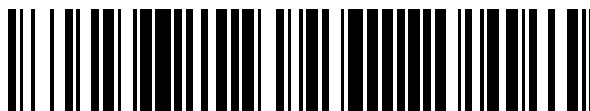


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 373 457**

51 Int. Cl.:
B01D 39/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06720823 .1**
96 Fecha de presentación: **15.02.2006**
97 Número de publicación de la solicitud: **1858617**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **28.11.2007**

54 Título: **TELA DE SOLIDEZ REDUCIDA QUE COMPRENDE FIBRAS Y UN SEPARADOR DE FIBRAS.**

30 Prioridad:
13.02.2006 US 354301
16.02.2005 US 654055 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
03.02.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
03.02.2012

73 Titular/es:
DONALDSON COMPANY, INC.
1400 WEST 94TH STREET P.O. BOX 1299
MINNEAPOLIS, MN 55431, US

72 Inventor/es:
KALAYCI, Veli;
CROFOOT, Douglas;
GRAFE, Timothy y
GRAHAM, Kristine, M.

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 373 457 T3

DESCRIPCIÓN

Tela de solidez reducida que comprende fibras y un separador de fibras

- 5 Esta solicitud se presenta el 15 de febrero de 2006 como una solicitud de patente internacional PCT a nombre de Donaldson Company, Inc., una corporación nacional de EE. UU., solicitante para la designación de todos los países excepto EE. UU., y de Veli Kalayci, ciudadano de Turquía, Douglas Crofoot, Timothy Grafe y Kristine Graham, todos ellos ciudadanos de EE. UU., para la designación solamente de EE. UU., y reivindica la prioridad de la solicitud de patente provisional de EE. UU. número de serie 60/654 055, presentada el 16 de febrero de 2005, y de la solicitud de patente de utilidad de EE. UU. número de serie desconocido, presentada el 13 de febrero de 2006.

Campo de la Invención

- 10 La invención se refiere a una tela o a una estructura de fibras, tal como un medio de filtración, que comprende una colección de fibras y un separador de fibras, material particulado separador o medios de separación de la tela en asociación con la fibra.

Antecedentes de la Invención

- 15 Los filtros pueden fabricarse de telas de fibras finas de materiales poliméricos. Las telas poliméricas pueden fabricarse mediante electrohilado, extrusión, hilatura por fusión, procesos en flujo de aire y en vía húmeda, etcétera. La tecnología de fabricación de las estructuras de filtro es muy amplia para obtener estructuras que pueden separar la carga de material particulado desde un flujo de fluido móvil. Dichos medios de filtración incluyen medios de carga superficial y medios profundos, donde estos medios pueden fabricarse en diversas estructuras geométricas. Los principios relacionados con el uso de dichos medios se describen en las patentes de EE. UU. números 5 082 476; 20 5 238 474; 5 364 456 y 5 672 399, de Kahlbaugh y otros. En cualquier estructura de filtro que contenga cualquier medio de filtración seleccionado arbitrariamente, el filtro debe eliminar un tamaño de partícula definido, y al mismo tiempo, tener una vida útil suficiente en sus propiedades de extracción de partículas para estar justificado económicamente. En general, se considera que la vida útil es el tiempo entre el aislamiento y el momento en el que 25 el filtro obtiene una carga de partículas suficiente para que la caída de presión a través del filtro sea mayor de un nivel predeterminado. Una caída de presión incrementada puede provocar la evitación del filtro, un fallo mecánico del filtro, falta de alimentación de fluido, u otros problemas operativos.

Se conocen telas de la clase mencionada, por ejemplo, a partir de los documentos US 4 100 324 A, US 5 681 469 A, US 5 486 410 A y de WO 93/06924 A1.

- 30 Los medios de filtros de nanofibras han impulsado nuevos niveles de rendimiento en la filtración de aire en aplicaciones comerciales, industriales y de defensa en las que los requisitos de eficiencia han sido bajos en comparación con los niveles HEPA (High Efficiency Particle Air, aire de alta eficiencia para partículas) o ULPA (Ultra Low Penetration Air, penetración de aire ultra baja).

