode ser ligado mais eficazmente do que o enchimento de fibras alisado com silicone, por exemplo usando misturas de enchimento de fibras com fibras ligantes e tem outras vantagens, por exemplo o melhor transporte da humidade, como se menciona na respectiva memória descritiva.

A patente de Marcus I realça que é importante que o revestimento hidrófilo seja "reticulado" apropriadamente sobre as fibras de poliéster ou, por outras palavras, que os segmentos de poli-(óxido de alquilenos) sejam fixados o mais permanentemente possível na superfície das fibras de poliéster, isto é, de tal maneira que resistam à remoção por lavagem ou por outros tratamentos que se encontram nos processamentos ou na utilização normais. Na presente memória descritiva, designa-se esta propriedade importante como "durabilidade". A durabilidade pode ser afectada por acção dos detergentes de lavagem e de outros aditivos durante os ciclos de lavagem, especialmente às temperaturas elevadas e outras condições que são frequentemente recomendadas para a lavagem de tecidos e de artigos de cama. A este respeito, a requerente verificou que o enchimento de fibras, especialmente o enchimento de fibras alisado e, particularmente, quando as fibras são não ligadas, parece ser submetido a condições que são ainda mais severas do que as fibras dos fios, talvez porque as fibras destes últimos estejam restringidas na sua capacidade de se mover em relação umas às outras e porque é mais

difícil que os líquidos penetrem entre as fibras dos fios, especialmente os fios submetidos a fiação cujas fibras são torcidas conjuntamente para formar o fio.

Só dois tipos de copolímeros de poli-(óxido de alquilenos) comerciais, que implicam dois mecanismos aparentemente separados e diferentes de "reticulação" são descritos especificamente na patente de Marcus I. O primeiro destes dois tipos diz-se conter segmentos de poli-(tereftalato de etileno) e segmentos de poli-(óxido de alquilenos), derivados de um poli-(oxi)-alquilenos que tem uma massa molecular compreendida entre 300 e 6 000. Alguns destes copoliésteres e as suas dispersões são referidos nas patentes de invenção norte-americanas números 3 416 952, 3 557 039 e 3 619 269 de McIntyre e col. e em várias outras memórias descritivas da patente de invenção que se referem a copolímeros segmentados semelhantes que contêm segmentos de poli-(tereftalato de etileno) e segmentos de poli-(óxido de alquilenos). Preferivelmente, o poli-(óxido de alquilenos) é um poli-(óxido de etileno) que é também comercialmente conveniente. Um desses produtos é comercialmente disponível na firma ICI American Inc. como agente de acabamento têxtil e é vendido sob a designação comercial de "ATLAS" G-7264. Este produto é vendido na Europa pela firma ICI Speciality Chemicals, Bruxelas. Outro produto tem sido vendido desde há algum tempo como condicionador de tecidos "ZELCON" 4780 por E. I. du Pont de Nemours and Company, para aplicação em tecidos (ZELCON é também uma marca registada).

Exemplos de copolímeros apropriados são referidos na patente de invenção norte-americana número 3 981 807, depositada por Reynolds. São também referidos copolímeros na patente de invenção europeia EP 159882, depositada por Teijin e na patente de invenção europeia EP 66994, depositada por ICI Americas. Estes copolímeros do primeiro tipo são referidos em vários documentos da técnica anterior e os métodos de "reticulação" são também referidos em vários destes documentos. Na presente memória descritiva, eles são referidos convenientemente como copoliésteres que têm ou compreendem segmentos de poliéter. Acredita-se que os materiais referidos como preferidos possam ser visualizados mais convenientemente como sendo copoliésteres, por exemplo contendo segmentos de polioxietileno (ou de outros polioxialquilenos) (que são os segmentos de poliéter) que são ligados a agrupamentos de tereftalato (por vezes referidos como resíduos, segmentos, unidades repetidas ou ligações) e também como agrupamentos de tereftalato de etileno, de modo que este copoliéster, por exemplo, pode ser considerado como compreendendo agrupamentos tanto de tereftalato de polioxietileno como de tereftalato de etileno, provavelmente ligados ao acaso à cadeia do polímero.

O outro tipo de material inclui poli-(óxido de etileno)/poli-(óxido de propileno) modificado, enxertado com grupos funcionais para possibilitar a reticulação, por exemplo por tratamento com 5 % em peso de ácido cítrico. Um destes produtos é disponível comercialmente na firma Union Carbide sob a designação de "UCON"

3207A ("UCON" é uma marca registrada).

Muito embora estes revestimentos hidrófilos tenham proporcionado vantagens significativas em relação à utilização dos silicones comerciais, a presente invenção proporciona ainda outras vantagens em relação às formas de realização especificamente referidas na patente de Marcus I, como se descreve mais adiante na presente memória descritiva.

Faz-se ainda referência à patente de invenção norte-americana número 3 702 260, depositada por Jayne e col.. A patente de Jayne refere-se a produtos de enchimento de fibras de poliéster modificadas superficialmente, tendo uma recuperação à compressão melhorada e outras propriedades excelentes (veja-se o ~~parágrafo~~ da coluna 2 - coluna 3) e a um processo para a obtenção desses produtos de enchimento de fibras. O revestimento é co-cristalizado sobre a superfície da fibra a granel de poliéster encrespado e consiste num copoliéster que compreende cerca de 20 % a 95 % em peso de unidades de poli-(oxialquileno) e cerca de 80 % a 5 % em peso de unidades de éster idênticas às que se encontram presentes no substrato de fibras a granel de poliéster. Esteiras à base dessas fibras revestidas podem ser ligadas ou não ligadas e são preferivelmente não ligadas (coluna 2, linhas 57 a 59). As resinas de ligação podem ser aplicadas às esteiras para evitar qualquer perda posterior de fibras e/ou para evitar a mudança de posição da esteira em aplicações de utilização final, por exemplo

pulverizando-as em ambos os lados da superfície sob a forma de emulsões em água, seguida de secagem e reticulação (coluna 5, linhas 15 a 21). Na patente de Jayne não se menciona a utilização de fibras ligantes. Tanto quanto a requerente saiba, o enchimento de fibras a que se faz referência na patente de Jayne não foi utilizado comercialmente.

Faz-se também referência à patente de invenção europeia EPA 87 115 403.5 depositada anteriormente (Marcus II) em 21 de Outubro de 1987, que se incorpora na presente memória descritiva como referência e que se refere à produção de esferas de fibra a partir de uma mistura de enchimento de fibras de poliéster e fibras ligantes e aos processos por meio dos quais essas esferas de fibras podem ser processadas e às fibras ligantes activadas de modo a produzir estruturas ligadas interessantes e aperfeiçoadas.

DESCRIÇÃO DA INVENÇÃO

De acordo com alguns aspectos, a presente invenção, especialmente a sua forma de realização preferida, pode ser visualizada como consistindo em escolher e combinar aspectos vantajosos das formas de realização separadas e aparentemente diferentes e técnicas específicas e separadamente referidas na patente de Marcus I. Assim, o copoliéster preferido do primeiro tipo da patente de Marcus I, que compreende tanto agrupamentos de

poli-tereftalato de oxietileno como agrupamentos de tereftalato de etileno, é modificado por inclusão de grupos funcionais, especialmente grupos polares, que permitem a reticulação.

Assim, de acordo com a presente invenção, proporciona-se um enchimento de fibras de poliéster aperfeiçoado, que é alisado com um revestimento de um copoliéster que tem segmentos de poliéster, bem como ligações de poliéster e em que o aperfeiçoamento reside no facto de o copoliéster conter resíduos de um composto químico que contém grupos polares, tais como grupos hidroxilo (OH) e grupos de amónio quaternário e de amina (referidos genericamente como NH). Estes compostos químicos preferidos são compostos poli-hidroxilados que contém pelo menos três átomos de carbono com grupos funcionais hidroxilo. O sorbitol é um exemplo de um composto poli-hidroxilado que tem dado muito bons resultados e se encontra disponível a preços razoáveis. Uma vantagem importante do novo enchimento de fibras revestidas com estes novos copoliésteres modificados reside no facto de estes poderem, caso assim se pretenda, ser convenientemente modificados por reticulação com um agente reticulante apropriado e no facto de, por esses meios semelhantes, se poder conseguir realizar uma ligação posterior do revestimento in situ para melhorar a durabilidade do revestimento aplicado sobre o substrato de fibras originais. Como se nota, esta durabilidade melhorada constitui uma vantagem importante em relação aos materiais especificamente descritos na patente de Marcus I. A acção de reticulação apro-

priada pode realizar-se por esterificação directa com agentes que incluem ácidos policarboxílicos, como, por exemplo, ácido cítrico, por trans-esterificação com ésteres, por exemplo, de ácido cítrico com álcoois inferiores que contêm, por exemplo, até seis átomos de carbono, ou por outro tipo de reacção de reticulação, como se descreverá mais adiante.

Tal como se refere na presente memória descritiva, os novos tipos de enchimento de fibras revestidas com os novos copoliésteres (modificados) apresentam vantagens significativas comparativas em várias utilizações finais e são particularmente vantajosos para a preparação de esteiras não ligadas e de esteiras ligadas a partir de misturas com fibras ligantes, especialmente fibras ligantes de dois componentes bainha/núcleo e para utilização na fabricação de enchimentos de fibras para várias utilizações finais, como se indica.

