



PI 04157940
PI 04157940

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA E COMÉRCIO EXTERIOR
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 0415794-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 0415794-0

(22) Data do Depósito: 28/10/2004

(43) Data da Publicação do Pedido: 12/05/2005

(51) Classificação Internacional: D01D 5/06; D01F 6/60

(30) Prioridade Unionista: 31/10/2003 US 10/699,164

(54) Título: PROCESSO PARA A FIAÇÃO A ÚMIDO

(73) Titular: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY. Endereço: 1007 Market Street - Wilmington DE 19898, Estados Unidos da América (US).

(72) Inventor: DAVID J. RODINI

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 17/03/2015, observadas as condições legais.

Expedida em: 17 de Março de 2015.

Assinado digitalmente por:

Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes



“PROCESSO PARA FIAÇÃO A ÚMIDO”

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

A presente invenção é um aperfeiçoamento do processo de fiação a úmido para polímero de aramida que contém sais, patente US 5.667.743 por
5 Tai *et al.* A mencionada patente descreve um processo que incorpora uma só fase de estiramento a úmido de fibras de *meta*-aramida produzidas através da fiação a úmido de soluções de elevado teor de sal. Os inventores da presente invenção descobriram que as propriedades mecânicas da fibra produzida por tal processo podem ser adicionalmente aprimoradas.

10

DESCRIÇÃO RESUMIDA DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a um aperfeiçoamento no processo descrito na patente US 5.667.743 para a fiação a úmido de um polímero de *meta*-aramida a partir de uma solução solvente de fiação que contém concentrações de polímero, solvente, água e mais de 3% em peso de sal (com
15 base no peso total da solução), o qual compreende as etapas de:

(a) coagulação do polímero em uma fibra, em uma solução de coagulação aquosa que contém uma mistura de sal e solvente, de forma que a concentração do solvente é de cerca de 15 a 25% em peso da solução de coagulação e a concentração do sal é de cerca de 30 a 45% em peso da
20 solução de coagulação, e em que a solução de coagulação é mantida a uma temperatura de cerca de 90 a 125°C;

(b) remoção da fibra da solução de coagulação e colocação da mesma em contato com uma solução de condicionamento aquosa que contém uma mistura de solvente e sal, de maneira tal que as concentrações do
25 solvente, do sal e da água são definidas pela área mostrada na Figura 1, conforme delimitadas pelas coordenadas (W), (X), (Y) e (Z), e em que a solução de condicionamento é mantida a uma temperatura de cerca de 20 a 60°C;

(c) estiramento da fibra em uma solução de estiramento aquosa que tem uma concentração de solvente de 10 a 50% em peso da solução de estiramento, e uma concentração de sal de 1 a 15% em peso da solução de estiramento;

5 (d) lavagem da fibra com água; e

(e) secagem da fibra;

sendo que o aprimoramento consiste no estiramento da fibra enquanto em contato com a solução de condicionamento empregada na etapa (b), o estiramento sendo executado através da aplicação de uma taxa de
10 estiramento de mais de 1:1.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

A Figura 1 ilustra a composição das soluções de condicionamento da presente invenção, a região delimitada pelas coordenadas (W), (X), (Y) e (Z).

A Figura 2 ilustra um diagrama das etapas do processo e das
15 técnicas que podem ser usadas na prática da presente invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Uma vez que a presente invenção é um aperfeiçoamento no processo de Tai *et al.*, patente US 5.667.743, uma redação similar e uma descrição similar estão aqui presentes em comparação com tal publicação.

20 O termo "fiação a úmido" tal como aqui empregado, é definido como um processo de fiação em que a solução de polímero é extrudada através de uma fieira que é imersa em um banho de coagulação líquido. O banho de coagulação é geralmente um não-solvente do polímero.

O termo estiramento a quente ou esticar a quente, tal como aqui
25 empregado, define um processo em que a fibra é aquecida a temperaturas próximas ou acima da temperatura de transição vítrea do polímero, enquanto ao mesmo tempo a fibra é estirada ou esticada. Para a poli(*m*-fenileno isoftalamida), por exemplo, a temperatura de transição vítrea é de cerca de

250°C ou mais. O estiramento é tipicamente executado ao aplicar uma tensão à fibra enquanto ela se move entre os cilindros que se deslocam em velocidades diferentes. Na etapa de estiramento a quente, a fibra é estirada e cristalizada para desenvolver propriedades mecânicas.