- 35 Los avances recientes en el campo de la filtración mejorada con nanofibras han extendido la usabilidad de las nanofibras a las aplicaciones con eficiencias de filtración superiores. En particular, estas matrices de nanofibras proporcionan un rendimiento comparable a otros medios HEPA disponibles comercialmente, compuestos de vidrios submicrónicos o de membranas de PTFE expandido. Dicho rendimiento se muestra con beneficios de la tecnología. Los medios de filtros de nanofibras son una solución viable en aplicaciones de alta eficiencia con requisitos de rendimiento estrictos.

- 40 Una tela puede comprender una masa de fibras sustancialmente continua y, dispersado en la fibra, un separador de fibras, material particulado separador o un medio de separación de la tela. El separador o medio de separación provoca que la tela de fibras obtenga una estructura, en la que la masa de fibras o la parte de tela, incluso aunque esté llena del material particulado, tiene una solidez reducida, fibras separadas o partes de tela separadas en el interior de la estructura, con profundidad incrementada de la fibra sin incrementar la cantidad de polímero o el número de fibras en el interior de la tela. La estructura resultante obtiene propiedades de filtración mejoradas, tales 45 como resistencia a la caída de presión, coeficiente de calidad, permeabilidad y eficiencia, mejoradas. La eficiencia de la filtración es la característica del medio de filtración que está relacionada con la fracción de las partículas extraídas del flujo móvil. La eficiencia se mide habitualmente mediante un protocolo de pruebas establecido, definido a continuación.

- 50 Los medios de filtro de carga superficial comprenden, a menudo, matrices densas de fibras que tienen una estructura no tejida, que están situadas a través de la trayectoria de un flujo de fluido móvil. Mientras el flujo de fluido móvil pasa a través de la estructura formada de fibras no tejidas, habitualmente las partículas son extraídas de los flujos en la superficie del filtro, con una cierta eficiencia, y permanecen en la superficie. En contraste con las estructuras de carga superficial, los medios profundos incluyen habitualmente una estructura relativamente gruesa

(comparada con un medio de carga superficial) de fibras con una solidez, una porosidad, un grosor de capa y una eficiencia definidas. Los medios profundos y, en particular, los medios profundos con densidad de gradiente se muestran en las patentes de EE. UU. números 5 082 476; 5 238 474 y 5 364 456, de Kahlbaugh y otros. En general, los medios profundos actúan en las operaciones de filtración obstaculizando la carga de partículas en un flujo de fluido móvil, en el interior de la capa de filtro. Cuando las partículas inciden en la estructura fibrosa del medio profundo, las partículas permanecen en el interior del medio profundo y habitualmente se distribuyen sobre las fibras internas y a través del volumen del filtro, y se mantienen en las mismas. Por contraste, los medios de carga superficial acumulan habitualmente las partículas en una capa superficial.

Groeger y otros, en la patente de EE. UU. número 5 486 410, presentan una estructura fibrosa fabricada normalmente de una fibra bicompuesta, de núcleo/forro exterior, que contiene un material particulado. El material particulado comprende un material funcional inmovilizado, contenido en la estructura de la fibra. El material funcional está diseñado para interaccionar con el flujo de fluido y modificarlo. Materiales típicos incluyen sílices, zeolita, alúmina, mallas moleculares, etc., que pueden reaccionar con materiales del flujo de fluido o bien absorberlos. Markell y otros, en la patente de EE. UU. número 5 328 758, utilizan una tela termoplástica hilada por fusión y un material de sorción en una tela para el proceso de separación. Errede y otros, en la patente de EE.UU. número 4 460 642, muestran una lámina compuesta de PTFE que es hinchable en agua y contiene partículas absorbentes hidrófilas. Esta lámina es útil como vendaje para heridas, como material para absorber y extraer solventes no acuosos o como material cromatográfico de separación. Kolpin y otros, en la patente de EE. UU. número 4 429 001, muestran una lámina absorbente que comprende una fibra hilada por fusión que contiene partículas poliméricas superabsorbentes. Se muestran filtros de desodorización o de purificación del aire, por ejemplo, en el documento JP 7 265 640, de Mitsutoshi y otros, y en el documento JP 10 165 731, de Eiichiro y otros.

Si bien en el pasado se han utilizado medios de carga superficial y medios profundos, y ambos han obtenido ciertos niveles de rendimiento, en la industria sigue existiendo una necesidad importante de medios de filtración que puedan proporcionar características de funcionamiento nuevas y diferentes a las obtenidas anteriormente.