De acordo com a presente invenção, também se proporciona um processo aperfeiçoado para a preparação de um enchimento de fibras de poliéster alisado sob a forma de fibras a granel, que compreende as operações que consistem em fiar-se poliéster em fusão de modo a obter-se filamentos, processar-se um feixe de filamentos de maneira a obter-se uma estopa, caso se pretenda, por estiramento e possivelmente recozimento para aumentar a orientação e a cristalinidade, encrespamento para a obtenção de filamentos encrespados, relaxação dos filamentos encrespados e

transformação dos filamentos em fibras a granel, em que as fibras de poliéster sob a forma de filamentos ou sob a forma de fibras a granel são revestidas com um agente de alisamento para melhorar o aspecto estético do enchimento de fibras resultante e em que o agente de alisamento é um copoliéster que tem segmentos de poliéter, bem como ligações de poliéster, caracterizado pelo facto de as fibras de poliéster serem revestidas com um copoliéster que contém resíduos de um composto químico que contém grupos polares como se mencionou antes, como, por exemplo, grupos hidroxilo (OH) e grupos (NH) (grupos amónio quaternário e amina).

O enchimento de fibras de poliéster pode ser como se descreve na presente memória descritiva e é preferivelmente utilizado sob a forma de fibras a granel encrespadas de poli-(tereftalato de etileno) como material polimérico principal ou essencialmente único com um valor do denier apropriado e outras dimensões e propriedades que se adaptem à utilização final pretendida.

Uma larga variedade de copoliésteres pode verificar-se ser apropriada para aplicações comerciais, como se indica mais adiante na presente memória descritiva, tendo os copoliésteres de base preferidos (isto é, antes da modificação de acordo com a presente invenção) aproximadamente quantidades equimolares de agrupamentos de poli-(tereftalato de oxietileno) e de tereftalato de etileno, muito embora as quantidades e os materiais especí-



ficos possam variar de maneira a adaptarem-se ao objectivo pretendido. Por exemplo, o segmento de poliéter pode variar até valores superiores, por exemplo até cerca de 85 % em peso desse copoliéster, como poderá acontecer no intervalo de (cerca) 50 % a 85 % em peso, e os agrupamentos de éster de tereftalato de etileno podem constituir muito menos e tão pouco como cerca de 10 % em peso e variar dentro da gama de (cerca) 10 % a 35 % em peso, constituindo o que pode considerar-se como um componente de ligação de poliéster em contraste com o componente da cadeia de poliéter que proporciona hidrofiliçidade e outras propriedades pretendidas para o enchimento de fibras revestido.

O grupo multipolar de modificação do copoliéster de acordo com a presente invenção e os compostos químicos operativos (e os resíduos que ficam no copoliéster aperfeiçoado) que são apropriados são indicados mais pormenorizadamente adiante na presente memória descritiva e materiais preferidos são objecto do pedido de patente de invenção copendente depositado por Halling e col. PCT/US 89/00829, depositado em 6 de Março de 1989, cujo conteúdo é incorporado na presente memória descritiva como referência. Este pedido de patente copendente dá uma explicação simples relativamente a estes copoliésteres e como eles podem ser preparados e como diferem das sugestões da técnica anterior e como podem ser reticulados.

As quantidades utilizadas dependem igualmente dos objectivos pretendidos e dos materiais utilizados e podem variar, por exemplo, até tanto como cerca de 20 % em peso, por exemplo, de (um resíduo de) um composto de poli-hidróxi a) que contém pelo menos três átomos de carbono com grupos hidroxilo funcionais.

Semelhantemente, as reacções do tipo de reticulação e os compostos polifuncionais operativos para efectuar estas reacções são indicados mais pormenorizadamente adiante na presente memória descritiva e as suas quantidades variam e dependem de objectivos específicos (por exemplo das utilizações finais pretendidas) e podem ser tão grandes como cerca de 10 % em peso do copoliéster, por exemplo compreendidas no intervalo entre cerca de 0,5 % e cerca de 10 % em peso.

As quantidades de revestimento de copoliéster sobre o enchimento de fibras variam de acordo com os objectivos pretendidos e espera-se que sejam relativamente pequenas, sendo convencionalmente inferiores a cerca de 1 % em peso da fibra e podem estar compreendidas, por exemplo, dentro do intervalo de cerca de 0,05 % a cerca de 1,2 % em peso.

Esperam-se resultados particularmente úteis para misturas de enchimento de fibras revestido de acordo com a presente invenção com fibra ligante, como se indica nas patentes de invenção de Marcus I e Marcus II e/ou nas outras patentes de

invenção da técnica anterior referidas antes, por exemplo em quantidades compreendidas entre cerca de 60 % e cerca de 95 % em peso desse enchimento de fibras com essencialmente cerca de 40 % a cerca de 5 % de fibras/ligantes/apropriadas, preferivelmente constituídas por dois componentes [ligante (temperatura de ligação inferior) material da bainha/núcleo] e preferivelmente encrespada e compatível com o enchimento de fibras.

Prevêem-se que se possam obter outros produtos a jusante de acordo com a presente invenção que incluem esteiras, esferas de fibra, estruturas moldadas, materiais para vestuário e para camas, e processos para a sua fabricação e para a sua utilização, como se refere na presente memória descritiva e nas patentes de invenção da técnica anterior e é evidente para os especialistas experimentados nesta técnica.

Como se indica na presente memória descritiva, uma vantagem importante consiste em se conseguir uma redução significativa da sensibilidade ao calor que pode ser conferida ao revestimento (bem como a durabilidade melhorada em utilização normal) incorporando pequenas quantidades de grupos polares na estrutura de copoliéster, tais como poli-álcoois e grupos amónio quaternário (ou outros grupos NH). Os poli-álcoois têm um interesse particular porque podem ser reticulados directamente sobre o enchimento de fibras durante o processamento normal por aquecimento do enchimento de fibras revestido. Esses compostos que

contêm grupos hidroxí, por exemplo, têm também possibilidade potencial para a reacção com outros grupos para conferir propriedades adicionais que possam ser pretendidas, como, por exemplo, actividade bacteriostática ou maior resistência a chamas, além das vantagens do copoliéster de revestimento reticulado. Os revestimentos de copoliéster reticulados também demonstraram possuir uma maior durabilidade, por exemplo, como é demonstrado pela capacidade de resistirem durante longos intervalos de tempo de exposição a 180° C sobre enchimentos de fibras com pequena ou nula perda aparente de alisamento ou de propriedades hidrófilas. O enchimento de fibras revestido com copoliésteres modificados reticulados preferidos baseados em agrupamentos de poli-(óxido de etileno) e de tereftalato de etileno demonstrou uma boa resistência à lavagem e um bom transporte da humidade, o que os torna úteis em aplicações tais como roupas de cama, incluindo cobertores, assim como sacos de dormir e vestuário. A reticulação dos revestimentos dos enchimentos de fibra pode também proporcionar um aperfeiçoamento relativamente ao toque do enchimento de fibras de poliéster que se torna menos oleoso enquanto retém o atrito fibra/fibra desejável como se verifica na presente memória descritiva, muito embora algumas destas propriedades sejam afectadas mais do que outras pelos materiais particulares escolhidos.

Os grupos de poli-hidroxí podem ser reticulados por vários tipos de reacções típicas de reticulação, diferentes de

esterificação directa ou de trans-esterificação, por exemplo, usando alguns compostos polivalentes apropriados, tais como compostos de titânio, compostos de zircônio, compostos de alumínio e compostos de silício, por exemplo "TYZOR" LA, "TYZOR" TE, "TYZOR" 101 ou outros que são comercialmente disponíveis na firma E. I. du Pont de Nemours and Company ("TYZOR" é uma marca registada). Este tipo de reacção tem a vantagem de não necessitar de realizar-se a temperaturas tão elevadas.

Os novos agentes de alisamento (e enchimento de fibras alisado) apresentam várias vantagens em relação aos agentes de alisamento de silicone e muitos são semelhantes aos descritos na patente de invenção de Marcus I. Por exemplo, eles apresentam uma resposta à propagação de chamas semelhante (pequena). As fibras tratadas com os novos agentes de alisamento demonstraram uma boa ligação a fibras ligantes, produzindo excelentes esteiras com um bom toque manual alisado. Demonstraram propriedades úteis numa grande variedade de aplicações que compreendem as utilizações finais dos enchimentos de fibras mais importantes e em esteiras ligadas e não ligadas. Estas aplicações parecem ser semelhantes a muitas que são características do enchimento de fibras tratado com silicone em comparação com enchimentos de fibras secos, mas com algumas vantagens significativas em relação aos silicones; como se mencionou antes na presente memória descritiva, estas vantagens incluem

- melhor ligação a ligantes comercialmente disponíveis; e
- melhor transporte de humidade.

Estes conceitos, incluindo o aperfeiçoamento das propriedades hidrófilas e que proporcionam um toque manual macio, tornam os novos revestimentos e as novas fibras revestidas resultantes produtos desejáveis para diversas outras aplicações, como é evidenciado pela presente memória descritiva.