5 A poli(*m*-fenileno isoftalamida), (MPD-I) e outras *meta*-aramidas podem ser polimerizadas por diversos processos básicos. Por exemplo, aqueles descritos na patente US 3.063.966 e na patente US 3.287.324. As soluções de polímero formadas por estes processos podem ser ricas em sal, isentas de sal ou contendo pequenas quantidades de sal. As soluções de
10 polímero descritas como contendo pequenas quantidades de sal são as soluções que contêm não mais do que 3% em peso de sal. Qualquer uma destas soluções de polímero pode ser fiada a úmido pelo processo da presente invenção contanto que o teor de sal, tanto resultante da polimerização quanto da adição do sal a uma solução sem sal ou contendo pouco sal, seja de pelo
15 menos 3% em peso.

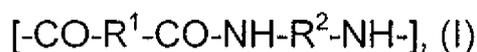
O teor de sal na solução de fiação é em geral resultante da neutralização do subproduto ácido formado na reação da polimerização; mas o sal também pode ser adicionado a uma solução de polímero sem sal para fornecer a concentração de sal necessária para o presente processo.

20 Os sais que podem ser usados no presente processo incluem os cloretos ou os brometos que têm cátions selecionados do grupo que consiste em cálcio, lítio, magnésio ou alumínio. Os sais de cloreto de cálcio ou de cloreto do lítio são os preferidos. O sal pode ser adicionado como cloreto ou brometo, ou ser produzido a partir da neutralização do ácido subproduto da
25 polimerização da aramida através da adição aos óxidos ou hidróxidos de cálcio, lítio, magnésio ou alumínio da solução de polimerização. A concentração desejada de sal também pode ser obtida através da adição de haleto a uma solução neutralizada para aumentar o teor de sal resultante da neutralização

àquele desejado para a fiação. É possível usar uma mistura de sais na presente invenção.

O solvente é selecionado do grupo que consiste dos solventes que também funcionam como aceptores de prótons, por exemplo, a dimetil formamida (DMF), a dimetil acetamida (DMAc), e a N-metil-2-pirrolidona (NMP).
5 O sulfóxido de dimetila (DMSO) também pode ser usado como um solvente.

A presente invenção refere-se a um processo para a produção de fibras feitas de aramidas que contêm pelo menos 25% em mols (com relação ao polímero) da unidade estrutural recorrente que tem a seguinte fórmula,



10 O R¹ e/ou o R² em uma molécula pode ter um único significado, mas eles também podem diferir em uma molécula dentro do âmbito da definição fornecida.

Se o R¹ e/ou o R² se referirem a quaisquer radicais aromáticos bivalentes cujas ligações de valência estão na posição *meta* ou em uma
15 posição angular comparável um com respeito ao outro, então estes são radicais de hidrocarboneto aromático mononuclear ou polinuclear ou então radicais heterocíclicos aromáticos que podem ser mononucleares ou polinucleares. No caso de radicais heterocíclicos aromáticos, estes têm especialmente um ou dois átomos de oxigênio, nitrogênio ou enxofre no núcleo aromático.

20 Os radicais aromáticos polinucleares podem ser condensados uns com os outros ou então ser ligados através de ligações C-C ou através de grupos de ligação tais como, por exemplo, -O-, -CH₂-, -S-, -CO- ou SO₂-.

Os exemplos de radicais aromáticos polinucleares cujas ligações de valência estão na posição *meta* ou em uma posição angular comparável
25 com respeito uns aos outros incluem o 1,6-naftileno, o 2,7-naftileno ou a 3,4'-bifenildiila. Um exemplo preferido de um radical aromático mononuclear deste tipo é o 1,3-fenileno.

Em particular, é preferível que a solução de polímero diretamente fiável seja produzida, a qual, como a substância formadora de fibra, contém polímeros com pelo menos 25% em mols (com relação ao polímero) da unidade estrutural recorrente definida acima que tem a fórmula I. A solução de polímero fiável é produzida diretamente através da reação de diaminas que têm a fórmula II com dicloretos de ácidos dicarboxílicos que têm a fórmula III em um solvente:



O polímero de *meta*-aramida preferido é a MPG-I ou os copolímeros que contêm pelo menos 25% em mols (com respeito ao polímero) de MPD-I.