Resumen de la Invención

Se da a conocer una tela acorde con la reivindicación 1. La tela de la invención incluye una tela de fibras, y medios de separación de fibras o medios separadores de fibras. La tela comprende una estructura fibrosa continua con una fase de fibras continua, y un medio de separación de fibras que comprende una fase de material particulado dispersada con la fibra. Estando dispersadas, las partículas están fijadas en el medio, adheridas a la fibra, sujetas en el interior de un espacio vacío dentro de la tela o en un bolsillo que penetra parcialmente en la tela creando un espacio en la superficie de la tela. La tela puede ser utilizada en aplicaciones de filtración, como un medio profundo que tiene una tela continua de fibras finas modificada por la presencia de un separador o medio de separación, en forma de un material particulado que, en combinación con la fibra del medio, proporciona un coeficiente de calidad, una eficiencia de la filtración, una permeabilidad de la filtración, una carga de profundidad y una vida útil extendida, caracterizado por un incremento mínimo en la caída de presión.

La invención se refiere a una tela de fibras que comprende una fibra pequeña y un separador de fibras, material particulado separador o medios de separación de la tela. La tela puede ser aplicada a diversos usos finales, que incluyen tecnologías de filtración. La tela puede ser utilizada como filtro, como una estructura de filtro en la que las capas de fibras finas y los materiales de fibras se utilizan en estructuras de filtro y en métodos de filtración de fluidos tales como flujos de aire, gas y líquido. Los flujos de fluido comprenden una fase móvil y partículas arrastradas. Dichos flujos están, a menudo, combinados o contaminados con proporciones sustanciales de uno o varios materiales de partículas. Estos materiales de partículas contaminantes pueden variar en composición, tamaño y forma, densidad de partículas y otros parámetros físicos. Dichas partículas pueden ser líquidas, sólidas o pueden comprender partículas compuestas. Dichas partículas surgen de diversas fuentes, tanto naturales como humanas o construidas por el hombre. Es necesaria la extracción de parte o de la totalidad del material particulado desde el flujo de fluidos. Por ejemplo, dichos flujos incluyen sistemas de entrada de aire a las cabinas de vehículos motorizados, aire en unidades de disco de ordenador, aire HVAC, ventilación de salas limpias y aplicaciones que utilizan bolsas de filtro, telas de barrera, materiales tejidos, aire para motores de vehículos motorizados, o para equipamiento de generación; flujos de gas dirigidos a turbinas de gas; y flujos de aire para diversos hornos de combustión. En el caso de filtros de aire de cabinas, es deseable extraer el material particulado por seguridad, para la comodidad de los pasajeros y/o por estética. En relación con los flujos de admisión de aire y de gas para motores, turbinas de gas y hornos de combustión, la extracción del material particulado es necesaria debido a que las partículas pueden reducir la eficiencia o pueden provocar daños importantes al funcionamiento interno de los diversos mecanismos involucrados. En otros casos, los gases de fabricación o los gases de desecho procedentes de motores o procesos industriales pueden contener material particulado en los mismos. Antes de que dichos gases puedan, o deban, ser descargados a la atmósfera a través de equipamiento situado posteriormente, a menudo es necesaria la retirada sustancial del material particulado desde estos flujos.

La tela puede estar hilada de tal modo que disperse las partículas separadoras, o con medios de separación de la tela en la fibra. Un medio separador preferido comprende un material particulado. Dicho material particulado puede

ser dispersado en el interior de la solución que contiene polímeros, y la solución ser hilada en una tela de fibras. Asimismo, el material particulado puede ser añadido a la tela durante la formación o puede añadirse después de la formación. Una tela de este tipo, cuando está electrohilada, se caracteriza por una tela de una masa de nanofibras interconectadas con el medio de separación o separador o el material particulado, dispersados en el interior y a través de toda la tela de fibras, y sobre la superficie de la tela de fibras. En el interior de la tela de fibras, el material particulado separador crea espacios vacíos dentro de la estructura fibrosa interconectada, que reducen la solidez e incrementan el flujo de fluido móvil. La invención comprende asimismo una tela fabricada formando una masa de fibras finas con el añadido simultáneo de un hilado posterior del material particulado separador en la capa de fibras. En dicha realización, el material particulado está intercalado a través de toda la masa de material fibroso.