Tal como se referiu, a requerente descobriu, de acordo com a presente invenção, que se podem obter aperfeiçoamentos importantes com estes copoliésteres do tipo poli-(óxido de alquilenos)/(tereftalato de etileno) quando usados, por exemplo, como agentes alisadores de enchimentos de fibras por terem incorporadas pequenas quantidades de grupos polares no copoliéster de base do revestimento. Estes podem ser grupos funcionais reactivos com poliésteres, tais como grupos hidroxil, carboxil, alguns ésteres de ácidos carboxílicos, grupos amina e sais de amónio quaternário, que podem ser copolimerizados com o copoliéster de base. Têm interesse particular os poli-álcoois. Estes copoliésteres não só têm uma maior resistência ao calor e um carácter hidrófilo aperfeiçoado, como também são facilmente reticulados. Exemplos de poli-álcoois que podem ser incorporados no polímero de base, de acordo com a presente invenção, são constituídos por álcool polivinílico de baixa massa molecular, materiais de baixa

massa molecular derivados ou deriváveis de polímeros do tipo de celulose, sorbitol, gliceróis e poli-álcoois semelhantes, por exemplo com três a dez átomos de carbono, e as suas misturas. Poligliceróis ou polipentaeritritóis de baixa massa molecular que incorporam, por exemplo, dois a dez grupos (especialmente) do poli-álcool ou produtos semelhantes são outros exemplos de grupos de poli-álcoois apropriados para o processo da presente invenção. Os grupos hidroxilo disponíveis ou que permanecem no poli-álcool para além da ou depois da reticulação podem ser todos livres ou parte deles pode ter sido previamente ou ser subsequentemente feitos reagir com outros produtos químicos para introduzir grupos funcionais adicionais, com a condição de que exista uma quantidade suficiente de grupos hidroxilo livres para permitir a reticulação satisfatória das cadeias de copoliéster.

Polietoxi-poli-álcoois, tais como polioxietyl-sorbitóis (por exemplo, com cinco ou seis grupos de oxí-etilo) constituem outro grupo valioso de agentes de modificação dos copoliésteres utilizados como revestimento do enchimento de fibras de acordo com a presente invenção. Estes produtos podem ser preferidos algumas vezes, dependendo do objectivo, devido ao seu toque e à elevada hidrofiliçidade.

Os materiais apropriados do tipo de agente de reticulação para os revestimentos de copoliéster de acordo com a presente invenção incluem ácidos policarboxílicos alifáticos e

aromáticos e as suas misturas, incluindo os seus ésteres correspondentes, por exemplo, que têm dois a dez átomos de carbono. Os álcoois preferidos nesses ésteres são álcoois de baixa massa molecular, por exemplo, que contêm um a seis, preferivelmente um a três átomos de carbono. São exemplos de produtos químicos para esta reacção do tipo de reticulação de acordo com a presente invenção os ácidos policarboxílicos ou os seus ésteres com álcoois de baixa massa molecular, tais como ácido malónico, ácido succínico, ácido cítrico, ácido adípico, ácido glutâmico, ácido tartárico, ácido ftálico, ácidos ftálicos sulfonados (por exemplo, os ésteres de dimetilo do ácido 5-sulfo-isoftálico e/ou um seu sal de sódio) e ácidos dicarboxílicos e tricarboxílicos semelhantes. Essa reacção do tipo de reticulação pode realizar-se vantajosamente, dependendo da química, na presença de catalisadores de esterificação, como, por exemplo, acetato de zinco ou acetato de cálcio ou produtos semelhantes conhecidos na técnica. A concentração dos agentes reticulantes depende geralmente do número de grupos hidroxilo disponíveis e do objectivo pretendido. Esta concentração dos agentes reticulantes pode variar, por exemplo, entre a quantidade teoricamente necessária para ligar todos os grupos hidroxilo livres e a quantidade necessária para ligar 5 % dos grupos hidroxilo livres disponíveis, dependendo da quantidade total de agente modificador (hidroxilo) e da utilização final. Para concentrações menores dos poli-álcoois (inferiores a 5 %), a quantidade óptima do composto do tipo de agente de reticulação é geralmente maior do que concentrações de 5 % a

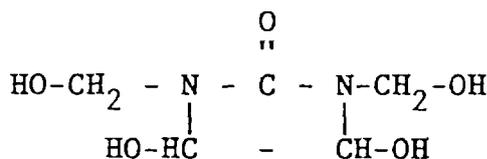
15 %. A percentagem de grupos hidroxilo que deve ser ligada para se conseguirem as características pretendidas tende geralmente a ser menor à medida que o número total de grupos hidroxilo aumenta, muito embora a reticulação óptima possa ser diferente para utilizações finais diferentes.

Outra possibilidade (como se indica) de uma reacção do tipo de reticulação para os copoliésteres de acordo com a presente invenção é a utilização de complexos de titânio ou de outros complexos polivalentes, tais como "TYZOR" LA, porque a forma complexa liga-se (faz quelatos) e estrutura-se com os grupos hidroxilo. Esta maneira de proceder pode ter um potencial comercial importante visto que proporciona a oportunidade de reticular os revestimentos de enchimentos de fibras de copoliéster de acordo com a presente invenção a temperaturas mais baixas, o que pode constituir uma atracção do ponto de vista comercial. Isso é por vezes desejável para aplicações tais em que o revestimento não experimenta um aquecimento significativo depois da aplicação à fibra ou, se o revestimento não puder resistir a essas temperaturas, como pode ser desejável para realizar qualquer reacção de reticulação devido à presença de grupos sensíveis ao calor. A reticulação directa (esterificação com um ácido livre) é geralmente mais lenta ou necessita de condições mais favoráveis do que a trans-esterificação (com um éster). A concentração do ácido policarboxílico livre utilizado pode estar compreendida, por exemplo, entre cerca de 0,05 % e cerca de 1 % com base no peso



do revestimento, ou até apenas o máximo de 0,5 %, dependendo do número de grupos hidroxilo livres presentes. Pode ser desejável limitar a quantidade utilizada na prática para diminuir a tendência para algumas reacções que podem ser indesejáveis, tais como esterificação que degrade o polímero de modo a citar indesejavelmente produtos de baixa massa molecular que geralmente não são pretendidos para esta aplicação; mas podem ser pretendidos para outras utilizações, dependendo das circunstâncias.

Outros agentes de reticulação possíveis são compostos de N-hidroximetilo e de N-alcoximetilo, tais como ARKOFIX NG (comercialmente disponível nas firmas do grupo Hoechst de companhias), N,N'-dimetilol-glioxal-ureia de fórmula



Estes produtos e o seu mecanismo de reticulação estão sumarizados na revisão feita por H. Petersen: "The Chemistry of Crease Resist x-Linking Agents" (Rev. Prog. Col., Vol. 17, 1987, 7).

Outros materiais que se sabe reticularem grupos de açúcar em celulose ou outros polissacáridos podem também ser eficazes na reticulação dos grupos de poli-hidroxi dos revesti-

mentos de copoliéster de acordo com a presente invenção.

A reacção do tipo de reticulação é uma característica importante da presente invenção porque torna possível um aperfeiçoamento da durabilidade, especialmente uma melhor resistência à remoção do revestimento durante as lavagens repetidas e/ou prolongadas e/ou aquecimento. Esse tratamento também pode melhorar o toque do enchimento de fibras tornando-o mais liso e menos pegajoso (possivelmente devido à ligação dos produtos de menor massa molecular presentes, muito embora a invenção não seja limitada por quaisquer especulações constantes da presente memória descritiva). A possibilidade de formação de pontes entre as cadeias de copoliéster abre outras possibilidades interessantes, por exemplo, para adaptar os mesmos copoliésteres de base às necessidades ~~de~~ mercados específicos, adicionando à emulsão pulverizada sobre a fibra outros grupos funcionais (preferivelmente estáveis ao calor) que contêm grupos hidroxilo livres capazes de serem ligados ao copoliéster por intermédio de uma reacção do tipo de reticulação.

A incorporação de pequenas quantidades (como, por exemplo, menores do que 10 % em peso) do copoliéster de revestimento de grupos diferentes do poliéter, poliéster e o poli-álcool podem ainda reforçar as propriedades existentes ou introduzir propriedades pretendidas adicionais sem interferir com a reticulação do revestimento. Estas modificações adicionais pretendidas



do copoliéster de base podem incluir a introdução na molécula de sais de amónio quaternário bacteriostáticos ou agentes retardantes das chamas adicionais com um grupo funcional apropriado, como, por exemplo, um grupo álcool, para ligação ao copoliéster. Estas modificações adicionais podem trazer um valor acrescentado ao enchimento de fibras, por exemplo, proporcionar-lhe resistência melhorada ao desenvolvimento de bactérias na sua superfície ou ainda sensibilidade às chamas reduzida. A utilização de um composto com um grupo muito polar como um agente bacteriostático, por exemplo, um sal de amónio quaternário, pode ao mesmo tempo aumentar substancialmente o carácter hidrófilo das fibras. As propriedades bacteriostáticas são muito desejáveis para muitas utilizações finais para evitar maus cheiros, particularmente em cobertores de cama, sacos de dormir e almofadas. Também pode ser desejável a modificação com fenóis estericamente impedidos, fosfitos e benzotriazol, por exemplo, devido aos seus efeitos anti-oxidantes ou de filtração de raios ultravioletas. Estes grupos podem ser incorporáveis na cadeia do polímero durante a preparação do copoliéster de base ou durante a fase de modificação (Exemplo 8) ou serem ligados ao poliéster durante a reacção do tipo de reticulação (vejam-se Exemplos 18 e 19).

A adição de um agente retardante da propagação de chamas em pequena quantidade, por exemplo compreendida entre cerca de 1 % e 5 % em peso em relação ao peso do copoliéster do revestimento, pode ajudar a formar uma margem de segurança

adicional, tendo em vista a possível contaminação da fibra por óleos inflamáveis ou por depósitos de silicone que provêm do equipamento de acolchoamento.