Embora numerosas combinações de sais e solventes possam ser usadas com sucesso nas soluções de fiação de polímero do processo da presente invenção, a combinação de cloreto de cálcio e de DMAc é a mais preferida.

O presente processo pode ser usado como um processo contínuo para produzir a fibra. Um exemplo de um processo contínuo é mostrado no diagrama da Figura 2. A solução de fiação de polímero é bombeada de um tanque de armazenagem através de um trocador de calor para ajustar a temperatura do polímero e passada para a entrada da bomba de medição da solução de fiação (1). Em seguida o polímero é bombeado através da bomba dosificadora e através da linha de alimentação à fieira (3) e finalmente através da fieira (4). A fieira estende-se abaixo da superfície de uma solução de coagulação que está a uma temperatura controlada na faixa de 90 a 125°C. A solução de coagulação do presente processo vai produzir fibras que podem ser condicionadas com êxito até mesmo se o banho for mantido a temperaturas superiores a 125°C. Praticamente, embora não teoricamente, a temperatura do banho de coagulação fica limitada a uma temperatura de operação superior de cerca de 135°C para o sistema solvente de DMAc, uma vez que a temperaturas

acima de 135°C a perda de solvente excede geralmente a economia da substituição e/ou recuperação de solvente. A solução de coagulação é abrigada em um banho de coagulação (5) (chamado às vezes de banho de fiação). O feixe de fibras é formado no banho de coagulação e sai do banho
5 para um primeiro cilindro (6).

A fibra que sai da solução de coagulação é então estirada a úmido ao ser colocada em contato com uma solução de condicionamento para manter a fibra em um estado plastificado. É essencial que a concentração da solução de condicionamento esteja dentro da área definida pelas coordenadas
10 (W), (X), (Y) e (Z) tal como mostrado na Figura 1. Tais coordenadas definem as combinações do solvente, do sal e da água que, nas temperaturas de 20 a 60°C, limitarão a difusão do solvente da estrutura da fibra e manterão uma fibra de polímero plastificada. As coordenadas: (W) (20/25/55), (X) (55/25/20), (Y) (67/1/32) e (Z) (32/1/67) são apresentadas como a porcentagem em peso da
15 solução de condicionamento total de solvente/sal/água, respectivamente. A solução de condicionamento pode tipicamente ser aplicada através do uso de um banho de condicionamento, uma aspersão de condicionamento, um módulo de extração a jato, ou uma combinação destes (7), de preferência através do uso de um módulo de extração a jato. É da importância preponderante que a
20 solução de condicionamento entre em contato com cada filamento individual no feixe de fibras a fim de que a solução condicione as fibras para o estiramento apropriado. A solução de condicionamento da presente invenção mantém a concentração de solvente na fibra de modo que a fibra é intumescida pelo solvente e seja plastificada. A fibra plastificada pode então ser estirada totalmente
25 sem se romper. Sob a tensão de estiramento, quaisquer espaços vazios grandes se desfazem, uma vez que o polímero é forçado na forma estirada.

As fibras são então estiradas, por exemplo, ao usar dois conjuntos de cilindros (6) e (8) com a aplicação da solução de condicionamento efetuada

entre os mesmos (7). Quando a fibra é estirada desta maneira, as velocidades dos cilindros na entrada do estiramento condicionante e na saída do estiramento condicionante são ajustadas para obter a taxa de estiramento desejada. Tal como aqui empregado, "taxa de estiramento " refere-se à razão
5 entre o comprimento final e o comprimento original por unidade de peso do fio. A velocidade dos cilindros é ajustada para obter uma taxa de estiramento de mais de 1:1. Embora taxas de estiramento acima de 6:1 possam ser empregadas, em geral tais taxas são menos desejáveis devido a um potencial para maior dano e/ou ruptura da fibra. Um limite superior preferido para a taxa
10 de estiramento é de 6:1. As faixas preferidas são para 3:1 a 6:1 e mais preferencialmente para 4:1 a 5,5:1.

O presente processo desenvolve, na etapa de coagulação, na etapa de estiramento condicionante e nas posteriores etapas de estiramento opcionais, uma fibra que é facilmente capaz de ser tingida por processos de
15 tingimento de aramida convencionais. Uma vez que nenhum tratamento com calor além da secagem é requerido para obter boas propriedades físicas, a fibra nunca precisa ser alterada por meio de aquecimento de modo a prejudicar a sua capacidade de tingimento.

A fibra que é formada pelo presente processo pode ser estirada a
20 úmido através de banhos de condicionamento e estiramento para obter as propriedades físicas que são superiores àquelas obtidas por processos de fiação a seco convencionais, processos de fiação a úmido que requerem estiramento por estágios e/ou estiramentos a quente, ou condicionamento com um estiramento de um só estágio tal como descrito por Tai na patente US 5.667.743.

25 A fibra que sai do tratamento de condicionamento e do estágio de estiramento condicionante pode ser estirada outra vez em um estágio de estiramento posterior subsequente. As fibras podem ser estiradas a úmido ao usar uma solução de estiramento que contém água, sal e solvente; a

concentração de solvente é selecionada de uma maneira tal que seja menor do que a concentração de solvente na solução de condicionamento. As fibras podem ser estiradas ao usar dois conjuntos de cilindros (8) e (10) com a fibra entrando em contato com a solução de estiramento enquanto entre os dois conjuntos de cilindros (9). A solução de estiramento pode tipicamente ser aplicada através do uso de um banho de estiramento, uma aspersão de estiramento, um módulo da extração com jato, ou uma combinação destes (9). As velocidades dos cilindros na entrada do banho de estiramento e na saída do banho de estiramento podem ser ajustadas para obter a taxa de estiramento desejada. Foi verificado que taxas de estiramento tão elevadas quanto 6 são úteis neste processo. A faixa de concentração da solução de estiramento é de 10 a 50% em peso de DMAc, de preferência de 10 a 25% em peso de DMAc. A concentração de sal é de preferência de não mais do que 4% em peso e pode ser tão elevada quanto 15% em peso da solução de estiramento. Vai haver sal presente na solução, uma vez que o sal será removido da fibra pelo contato com a solução de estiramento. Tipicamente, a concentração de sal sustentada pelo processo não vai exceder 4%. Se for desejado aumentar o teor de sal acima de 4%, sal pode ser adicionado. A temperatura da solução de estiramento é mantida de 20 a 80°C.

Depois que todo o estiramento a úmido tiver sido completado, a fibra é lavada com água na seção de lavagem (11). O método usado para lavar as fibras é de preferência através do uso de módulos de extração a jato, no entanto quaisquer meios ou equipamentos podem ser usados para a remoção do solvente e do sal da fibra. Após a lavagem, o teor de água da fibra pode ser reduzido, por exemplo, ao usar um conjunto de cilindros de estrangulamento (12), e a fibra pode ser secada (13) e então processada para aplicações de uso final; ou, a fibra pode ser secada e então sujeitada a um tratamento com calor adicional para causar a cristalização mediante a passagem da fibra através de

um tubo quente, sobre sapatas quentes ou sobre cilindros aquecidos (14). A fibra é secada tipicamente de cerca de 120 a 125°C e, caso desejado, pode ser cristalizada a temperaturas muito mais altas. A cristalização é tipicamente executada ao passar a fibra entre cilindros aquecidos a temperaturas que são
5 mais altas do que a temperatura de transição vítrea do polímero. Para a MPD-I, o tratamento com calor necessário para obter a cristalização substancial requer temperaturas iguais ou mais altas do que 250°C. Uma vez que a fibra pode ser estirada antes da cristalização, não é necessário no presente processo estirar a quente a fibra para desenvolver fibras de tenacidade de ruptura elevada. Desse
10 modo, o tratamento com calor para a cristalização pode ser obtido com muito pouco ou nenhum estiramento e pouco estiramento adicional é necessário da saída do banho de estiramento através do banho de acabamento (15).

O processo da presente invenção torna possível a obtenção de uma variedade de formas de fibra, incluindo a redonda, de feijão ou de osso de
15 cachorro. As formas de fita podem ser feitas ao usar uma fieira de orifícios entalhados; seções transversais de formato trilobal podem ser feitas em uma fieira com orifícios em forma de "Y".