O material de revestimento pode ser aplicado como se descreve nas patentes de invenção de Marcus I e de Marcus II e pode ser aplicado ao enchimento de fibras ou sobre as fibras soltas encrespadas ou, preferivelmente sobre a estopa, em especial depois do estiramento. O copoliéster modificado de acordo com a presente invenção pode então ou ser curado sobre a fibra por meio de um processo que não é compreendido mas que se afirmou envolver ou parecer uma cocristalização, dependendo da natureza do material que se encontra sobre a superfície da fibra e/ou de outro modo (por uma reacção do tipo de reticulação) como se referiu antes. Geralmente, a aplicação do material de revestimento antes da relaxação é o processo preferido para originar um produto com um toque mais macio desejável e com um alongamento mais uniforme. Os filamentos do enchimento de fibras são geralmente cortados de maneira a obterem-se fibras a granel e enfiados. O enchimento de fibras alisado de acordo com a presente invenção pode ser utilizado em vez do enchimento de fibras revestido com silicone, com as vantagens mencionadas antes na presente memória descritiva, por exemplo transporte aperfeiçoado de humidade.

Quando o revestimento de acordo com a presente invenção é aplicado em fibras enrugadas em espiral, o produto resultante é particularmente útil como o material de alimentação para a produção de bolas de fibras a serem utilizadas, por exemplo, como material de enchimento por sopragem, tal como se refere na patente de invenção de Marcus II.

Quando isso for necessário, o enchimento de fibras revestido de acordo com a presente invenção pode ser misturado com fibras ligantes antes do posterior processamento do enchimento de fibras para produzir esteiras ou para produzir bolas de fibras, de acordo com a tecnologia descrita nas patentes de Marcus I e de Marcus II.

~~Quando~~ Reticulando o copoliéster por esterificação de alguns grupos hidroxí livres, é possível produzir um revestimento aperfeiçoado que pode resistir à temperatura de 180° C durante trinta minutos (o que está muito para além das presentes necessidades comerciais, visto que o enchimento de fibras comercial presente-mente não experimenta em geral mais do que 170° C durante mais de dez minutos). Assim, a reticulação verificou-se constituir um aperfeiçoamento da durabilidade (menor redução do alisamento do que este enchimento de fibras comercial ou o novo enchimento de fibras antes da reticulação). Este facto torna muito desejável o emprego do enchimento de fibras de poliéster revestidas com os produtos reticulados de acordo com a presente invenção para

diversas outras aplicações comercialmente importantes, como se descreve na presente memória descritiva e na técnica também referida.

Como se indicou antes na presente memória descritiva, o enchimento de fibras de poliéster revestidas com o revestimento de poli-(óxido de etileno)/poli-(tereftalato de etileno) modificado reticulado preferido demonstrou possuir as seguintes características :

- tem uma durabilidade aperfeiçoada durante o aquecimento dentro da gama de temperaturas presentemente utilizadas no comércio (até 180° C);
- ~~tem a~~ capacidade de aderir melhor à superfície de poliéster e/ou apresentar uma melhor durabilidade durante a operação de lavagem do que os copolímeros comercialmente disponíveis com poli-(óxido de alquileno) como componente mais importante;
- melhora o toque do enchimento de fibras revestido, originando produtos que são desejavelmente lisos e macios, diferente do toque oleoso "sintético" do enchimento de fibras revestido com silicone ou com poli-(óxido de etileno)/poli-(tereftalato de etileno) comercialmente disponível;



- liga-se bem a fibras ligantes e produz esteiras com uma durabilidade maior e com uma excelente ligação em estufa;
- possui bom transporte de humidade; e
- a inflamabilidade tem sido semelhante à das fibras "secas".

A invenção é mais pormenorizadamente descrita nos Exemplos seguintes, que são meramente descrições de várias formas de realização e não se pretende que limitem por qualquer forma o âmbito da presente invenção. Todas as partes são expressas em peso, a menos que se indique de maneira diferente e a base de peso é como se indica em toda a presente memória descritiva.

DESCRIÇÃO DOS MÉTODOS DE ENSAIO

VALORES DO ATRITO

PRINCÍPIO

Os valores do atrito são medidos pela força necessária para puxar um martelo sobre uma almofada de fibras. Há pequeno movimento relativo entre a almofada de fibras e o martelo ou a base; essencialmente, todo o movimento resulta de fibras que deslizam umas sobre as outras. A força de atrito (F) é medida usando um martelo com o peso de 500 gramas.

CONJUNTO DOS INSTRUMENTOS

Este consiste essencialmente numa mesa de atrito que é montada nas barras de uma máquina de ensaio Instron (produzida pela firma Instron Engineering Corp., Canton, Massachusetts, Estados Unidos da América). A base e o martelo móvel são cobertos com papel de esmeril. As superfícies devem ser substituídas depois de cinquenta determinações.

PREPARAÇÃO DA ALMOFADA DE FIBRAS

Cardam-se 20 gramas de fibras a granel numa pequena carda laboratorial para se obter uma esteira constituída por conjuntos de fibras paralelas sobrepostos uns sobre os outros com uma espessura constante de 20 milímetros. Cortam-se amostras com 100 x 100 mm a partir da esteira para efectuar as medições. Para cada determinação, é necessário um mínimo de duas almofadas.

MEDIÇÃO DO ATRITO

A almofada de fibras é colocada assente a cerca de 5 centímetros da margem da mesa de atrito e o material é colocado no meio da almofada e alinhado com o tambor. O martelo é ligado à célula de carga com um fio não elástico que é enrolado

em volta do tambor. Mede-se então a força de atrito pelo movimento da garra da máquina Instron para cima, puxando a almofada ao longo da mesa de atrito.

ENSAIO DA ACÇÃO DE MECHA

(Este ensaio foi utilizado para demonstrar a melhor hidrofiliçidade referida na presente memória descritiva). As esteiras preparadas para as determinações do atrito mencionadas antes foram cortadas em amostras quadradas com 10 x 10 centímetros, pesando 1,65 gramas (com a precisão de 0,05 gramas) e foram colocadas entre duas tábuas de plástico com a distância de 1 milímetro. As tábuas foram posicionadas perpendicularmente (paralelamente uma à outra) numa estrutura de metal, que foi colocada num balde de água com o fundo das placas 10 milímetros abaixo do nível da água. A direcção das fibras nas esteiras era perpendicular ao plano da água. A frente da água foi seguida e a sua distância representada graficamente em função do tempo durante um intervalo de oito horas. A temperatura da superfície de separação da água deve ser mantida constante (e é geralmente igual a 25° C, nos ensaios de acordo com a presente invenção, a menos que se indique outro valor).

ENSAIOS DE LAVAGEM

Em todos os ensaios de lavagem, as esteiras foram acolchoadas com tecido de algodão e lavadas à temperatura de 40° C com três ciclos de lavagem delicada padrão numa máquina de lavar doméstica. Utilizou-se intencionalmente um pó de lavagem sem amaciador ("Biancomat") para evitar qualquer interferência com as determinações do atrito.

EXEMPLOS

COMPARAÇÃO 1

Utilizou-se fibra de politereftalato de etileno seca, de quatro orifícios, encrespada, 6 dtex. Esta fibra foi utilizada como base padrão para todas as outras fibras. O aumento do atrito fibra/fibra para esta amostra reflecte simplesmente o aumento do conjunto como resultado do tratamento térmico.

COMPARAÇÃO 2

Utilizou-se a mesma fibra que se referiu em 1, revestida com 0,35 % do produto comercial "ATLAS" G-7264, mencionado antes na presente memória descritiva.

COMPARAÇÃO 3

Utilizou-se a mesma fibra de base que se empregou no Exemplo de Comparação 1, revestida com 0,35 % do produto comercial "ZELCON" 4780, mencionado antes na presente memória descritiva.

A experiência adquirida pela requerente na prática com o enchimento de fibras de poliéster usando esses materiais de copoliéster comercialmente disponíveis como revestimentos foi que os revestimentos originam uma boa durabilidade mecânica mas os aperfeiçoamentos do carácter liso serão desejáveis para algumas aplicações do enchimento de fibras e da durabilidade (sensibilidade ao) durante o aquecimento e à lavagem. O carácter hidrófilo destes produtos constitui um aperfeiçoamento substancial em relação ao enchimento de fibras de poliéster habitual (seco) ou revestido com silicone (que são muito hidrofóbicos) mas para algumas utilizações finais é ainda desejável que o carácter hidrófilo seja ainda mais aperfeiçoado. Exemplos de utilizações comerciais em que o aperfeiçoamento da hidrofiliidade é particularmente benéfico são os colchões, sacos de dormir e vestuário para esqui. Utilizando os materiais comercialmente disponíveis como revestimento do enchimento de fibras, a requerente verificou que estes têm necessidade de outros aperfeiçoamentos, a saber :

- Uma quantidade substancial dos produtos comercialmente disponíveis tendem a "evaporar-se" (volatilizar-se) quando o enchimento de fibras é exposto às condições de temperatura normais utilizadas em instalações comerciais na ligação em estufa, o que pode ter como resultado uma certa perda de alisamento, de macieza e de outras propriedades.
- A durabilidade à lavagem doméstica repetida pode ser melhorada.
- Não há alisamento como se pretende para algumas aplicações, mesmo quando não há ligação em estufa envolvida, por exemplo em esteiras cosidas, e têm um toque que é considerado indesejável (demasiadamente "oleoso") para algumas aplicações.

A requerente descobriu que a durabilidade de tecidos de poliéster tratados com copoliésteres não modificados (como se referiu na presente memória descritiva) para as lavagens domésticas poderia ser aperfeiçoada. Esse tratamento dos tecidos, quando ensaiado, não resistiu a dez ciclos de lavagem, como é pretendido. Além disso, a requerente descobriu que a durabilidade à lavagem era menor nas esteiras de enchimento de fibras do que em tecidos de poliéster; portanto, para se obter resultados satisfatórios na prática, um bom agente de alisamento para o enchimento de fibras tem de ser mais permanente (durável) do que para

esse acabamento de tecido. A requerente supõe que isso pode ser devido à espessura da esteira, em que praticamente cada fibra é provavelmente exposta à acção da água e do detergente e porque as fibras são livres de se mover e esfregar umas contra as outras durante a lavagem. Ambos os factores são geralmente reduzidos numa estrutura de tecido que mantém os filamentos juntos e em que as superfícies das fibras no interior do tecido ou do fio são geralmente muito menos expostas, especialmente no caso de um fio que faz parte do tecido.

EXEMPLO 4

Revestiu-se a mesma fibra seca com 0,35 % de um copoliéster de base, descrito abaixo, modificado com 31 % de um álcool iso-estearílico etoxilado contendo 20 unidades de óxido de etileno, seguindo a maneira de proceder geral que se descreve a seguir.

COPOLIÉSTER DE BASE

Preparou-se este copoliéster a partir dos seguintes ingredientes nas proporções indicadas, usando técnicas convencionais.

<u>Ingredientes</u>	<u>Peso</u>
Tereftalato de dimetilo	1069
Etilenoglicol	687
Polietilenoglicol	2539
Acetato de zinco di-hidratado	3,5
Acetato de lítio di-hidratado	3,5
Pentaeritritol	30

MANEIRA DE PROCEDER PARA A PREPARAÇÃO DA MODIFICAÇÃO DO
COPOLIÉSTER DE BASE

Adicionam-se 69 gramas do copoliéster de base a um balão de 500 ml de capacidade, seco, equipado com agitador, termómetro, condensador e entrada de distribuição de azoto. Sob passagem de uma intensa corrente de azoto, aquece-se o copoliéster e faz-se subir a temperatura até 150° C. Adicionam-se 31 gramas de álcool iso-estearílico etoxilado tendo 20 unidades de óxido de etileno e faz-se subir a temperatura para 180° C. Agita-se a mistura reaccional e aquece-se sob passagem de uma corrente de azoto durante oito horas.



PREPARAÇÃO DA EMULSÃO

Deixa-se arrefecer o produto resultante até 110° C e, em seguida, despeja-se em 490 gramas de água sob agitação rápida à temperatura ambiente, contendo 9 gramas de um agente dispersante não iônico. Agita-se a mistura vigorosamente durante trinta minutos e, em seguida, homogeneiza-se de maneira a obter-se uma dispersão com cerca de 20 % de ingredientes activos.

APLICAÇÃO DO COPOLIÉSTER ÀS FIBRAS

Pulveriza-se 1 quilograma de fibra de poliéster encrespada, 6 dtex, de quatro orifícios, seca, com uma dispersão diluída do copoliéster contendo cerca de 6 % de ingredientes activos, para se obter 0,35 % de ingredientes activos em relação à fibra (DFW). Colocaram-se as fibras revestidas num pano para travesseiros e colchões com 1 x 1 metro feito de parabaça e aqueceu-se a 170° C durante seis minutos num processo contínuo numa estrutura de rama para esticar pano para secar Famatex. O produto foi então cardado numa carda de amostragem.

EXEMPLO 5

Revestiu-se a mesma fibra de base com o copoliéster de base modificado com 2 % de sorbitol. Preparou-se o copoliéster de base como se descreveu antes no Exemplo 4. Adicionaram-se 90 gramas de copoliéster de base a um balão de 500 ml de capacidade equipado com agitador, termómetro, condensador e entrada de azoto. Aqueceu-se o copoliéster sob uma intensa corrente de varrimento de azoto e subiu-se a temperatura para 150° C. Adicionaram-se 2 gramas de sorbitol e subiu-se a temperatura para 180° C. Agitou-se a mistura reaccional e aqueceu-se sob passagem de uma corrente de azoto durante oito horas. Deixou-se arrefecer o produto resultante até 110° C e, em seguida, despejou-se em 478 gramas de água agitada rapidamente à temperatura ambiente, contendo ~~9~~ gramas de um agente dispersante não iónico. Agitou-se a mistura vigorosamente durante 30 minutos e, em seguida, homogeneizou-se até se obter uma dispersão fina com cerca de 15 % de ingredientes activos. Diluiu-se a emulsão resultante até cerca de 6 % e aplicou-se à fibra como se descreveu antes, para se obter 0,35 % de revestimento em relação ao peso de fibra (OFW).

EXEMPLO 6

Revestiu-se a mesma fibra de base com um copolímero modificado com sorbitol, como se descreveu no Exemplo 5, mas

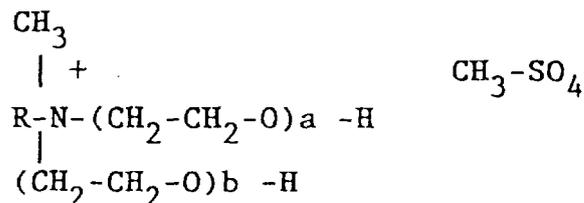
modificado com 4 % de sorbitol. O produto possui propriedades semelhantes às do produto obtido no Exemplo 5 mas tem uma maior afinidade para a água, o que é demonstrado pela sua menor velocidade de secagem à temperatura ambiente.

EXEMPLO 7

O Exemplo 7 é semelhante aos Exemplos 5 e 6, mas o copoliéster de base foi modificado com 6 % de sorbitol. Este produto tem um atrito ligeiramente maior do que os produtos dos Exemplos 5 e 6 e é muito hidrófilo.

EXEMPLO 8

Revestiu-se a mesma fibra de base com copoliéster produzido a partir de copoliéster de base modificado com 14,2 % de uma amina gorda etoxilada quaternizada de fórmula geral



na qual o símbolo R representa o radical de um álcool gordo em C₁₈ e a + b = 16.

Preparou-se o copoliéster modificado utilizado neste Exemplo 8 a partir do copoliéster de base e de amina gorda etoxilada quaternizada procedendo de acordo com as maneiras de proceder acima descritas. Foi em seguida transformado numa dispersão aquosa (cerca de 15 %) que se pulverizou sobre a mesma fibra de base usando 0,35 % em relação ao peso de fibra e, em seguida, as fibras foram tratadas termicamente para secar e endurecer o revestimento.

EXEMPLO 9

Utilizou-se a mesma fibra e o mesmo copoliéster que se empregaram no Exemplo 5, com a mesma concentração em relação à fibra (0,35%), mas reticulado sobre a fibra com 0,25 % de ácido cítrico. Diluiu-se a dispersão a 15 % do copoliéster modificado de acordo com o Exemplo 8 até cerca de 6 % e adicionou-se 0,25 % de ácido cítrico. Em seguida, aplicou-se esta dispersão à fibra, pulverizando-a para se obter uma concentração de 0,35 % em relação ao peso de fibra. Secaram-se as fibras resultantes e aqueceram-se a 170° C durante seis minutos. As fibras foram então processadas numa carda.

EXEMPLO 10

Revestiu-se a mesma fibra que se empregou nos Exemplos anteriores com 0,4 % do copoliéster de base modificado com 2 % de sorbitol que se utilizou no Exemplo 9. Realizou-se a reticulação com 2 % de citrato de trietilo e 0,2 % de acetato de cálcio (em relação ao peso do revestimento de copoliéster). Aplicou-se a dispersão às fibras por pulverização e, em seguida, submeteram-se as fibras a tratamento térmico para secar e reticular o revestimento. As fibras tratadas foram cardadas.

EXEMPLO 11

~~Revestiu-se~~ Revestiu-se a fibra de base como se descreveu no Exemplo 10 com o mesmo copolímero modificado com o nível de 0,4 %, mas substituiu-se o citrato de trietilo por succinato de dietilo a 2 % em relação ao peso do copoliéster de revestimento. Utilizou-se o mesmo catalisador, 0,2 % de acetato de cálcio. A fibra foi depois submetida a tratamento térmico e cardada como se referiu antes.

EXEMPLO 12

Misturou-se a emulsão de copoliéster modificado utilizada no Exemplo 5 com 0,25 % de "TYZOR" LA (referido antes) em

relação ao peso do copoliéster. Secou-se a emulsão à temperatura ambiente e aqueceu-se a 170° C durante seis minutos. Cardou-se a fibra revestida resultante.

Esta técnica de reticulação não necessita de temperaturas elevadas; só se aplicou o aquecimento a 170° C para o produto poder ser comparado com os produtos dos outros Exemplos. É particularmente apropriado para fibras que não aguentam elevadas temperaturas ou para aplicações em que esse aquecimento é indesejável.

EXEMPLO 13

~~Exemplo 13~~ Dissolveram-se 4 % de succinato de dietilo e 0,2 % de acetato de cálcio (em relação ao peso do copoliéster) na emulsão de copoliéster preparada de acordo com o Exemplo 7. Em seguida, aplicou-se a emulsão por pulverização às mesmas fibras que nos Exemplos anteriores para se obter uma concentração de 0,4 % em relação ao peso da fibra. Aqueceram-se as fibras a 170° C durante seis minutos para secá-las e reticular o revestimento. Cardou-se a fibra tratada resultante.