MÉTODOS DE TESTE

A viscosidade inerente (IV) é definida pela equação:

$$IV = \ln(h_{rel})/c$$

20 onde c é a concentração (0,5 grama de polímero em 100 ml de solvente) da solução de polímero, e h_{rel} (viscosidade relativa) é a razão entre os tempos de fluxo da solução de polímero e o solvente tal como medido a 30°C em um viscosímetro capilar. Os valores da viscosidade inerente que são aqui relatados e especificados são determinados ao usar DMAc contendo 4% em
25 peso de cloreto de lítio.

As propriedades físicas da fibra e do fio (módulo, tenacidade de ruptura e alongamento à ruptura) foram medidas de acordo com os

procedimentos da norma ASTM D885. A torção para as fibras e os fios era de três por polegada (1,2 por centímetro), independentemente do denier.

O exame da seção transversal da fibra fiada a úmido durante os estágios diferentes do presente processo fornece uma visualização na morfologia da fibra. Para obter seções transversais de uma fibra seca, as amostras da fibra foram microtomadas (*"micro-tomed"*), porém, uma vez que as fibras não tinham sido sujeitadas ao estiramento ou lavagem, uma manipulação especial foi requerida para assegurar que a estrutura da fibra não fosse influenciada de maneira inadequada durante as etapas de isolamento da fibra. Para preservar a estrutura da fibra durante o processo de seção transversal, a fibra coagulada ou coagulada e condicionada foi removida do processo e colocada em uma solução da composição similar, da qual ela foi removida. Depois de cerca de 10 minutos, cerca de metade do volume dessa solução foi removido e substituído por um volume igual de água contendo cerca de 0,1% em peso de um tensoativo. Tal processo de substituição de cerca de metade do volume da solução na qual as amostras de fibra estavam contidas com a água com tensoativo foi continuado até quase toda a solução original ter sido substituída por água com tensoativo. A amostra da fibra foi então removida do líquido e secada em um forno com circulação de ar a cerca de 110°C. A fibra secada foi então microtomada (*"micro-tomed"*) e examinada sob o microscópio.

Nos exemplos a seguir, todas as partes e porcentagens estão em peso e os graus são centígrados, a menos que esteja indicado de alguma outra maneira.

EXEMPLOS

EXEMPLO 1

Uma solução de fiação de polímero foi preparada em um processo de polimerização contínuo ao reagir metafenileno diamina com cloreto de isoftaloila. Uma solução de uma parte de metafenileno diamina dissolvida em 9,71 partes de DMAc foi dosadas através de um refrigerador em um misturador

no qual 1,88 partes de cloreto de isoftaloila em fusão foram dosadas simultaneamente. A mistura foi proporcionada e o fluxo combinado dos reagentes foi selecionado para resultar em uma mistura turbulenta. O cloreto de isoftaloila em fusão foi alimentado a cerca de 60°C e a metafenileno diamina foi resfriada até cerca de -15°C. A mistura de reação foi introduzida diretamente em um trocador de calor de parede desfeita, por pressão (*"jacked, scrapped-wall heat exchanger"*) que tem uma razão entre o comprimento e o diâmetro de 32, e proporcionada para obter um tempo de contenção de cerca de nove minutos. O efluente do trocador de calor fluiu continuamente para um neutralizador, ao qual também foi adicionada continuamente 0,311 libra de hidróxido de cálcio para cada libra do polímero na solução de reação. A solução de polímero neutralizada foi aquecida sob vácuo para remover a água e concentrar a solução. A solução de polímero resultante era a solução de fiação de polímero e foi usada no processo de fiação descrito a seguir.

Tal solução de fiação de polímero tinha uma viscosidade inerente de 1,55 tal como medida em 4% de cloreto de lítio em DMAc. A concentração do polímero nessa solução de fiação era de 19,3% em peso. A solução de fiação também continha 8,9% em peso de cloreto de cálcio e cerca de 0,5% em peso de água. A concentração de DMAc era de 71,3% em peso.

Tal solução foi colocada em um tanque de solução agitada (1) e aquecida até cerca de 90°C e a seguir alimentada por meio de uma bomba de medição (2) e um filtro através de três fieiras (3), cada uma das quais contendo 20.000 orifícios de 50,8 micra (2 mils) de diâmetro. A solução de fiação foi extrudada diretamente em uma solução de coagulação que continha 18% em peso de DMAc, 40% em peso de cloreto de cálcio e 42% em peso de água. A solução de coagulação (4) foi mantida a cerca de 118°C.