EXEMPLO 14

Modificou-se o copoliéster de base com 4 % de sorbitol etoxilado contendo uma média de cinco unidades de óxido de etileno por molécula de sorbitol, procedendo de acordo com o método descrito nos Exemplos 5, 6 e 7. Preparou-se uma emulsão final a 15 % em água a partir do polímero. Dissolveram-se 2 % de succinato de dietilo e 0,2 % de acetato de cálcio (em relação ao peso do copoliéster modificado) na emulsão de copoliéster e aplicou-se à mesma fibra de base ao nível de 0,4 %. Aqueceu-se a fibra revestida para secar e reticulou-se o revestimento seguindo a maneira de proceder usada antes.

EXEMPLO 15

Modificou-se o copolímero de base de poliéter/poliéster com 4 % de pentaeritritol procedendo de acordo com a maneira de proceder que se descreveu nos Exemplos 5, 6 e 7. Preparou-se uma emulsão a 15 % do copoliéster modificado. Na emulsão de copoliéster introduziram-se 2 % de succinato de dietilo (em relação ao peso do copoliéster modificado) e 0,2 % de acetato de cálcio (em relação ao peso do copoliéster modificado) e aplicou-se a emulsão correspondente às fibras de base de maneira a obter-se 0,4 % do copoliéster em relação ao peso das fibras. Aqueceram-se as fibras revestidas resultantes para secar e reticular o reves-

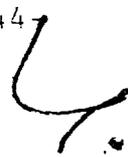
timento de acordo com a maneira de proceder usada antes.

EXEMPLO 16

Modificou-se o copoliéster de base com 5 % de álcool polivinílico de baixo peso molecular, procedendo de acordo com a técnica que se descreveu nos Exemplos 5, 6 e 7. Preparou-se uma emulsão a 5,6 % a partir do copoliéster modificado. Dissolveram-se 2 % de succinato de dietilo e 0,2 % de acetato de cálcio (em relação ao peso do copoliéster modificado) na emulsão de copoliéster e aplicou-se a emulsão resultante à fibra de base com 6 dtex para se obter 0,4 % do copoliéster em relação ao peso da fibra. Aqueceram-se as fibras revestidas resultantes para secar e ~~reticular~~ o revestimento procedendo de acordo com a técnica que se descreveu nos Exemplos anteriores. Cardou-se a fibra revestida.

EXEMPLO 17

Modificou-se o copoliéster de base com 10 % de tripentaeritritol seguindo a maneira de proceder que se descreveu nos Exemplos 5, 6 e 7. Preparou-se uma emulsão a 13 % do copoliéster modificado resultante. Dissolveram-se 6 % de succinato de dietilo e 0,2 % de acetato de cálcio (em relação ao peso do copoliéster



modificado) na emulsão e aplicou-se a emulsão resultante à fibra de base para se obter uma concentração de 0,4 % em relação à fibra. Aqueceram-se as fibras revestidas para secar e reticular o revestimento de acordo com a mesma maneira de proceder descrita antes. Cardou-se a fibra revestida.

EXEMPLO 18

Utilizou-se também a emulsão do copoliéster preparado para o Exemplo 17 neste Exemplo. Diluiu-se a emulsão num volume igual de álcool etílico e dissolveram-se 6 % de succinato de dietilo + 0,2 % de acetato de cálcio e 4 % de Ethoquad C/25 (todos com base no peso do copoliéster modificado) na emulsão. O Ethoquad é um cloreto de metil-polioxietileno (15 unidades)-coco-amônio disponível na firma ArmaK Chemicals Chigaco (Akzo Chemie America), Estados Unidos da América. Aplicou-se a emulsão resultante por pulverização da fibra de base de maneira a obter-se a concentração de 0,4 % do copoliéster modificado em relação às fibras. Aqueceram-se as fibras revestidas para secar e reticular o revestimento, procedendo de acordo com a mesma técnica.



EXEMPLO 19

Diluiu-se a emulsão de copoliéster preparada como se descreveu no Exemplo 17 com um volume igual de álcool etílico e dissolveram-se na emulsão 5,6 % de tereftalato de dimetilo + 0,2 % de acetato de cálcio + 4 % de Ethoquad C/25. Aplicou-se a emulsão resultante pulverizando-a sobre as fibras de base para se obter uma concentração igual a 0,4 % do copoliéster modificado em relação ao peso da fibra. Aqueceram-se as fibras revestidas para secar e reticulou-se o revestimento seguindo as maneiras de proceder habituais.

QUADRO 1

Atrito após aquecimento durante

<u>Exemplos</u>	<u>Atrito inicial</u>	<u>5 minutos a 135° C</u>	<u>5 minutos a 180° C</u>	<u>25 minutos a 180° C</u>
C1	0,59	0,61	0,69	0,78
C2	0,50	0,52	0,70	0,79
E4	0,43	0,43	0,56	0,71
E5	0,42	0,45	0,47	0,52
E8	0,46	0,50	0,50	0,53.



O Quadro 1 compara a estabilidade ao calor das diferentes formulações de revestimentos de copoliéster sobre as fibras. Todos os produtos foram aplicados ao nível de 0,35 %, foram secos à temperatura ambiente e seguidamente foram submetidos a tratamento térmico numa estufa (conjuntamente) a diferentes temperaturas e intervalos de tempo, como se indica no Quadro. Para classificar o alisamento em relação à quantidade de qualquer formulação de acabamento empregada, mediu-se o atrito. Um valor pequeno indica um pequeno atrito de fibra/fibra, o qual (pequeno valor) depende quantidade de uma dada formulação particular do copolímero em relação à fibra. Os valores indicados no Quadro 1 mostram a resistência ao tratamento térmico dos Exemplos de acordo com a presente invenção (utilizando copolímeros modificados com sorbitol, Exemplos 5 e 8) em comparação com o produto à venda no mercado (C2). I4 refere-se à introdução de grupos polares no copoliéster de base e é melhor do que C2, mas não tão durável (depois de aquecimento) como os produtos dos Exemplos 5 ou 8.

QUADRO 2

Resistência dos revestimentos de copoliéster à acção
do calor e à lavagem

<u>Exemplos</u>	<u>Concentração em relação ao peso de fibra</u>	<u>Inicial</u>	<u>Valores do atrito Depois de aquecimento</u>	<u>Depois de lavagem</u>
C1	0 %	0,60	0,68	0,68
C2	0,35 %	0,42	0,50	0,55
C3	0,35 %	0,39	0,44	0,55
E5	0,35 %	0,41	0,45	0,54
E6	0,35 %	0,38	0,40	0,53
E9	0,35 %	0,39	0,42	0,49
E10	0,4 %	0,35	0,39	0,52
E11	0,4 %	0,38	0,38	0,45
E12	0,4 %	0,37	0,43	0,50
E13	0,4 %	0,44	0,38	0,49
E14	0,4 %	0,44	0,42	0,50
E15	0,4 %	0,38	0,44	0,47



E16	0,4 %	0,36	0,37	0,47
E17	0,4 %	0,39	0,41	0,54
E18	0,4 %	0,37	0,40	0,46
E19	0,4 %	0,36	0,39	0,55.

O Quadro 2 compara a durabilidade sobre as fibras dos diferentes revestimentos de copoliéster de modo a manterem o alisamento depois de submetidos à acção do calor e depois da lavagem. Deve notar-se que mesmo C1 demonstra um aumento de atrito depois do aquecimento térmico ou da lavagem; esse facto é resultante da aglomeração que ocorre; assim, depois de levar em linha de conta os efeitos desta aglomeração, o referido tratamento térmico tinha um pequeno ou mesmo um nulo efeito adverso sobre o alisamento das fibras dos Exemplos de acordo com a presente invenção.

A comparação dos copoliésteres comercialmente disponíveis (Comparações 2 e 3) com formas de realização preferidas da presente invenção (Exemplos 11, 13 e 16) mostra a significativa vantagem dos produtos obtidos de acordo com a presente invenção.

A comparação dos mesmos revestimentos de copoliéster de base, antes da reticulação (Exemplo 5) e depois da reticulação



(Exemplos 9 ou 10), mostra a eficácia que a reticulação tem na melhoria da durabilidade à lavagem.

Em alguns casos, a reticulação pode reduzir o atrito fibra/fibra em comparação com um revestimento não reticulado, como acontece no Exemplo 13.

Os Exemplos 18 e 19 mostram que outros produtos se podem ligar aos revestimentos por reticulação.

EXEMPLO 20

Para este Exemplo, usa-se a mesma fibra de base e copoliéster modificado com sorbitol como revestimento de polímero que no Exemplo 5 mas modificou-se a técnica de reticulação e adicionou-se um agente molhante para melhorar o espalhamento do polímero de revestimento sobre as fibras.

Aplicou-se 0,6 % em relação ao peso de fibra de polímero de revestimento às fibras a partir de uma emulsão que contém MERPOL 100 com a concentração de 0,01 % e reticulou-se com 6 % de ARKOFIX NG (40 %) com 0,5 % de cloreto de magnésio e 0,3 % de ácido cítrico (ambos em relação ao peso do polímero de revestimento). A fibra foi em seguida submetida a aquecimento térmico e cardada como nos Exemplos anteriores.

EXEMPLO 21

Colocaram-se 296 gramas de copoliéster de base descrito no Exemplo 4 num balão seco, equipado com agitador, termômetro e entrada de azoto. Aqueceu-se o copolímero a 150° C e adicionaram-se 20 gramas de sorbitol, seguidas de 18 gramas de ETHOMEEN C/12 QUAT (E53645-40) que é um agente antibacteriano quaternário de amônio. Aqueceu-se a mistura a 180° C e manteve-se a esta temperatura durante duas horas, sob agitação intensa e uma corrente de azoto. Agitou-se a mistura e aqueceu-se sob vazio durante mais duas horas. Em seguida, arrefeceu-se a mistura a 150° C e despejou-se, sob agitação intensa, em 1885 gramas de água contendo 33 gramas de IGEPAT CO-970. Em seguida, agitou-se e homogeneizou-se a mistura.

Aplicou-se o copolímero resultante à mesma fibra com 6,1 dtex ao nível de 0,6 % em relação ao peso da fibra e reticulou-se com 12 % de ARKOFIX NG, utilizando 0,5 % de cloreto de magnésio e 0,3 % de ácido cítrico (semelhante ao Exemplo 20).

QUADRO 3

<u>Exemplos</u>	<u>Concentração relativamente ao peso da fibra</u>	<u>Valores do atrito</u>	
		<u>Depois de aquecimento</u>	<u>Depois de lavagem</u>
20	0,6 %	0,36	0,50
21	0,6 %	0,40	0,47

A eficácia da reticulação é claramente demonstrada com estas formulações, especialmente no Exemplo 21, em que as perdas são pequenas, a despeito da presença de sal de amônio quaternário antibacteriano que aumenta substancialmente a afinidade para a água.

O conceito descrito antes na presente memória descritiva foi a resolução de um problema específico dos enchimentos de fibras. Não obstante, uma vez que o problema relativamente ao enchimento de fibras tenha sido compreendido e a sua solução também, a solução tem muitas possibilidades interessantes de aplicação para resolver outros problemas que são distintos mas relacionados. Neste momento, alguns desses aspectos adicionais já foram ensaiados (em maior ou menor extensão, dependendo das circunstâncias) e apresentam graus variáveis de boas perspectivas, enquanto outros estão ainda numa fase mais especulativa. Alguns destes aspectos adicionais são tratados nos parágrafos

seguintes, compreendendo-se que esta descrição não se pretende que limite a presente invenção, pois outras possibilidades tornar-se-ão imediatamente evidentes para os especialistas nos campos da tecnologia apropriados.

Como se mencionou antes, o problema levantou-se originalmente e foi resolvido em relação ao enchimento de fibras de poliéster. Como se mencionou, o enchimento de fibras de poliéster é geralmente constituído por fibras a granel de poliéster (enrugadas). A solução dos problemas encontrados na utilização do enchimento de fibras de poliéster originou vantagens interessantes relativamente aos novos enchimentos de fibras de poliéster revestidos de várias maneiras, que foram surpreendentes para a requerente. Com base no que já foi descoberto quanto ao enchimento de fibras de poliéster, diversas vantagens das fibras a granel de poliéster revestidas (revestidas com os novos revestimentos) já demonstraram vantagens e perspectivas nas fibras a granel de poliéster para diferentes utilizações finais.

Alguns deles são agora descritos no conceito mais amplo, compreendendo-se que o trabalho tenha já progredido até uma fase avançada em pelo menos alguns destes campos, para os quais já existem dados experimentais disponíveis para servirem de suporte às afirmações feitas na presente memória descritiva.



Um campo comercial importante e em expansão para as fibras a granel de poliéster é o das fibras para a fabricação de papel e outras fibras dispersáveis em água como se refere na literatura, incluindo as patentes de invenção norte-americanas números 4 707 407 e 4 713 289 e as referências nelas mencionadas, por exemplo. Essas fibras e os feixes de filamentos contínuos seus precursores em utilização comercial até à presente data têm diferido das fibras a granel de poliéster mais convencionais (utilizadas até ao presente, por exemplo, para enchimento de fibras) especialmente no que diz respeito ao revestimento dispersável em água que é necessário e que tem sido aplicado. Aplicando alguns dos novos revestimentos mencionados na presente memória descritiva, é agora possível melhorar a dispersabilidade em água de fibras de poliéster para utilização na fabricação de papel e em materiais de folha assentes em húmido mais geralmente, incluindo tecidos não urdidos de modo que se espera que esta seja uma utilização final importante para as novas composições de revestimento e para as novas fibras de poliéster revestidas.

Outra utilização final que já mostrou um potencial importante é designada como "polpa felpuda". De acordo com a técnica anterior, não se acredita que a polpa felpuda tivesse utilização final aceitável do ponto de vista comercial para as fibras a granel de poliéster (assim, por exemplo, não se previa a sua utilização para fibras de fabricação de papel), mas o carácter de mecha aperfeiçoado de algumas das novas fibras de

poliéster revestidas demonstrou um grande potencial de uso, por exemplo, em fraldas e outras utilizações finais em que as fibras a granel são utilizadas por causa da sua capacidade de servirem de mecha, geralmente em associação com o desejo de chupar líquidos para fora da superfície em que o líquido é aplicado e contribuir para um melhor espalhamento do líquido dentro e através do corpo, por exemplo da fralda. Isto pode conseguir-se espalhando o líquido sobre a superfície das fibras e mantendo uma estrutura mais aberta que permite a redução de peso em associação com as propriedades mecânicas dos poliésteres em contraste com as fibras celulósicas.

Uma outra utilização final potencial importante das fibras a granel de poliéster é nos fios fiados [isto é, fibras a granel ~~teceidas~~ (fiadas) em conjunto para formar um fio] e essa tem quase certamente sido a mais importante utilização final até agora prevista para as fibras a granel de poliéster, especialmente para vestuário. Um problema bem documentado (percebido ou real) das fibras a granel de poliéster tem sido a natureza hidrofóbica do polímero de poliéster de modo que se tem realizado um grande esforço e engenhosidade dirigidos para resolver este problema, por vezes descrito como tendo o objectivo de conseguir fibras de poliéster "mais parecidas com algodão". Assim, uma utilização final importante esperada é na aplicação das novas composições de revestimento a fibra a granel de poliéster com a forma de fios tecidos ou de tecidos ou de peças

de vestuário para tornar estes artigos mais hidrófilos. Se isso for possível, tal como no caso de outras utilizações finais, é desejável aplicar as novas composições de revestimento a precursores das fibras a granel de poliéster, isto é, aos filamentos contínuos, por exemplo, sob a forma de um feixe pequeno ou grande, tal como uma estopa, mas, até agora, muito embora tenha sido possível tornar as superfícies das fibras de poliéster mais hidrófilas por aplicação de vários tipos de revestimento, este aperfeiçoamento das propriedades hidrófilas tem sido realizado com alterações, por exemplo, das características de atrito, que têm tornado difícil e efectivamente impraticável do ponto de vista comercial a preparação de fios tecidos a partir de filamentos revestidos. As novas composições de revestimento de acordo com a presente invenção parecem permitir prever a solução deste problema, que se arrasta desde há longa data.

Um outro aspecto de grande importância comercial é constituído pelos novos materiais em si próprios que são usados como composições de revestimento para aplicação a fibras de poliéster para a utilização final pretendida de enchimento de fibra de poliéster ou de outra forma qualquer, como se indica na presente memória descritiva. Realça-se na presente memória descritiva que estes novos materiais são modificações de materiais comercialmente existentes, mas supõem-se em si próprios como novos e estes novos materiais são considerados importantes "per se". Os materiais preferidos são o objecto do pedido de

patente de invenção copendente PCT/US 89/00829 norte-americana, depositado em 6 de Março de 1989. Deve compreender-se que, muito embora os materiais descritos na presente memória descritiva já tenham demonstrado vantagens de aplicação para utilização final de enchimento de fibras de poliéster, são possíveis variações e outros aperfeiçoamentos e outras formas de realização podem provar ser mais desejáveis, por exemplo, para os aspectos adicionais referidos na presente memória descritiva.

Já se mencionou a aplicação das novas composições de revestimento a fibras de filamentos contínuos que são percursores das fibras a granel de poliéster geralmente utilizadas nas aplicações mencionadas antes. Um aspecto adicional importante espera-se que seja a aplicação dos novos materiais de revestimento a fios de filamentos de poliéster, especialmente para melhorar as suas propriedades hidrófilas e a sua capacidade de actuar como mecha para aplicação em tecidos e peças de vestuário e outras utilizações finais.

Para os fios de filamentos múltiplos (em oposição aos fios tecidos a partir de fibras a granel), muito embora seja possível aplicar as novas composições de revestimento a tecidos e a peças de vestuário e isto possa ter vantagens comerciais importantes, espera-se que a oportunidade comercial mais importante para aplicação seja no caso dos filamentos ou fios em si, em contraste com tecidos e peças de vestuário. Esses fios são



geralmente utilizados como fios estirados mas as composições podem, dependendo das várias considerações, ser aplicadas a fios não estirados (por exemplo, fios orientados por fiação) para utilização tal e qual se encontram ou como precursores (por exemplo, de menor orientação), que são posteriormente estirados e/ou recozidos, por exemplo durante a texturização por estiramento.

Outras possibilidades interessantes foram abertas às novas composições de revestimento (e posteriores modificações) para aplicação a fibras diferentes de fibras de poliéster, o que é na realidade surpreendente e sobre o que se pode presentemente apenas especular quais são as vantagens obtidas. No entanto, estas novas composições de revestimento foram já aplicadas a ~~materiais~~ de fibras de aramida e a materiais de fibras de poli-olefinas, incluindo materiais de polipropileno e de polietileno, para melhorar as propriedades hidrófilas destes materiais de fibras. Tal como acontece com as fibras de poliéster, parece ser provável que se obtenham vantagens adicionais que os acompanham e que possam verificar-se ser desejáveis mais modificações; por exemplo, para proporcionar um maior grau de compatibilidade química ou de outra espécie entre o substrato da fibra e a composição de revestimento. Por consequência, um outro aspecto adicional de interesse é a aplicação dessas novas composições de revestimento a fibras e a materiais fibrosos diferentes de poliéster.