O feixe de fibras que sai da solução de coagulação foi enrolado no jogo de cilindros (6) que tem uma velocidade de 20,5 pés/m.

Uma solução de condicionamento que contém 53,5% em peso de DMAc, 2,2% em peso de cloreto de cálcio e 44,3% em peso de água foi colocada em contato com o feixe de fibras, umedecendo cada filamento individual enquanto o feixe de fibras era enrolado do jogo de cilindros (6) no jogo de cilindros (8) a uma velocidade de 82,0 pés/m. A diferença nas velocidades dos cilindros resultou em uma taxa de estiramento de 4,0. A solução de condicionamento estava a 40°C.

O feixe de fibras que sai do jogo de cilindros (8) foi colocado em contato com uma solução de estiramento contendo 21% em peso de DMAc, 2% em peso de cloreto de cálcio e 77% em peso de água, umedecendo cada filamento individual do feixe de fibras. O feixe de fibras foi então enrolado no jogo de cilindros (10) a uma velocidade de 82,0 pés/m para obter uma taxa de estiramento na zona de estiramento a úmido de 1,0.

Depois do estiramento a úmido, os filamentos foram alimentados em uma seção de lavagem onde a fibra foi lavada com água a 70°C. A seção de lavagem consistia em cinco módulos de extração com jato. A fibra lavada foi enrolada em um jogo de cilindros (12) à mesma velocidade que o jogo de cilindros (10). Não havia nenhum estiramento ou estiramento adicional aplicado à fibra para o restante do processo.

Depois da lavagem com água, a fibra foi secada a 125°C. As fibras tinham boas propriedades têxteis até mesmo sem ser sujeitadas a uma etapa de estiramento a quente ou cristalização. As propriedades físicas dessa fibra eram: denier de 2 dpf, tenacidade de ruptura de 5,0 gpd, alongamento de 38,1%, módulo de 73,7 gpg.

EXEMPLOS 2 A 6

A fibra foi fiada a úmido tal como descrito no Exemplo 1. As concentrações de DMAc, CaCl₂ e água na solução de coagulação

variaram entre 17,7 e 18% em peso, 39,5 e 40,7% em peso e 41,3 e 42,8% em peso, respectivamente. As concentrações de DMAc, CaCl₂ e água na solução de condicionamento variaram entre 53,5 e 53,7% em peso, 2,2 e 3,5% em peso e 43,0 a 44,3% em peso, respectivamente. As concentrações de DMAc, CaCl₂ e água na solução de estiramento variaram entre 20,8 e 21,3% em peso, 2,0 e 2,4 % em peso, e 76,3 e 77,1 % em peso, respectivamente. As velocidades dos cilindros e as taxas de estiramento aplicadas no estiramento da zona de condicionamento e no estiramento da zona de estiramento ("draw zone draw") são mostradas nas Tabelas I e Ia. A velocidade dos cilindros é fornecida em pés por minuto (pé/m). As propriedades das fibras resultantes são mostradas na tabela II. As etapas e os vários cilindros usados no processo contínuo são identificados na Figura 2 e na descrição detalhada da presente invenção.

EXEMPLO A

O Exemplo A é uma comparação na qual nenhum estiramento é aplicado durante a etapa de condicionamento.

A fibra foi fiada a úmido tal como descrito no Exemplo 1. A concentração da solução de coagulação era de 18% em peso de DMAc, 40% em peso de CaCl₂ e 42% em peso de água. A concentração da solução de condicionamento era de 53,6% em peso de DMAc, 3,4% em peso de CaCl₂ e 43% em peso de água. A concentração da solução de estiramento era de 21% em peso de DMAc, 2,3% em peso de CaCl₂ e 76,7% em peso de água. As velocidades dos cilindros e as taxas de estiramento associadas são mostradas nas Tabelas I e Ia. A velocidade dos cilindros é fornecida em pés por minuto (pés/m). As propriedades das fibras resultantes são mostradas na Tabela II. As etapas e os vários cilindros usados no processo contínuo são identificados na Figura 2 de acordo com um modo de operação determinado previamente.

TABELA I: TAXA DE ESTIRAMENTO DO LÍQUIDO DE CONDICIONAMENTO

Amostra #	Velocidade do cilindro (6) (pés/min)	Velocidade do cilindro (8) (pés/min)	Taxa de estiramento da zona de condicionamento
1	20,53	81,98	3,99:1
2	20,55	71,94	3,5:1
3	20,54	61,66	3:1
4	20,44	51,25	2,51:1
5	20,51	41	2:1
6	20,47	30,73	1,5:1
A	20,51	20,49	1:1

TABELA IA: ESTIRAMENTO DA ZONA DE ESTIRAMENTO

Amostra #	Velocidade do cilindro (8) (pés/min)	Velocidade do cilindro (10) (pés/min)	Taxa de estiramento da zona de estiramento
1	81,98	81,93	1:1
2	71,94	81,96	1,14:1
3	61,66	81,96	1,33:1
4	51,25	82,0	1,6:1
5	41	81,99	2:1
6	30,73	81,98	2,67:1
A	20,49	82	4:1

TABELA II: PROPRIEDADES DA FIBRA

Amostra #	Taxa de estiramento total (1)	Tenacidade de ruptura (Gramas por denier) (gpd) (2)	Alongamento à Ruptura (%) (2)	Módulo (G / denier) (gpd)(2)	Denier por Filamento (dpf)	Tenacidade de Dureza (Alongamento à ruptura) [^] 0,5	DMAc na Fibra (% em peso)
1	4,0	5,0	38,1	73,7	2	30,5	0
2	4,0	5,6	38,4	84,8	2	34,7	0

Amostra #	Taxa de estiramento total (1)	Tenacidade de ruptura (Gramas por denier) (gpd) (2)	Alongamento à Ruptura (%) (2)	Módulo (G / denier) (gpd)(2)	Denier por Filamento (dpf)	Tenacidade de Dureza *(Alongamento à ruptura) ^{^0,5}	DMAc na Fibra (% em peso)
3	4,0	5,4	41,2	73,7	2	34,6	0
4	4,0	5,4	32,1	80,9	2	30,6	0
5	4,0	3,9	28,6	53,3	2	20,8	0
6	4,0	4,5	27,8	75,6	2	23,6	2,7
A	4,0	4,5	26,4	74,9	2	23,2	2,6

(1) A taxa de estiramento total é igual ao produto das taxas de estiramento de cada uma das etapas de estiramento.

(2) Medido segundo a norma ASTM D885.

REIVINDICAÇÕES

1. PROCESSO PARA FIAÇÃO A ÚMIDO, de um polímero de *meta*-aramida a partir de uma solução solvente de fiação que contém concentrações de polímero, solvente, água e pelo menos 3% em peso de sal,
5 que compreender as etapas de:

(a) coagulação do polímero em uma fibra, em uma solução de coagulação aquosa que contém uma mistura de sal e solvente, de forma que a concentração do solvente é de cerca de 15 a 25% em peso da solução de coagulação e a concentração do sal é de cerca de 30 a 45% em peso da
10 solução de coagulação, e em que a solução de coagulação é mantida a uma temperatura de cerca de 90 a 125°C;

(b) remoção da fibra da solução de coagulação e colocação da mesma em contato com uma solução de condicionamento aquosa que contém uma mistura de solvente e sal, de maneira tal que as concentrações do
15 solvente, do sal e da água são definidas pela área mostrada na Figura 1, conforme delimitadas pelas coordenadas (W), (X), (Y) e (Z), e em que a solução de condicionamento é mantida a uma temperatura de cerca de 20 a 60°C;

(c) estiramento da fibra em uma solução de estiramento aquosa
20 que tem uma concentração de solvente de 10 a 50% em peso da solução de estiramento, e uma concentração de sal de 1 a 15% em peso da solução de estiramento;

(d) lavagem da fibra com água; e

(e) secagem da fibra;

25 caracterizado pelo fato do estiramento da fibra ser realizado enquanto em contato com a solução de condicionamento da etapa (b), através da aplicação de uma taxa de estiramento em uma faixa de 3:1 a 6:1.

2. PROCESSO, de acordo com a reivindicação 1,

caracterizado pelo fato da taxa de estiramento através da solução de condicionamento situar-se em uma faixa de 4:1 a 5,5:1.

RESUMO**“PROCESSO PARA FIAÇÃO A ÚMIDO”**

Fiação a úmido de uma solução de polímero de *meta*-aramida que tem um teor de sal de pelo menos 3% em peso emprega uma taxa de estiramento de mais 1:1 quando em contato com uma solução de condicionamento.