COMPARAÇÕES 22A e 22B

Utilizou-se uma amostra de polipropileno ligado por fiação TYPAR[®] com a gramagem de 116 g/m² e as dimensões de 40 x 30 centímetros, como Comparação 22A (C22A). Para a Comparação 22B (C22B), esta chapa foi pulverizada com 0,6 % de ZELCON[®] 4780, seguido de secagem e aquecimento a 150° C durante dez minutos numa estrutura de rama para secar panos laboratorial. Estes foram usados para comparar com os Exemplos 23 e 24.

EXEMPLO 23

Modificou-se o copoliéster de base com 6 % de sorbitol, procedendo de acordo com o método geral descrito nos Exemplos 5, 6 e 7. Preparou-se uma emulsão a 15 % em água a partir do copolímero e diluiu-se até cerca de 6 % e adicionou-se MERPOL 100 para se obter uma concentração igual a 0,01 %. Adicionaram-se 12 % de ARKOFIX NG e 1,5 % de nitrato de zinco (em relação ao peso do copoliéster) e aplicou-se a mistura à mesma folha de TYPAR como em (C22A), para se obter 0,6 % de copoliéster em peso em relação à folha de polipropileno ligado por fiação. A folha foi então submetida a tratamento térmico como no Exemplo 22.



EXEMPLO 24

Aplicou-se o copoliéster do Exemplo 23 sob as mesmas condições na proporção de 0,6 % em peso de TYPAR, mas realizou-se a reticulação com 0,5 % de TYZOR LA (em relação ao peso do copolímero). A folha foi então tratada termicamente numa estrutura de uma rama para secar pano a 120° C durante dez minutos.

Os ensaios comparativos de TYPAR realizaram-se por meio de dois ensaios diferentes.

ENSAIO 1

Ensaio de Acção Semelhante a Mecha

A folha de polipropileno (dimensões: 40 x 30 centímetros) foi colocada entre duas placas de plástico horizontais com as mesmas dimensões, com um furo com 20 milímetros de diâmetro no centro. Despejaram-se 2 ml de água através do orifício central e mediu-se a área molhada ao fim de um minuto.



Sumário dos resultados da determinação do efeito de mecha

<u>C22A</u>	<u>C22B</u>	<u>Ex 23</u>	<u>Ex 24</u>
11,2 cm ²	49,6 cm ²	55,0 cm ²	99,4 cm ² .

Estes resultados demonstram a eficácia dos copolímeros de acordo com a presente invenção na melhoria da acção semelhante a mecha de polipropileno, que se sabe ser um polímero muito hidrofóbico. O tratamento preferido supõe-se que forma uma película muito mais hidrófila sobre as fibras de polipropileno que pode espalhar a água sobre uma área igual a cerca de nove vezes a área do controlo não tratado e cerca de duas vezes o material comercial mencionado antes de copoliéster/poliéster.

Esta diferença torna-se ainda mais significativa considerando a melhor fixidez em molhado dos revestimentos de acordo com a presente invenção devido à sua reticulação. O espalhamento rápido da água é um melhoramento essencial para o tecido de trabalho de poli-olefina e aplicações semelhantes, devido ao aumento do transporte da humidade. Esta propriedade pode ser muito pertinente em aplicações tais como geotêxteis, como se ilustra ainda mais por meio do segundo Ensaio, que se descreve em seguida.

ENSAIO 2

Ensaio de permeabilidade a água de geotêxteis

DESCRIÇÃO DO ENSAIO: Coloca-se uma folha de um geotêxtil (neste caso, uma folha de polipropileno) entre dois cilindros de plástico perpendiculares, colocados um por cima do outro, tendo um diâmetro de 100 milímetros. Bombeia-se um caudal constante de 20 litros por hora de água para o cilindro superior e regista-se a quantidade de água que passa através do geotêxtil para o cilindro inferior, dentro dos primeiros sessenta segundos.

Sumário dos resultados obtidos com o geotêxtil

<u>C22A</u>	<u>C22B</u>	<u>Ex 23</u>	<u>Ex 24</u>
200 ml [*]	250 ml ^{**}	300 ml ^{**}	320 ml ^{**}

* Ausência de gotejamento durante os primeiros trinta segundos.

** Começa imediatamente a gotejar.

Estes resultados mostram a vantagem significativa dos produtos de acordo com a presente invenção como revestimento

superficial para melhorar a drenagem de geotêxteis feitos de poli-olefinas.

EXEMPLO 25

Misturou-se o copolímero utilizado no Exemplo 7 com 12 % de ARKOFIX NG e 1,5 % de nitrato de zinco (em relação ao peso do copolímero) e adicionou-se MERPOL 100 à mistura para se obter uma concentração igual a 0,01 %. Pulverizou-se a mistura resultante sobre um tecido de KEVLAR aramida 29, com a gramagem de 283 g/m² e tratou-se termicamente o tecido a 170° C durante dez minutos.

~~As~~ As amostras foram avaliadas medindo as propriedades de arrastamento como mecha de uma amostra não tratada e comparando-a com amostras tratadas (25A e 25B), antes e depois de um simples ciclo de lavagem a 40° C, sendo as amostras não tratadas antes e depois da lavagem designadas por 25C e 25D, respectivamente. A resistência à lavagem do tecido de KEVLAR é muito boa. As amostras foram cortadas em amostras mais pequenas de 20 x 5 centímetros e foram suspensas por cima de um balde de água com um pequeno peso ligado à sua extremidade para manter o sistema imóvel. A extremidade do fundo das amostras foi colocada a 5 milímetros abaixo do nível da água. Registou-se o avanço da frente da água em função do tempo (em minutos) e resumiu-se no Quadro seguinte.



Altura da água em cm

<u>Exemplos</u>	<u>60 (segundos)</u>	<u>5</u>	<u>20</u>	<u>60</u>	<u>120</u>	<u>480</u>
25C	2,0	3,0	3,0	3,5	4,0	4,5
25A	3,0	3,5	3,5	5,0	5,0	7,5
25D	3,0	3,0	3,2	3,8	4,8	6,0
25B	4,0	5,5	7,5	10,0	11,0	12,0



REIVINDICAÇÕES

1.- Processo para a fabricação de um enchimento de fibras de poliéster aperfeiçoado, caracterizado pelo facto de se alisar um enchimento de fibras de poliéster obtido mediante técnicas de fiação apropriadas com um revestimento de um copoliéster tendo segmentos de poliéster bem como ligações de poliéster, contendo o copoliéster resíduos de um composto químico que comporta grupos polares tais como grupos hidroxil (OH) e grupos amónio quaternário e amina (referidos genericamente como NH).

2.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o copoliéster ter um teor compreendido entre cerca de 0,5 e cerca de 20% em peso de um resíduo de um composto de poli-hidroxil, contendo o referido resíduo pelo menos 3 átomos de carbono com grupos hidroxilo funcionais.

3.- Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo facto de se modificar posteriormente o copoliéster mediante reticulação com um agente reticulante que é um ácido policarboxílico ou o seu éster com um álcool inferior.

4.- Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo facto de se modificar posteriormente o copoliéster mediante reticulação com um composto de N-hidroximetilo ou N-alcoxi-metilo.

5.- Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo facto de se reticular o copoliéster com N,N'-dimetilol-glioxal-ureia.

6.- Processo de acordo com as reivindicações 3, 4 ou 5, caracterizado pelo facto de a quantidade de agente reticulante ser substancialmente igual a 0,1 a 20% em peso (do copoliéster).

7.- Processo de acordo com as reivindicações 3, 4, 5 ou 6, caracterizado pelo facto de se modificar posteriormente o copoliéster mediante reticulação com um composto de um metal polivalente, tal como por exemplo titânio, zircónio ou alumínio.

8.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo facto de a quantidade de copoliéster

ser substancialmente igual a 0,05 a 1,2%, como base no peso do enchimento de fibras de poliéster.

9.- Processo para a preparação de uma mistura de enchimento de fibras de poliéster aperfeiçoada, caracterizado essencialmente pelo facto de se misturar substancialmente 60 - 95% em peso de enchimento de fibras de poliéster e 5 - 40% em peso de fibras ligantes de fibra encrespada tendo uma temperatura de ligação inferior à temperatura de amolecimento do enchimento de fibras, sendo o enchimento de fibras obtido pelo processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 3.

10.- Processo para a fabricação de uma esteira ligada, caracterizado pelo facto de se processar uma mistura de fibras obtida de acordo com a reivindicação 9 de maneira a obter-se uma esteira e de se tratar termicamente essa esteira para provocar a ligação nas intersecções das fibras com fibras ligantes.

11.- Processo para a fabricação de esferas de fibra aperfeiçoadas, caracterizado pelo facto de se processar essencialmente um enchimento de fibras de poliéster, obtido pelo processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 3, com fibras ligantes e de se tratar depois pela acção do calor.

12.- Processo de acordo com a reivindicação 11, para a fabricação de esferas de fibra aperfeiçoadas, a partir essencialmente

de uma mistura de enchimento de fibras de poliéster e de fibras de ligante, caracterizados pelo facto de a mistura utilizada ser obtida pelo processo de acordo com a reivindicação 9.

13.- Processo para a fabricação de estruturas moldadas aperfeiçoadas, caracterizado pelo facto de se moldar um conjunto de esferas de fibras obtidas pelo processo de acordo com a reivindicação 12 e de se submeter depois a um tratamento térmico de modo a provocar-se a ligação,

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