La invención involucra, asimismo, la formación de la capa hilada en un grosor o tela completamente acabados, y añadir a continuación el separador o medio de separación o material particulado, a la superficie de la tela antes de incorporar la tela a un artículo útil. El procesamiento subsiguiente incluye laminación, calandrado, compresión u otros procesos que pueden incorporar el material particulado a la tela de fibras y a través de la misma. Una ventaja, de la adición del material particulado a la tela simultáneamente a la formación de ésta, o a la tela después de la formación, se obtiene cuando el material particulado es un material particulado soluble solvente que puede ser utilizado. Disolver el material particulado soluble en la solución tendría como resultado la incorporación del material en la fibra sin mantener el material particulado como una fase diferente en la tela. Añadir el material particulado a la tela después de la formación mantiene el material soluble solvente en su forma de material particulado.

La tela del material puede tener asimismo una estructura de gradiente. En esta exposición, el término "gradiente" indica que algún aspecto (densidad, solidez, tamaño de las fibras, etc.) de la tela varía desde una superficie de la tela hasta la superficie opuesta de la tela o de las capas de la tela. El gradiente puede caracterizarse en términos de una variación del peso o del número de fibras en el interior de una tela, o en un material laminar de dos o varias capas del medio. Puede formarse un gradiente en un material laminar en el que cada capa tiene un carácter o propiedad diferente, que varía de manera isotropa a través del material laminar. El gradiente puede formarse mediante la formación de sucesivamente menos fibras en el interior de la tela, cuando la tela se forma en una sola capa o material laminar. Además, la concentración de medios separadores o material particulado puede tener una orientación de gradiente en donde el tamaño, el peso o el número de materiales particulados por volumen aumenta o disminuye sustancialmente desde una superficie de la tela hasta la otra.

Los medios de la invención pueden ser utilizados en forma de una sola capa de fibras finas, o de una serie de capas de fibras finas en una estructura de filtro. El término "fibras finas" indica una fibra que tiene una magnitud de la fibra o diámetro de 0,0001 hasta menos de 5 micras, o desde aproximadamente 0,001 hasta menos de 2 micras y, en algunos casos, de 0,001 hasta 0,5 micras. Para la fabricación de las fibras finas pueden utilizarse diversos métodos. La patente de EE.UU. número 6 743 273, de Chung y otros; la patente de EE.UU. número 5 423 892 de Kahlbaugh y otros; la patente de EE.UU. número 3 878 014, de McLead; la patente de EE.UU. número 4 650 506, de Barris; la patente de EE.UU. número 3 676 242, de Prentice; la patente de EE.UU. número 3 841 953, de Lohkamp y otros; y la patente de EE.UU. número 3 849 241, de Butin y otros; la totalidad de las cuales se incorporan como referencia el presente documento, dan a conocer diversas tecnologías de fibras finas. Normalmente, la fibra fina de la invención es electrohilada sobre un sustrato. El sustrato puede ser un material permeable o impermeable. En aplicaciones de filtración pueden utilizarse como sustrato medios de filtro no tejidos. En otras aplicaciones, la fibra puede ser hilada sobre una capa impermeable y puede ser extraída para su procesamiento posterior. En una aplicación de este tipo, la fibra puede ser hilada sobre una lámina o tambor de metal.

Las capas de fibras finas formadas sobre el sustrato en los filtros de la invención, pueden ser sustancialmente uniformes en distribución de material particulado, rendimiento del filtrado y distribución de las fibras. Por sustancialmente uniforme, se entiende que la fibra tiene una cobertura suficiente del sustrato como para tener, por lo menos, alguna eficiencia de filtración medible a través de todo el sustrato recubierto. Los medios de la invención pueden ser utilizados en materiales laminares con múltiples telas, en una estructura de filtro. Los medios de la invención incluyen, por lo menos, una tela de una estructura de fibras finas. Las capas pueden tener, asimismo, un gradiente del material particulado en una sola capa o en una serie de capas en un material laminar.

El grosor global de la tela de fibras es aproximadamente de 1 a 100 veces el diámetro de las fibras, de aproximadamente 0,5 a 200 micras, de unas 5 a 200 micras, de unas 10 a 200 micras o de unas 30 a 200 micras. La tela puede comprender aproximadamente del 5 al 95% en peso de fibras y aproximadamente del 95 al 5% en peso del material particulado separador o de medios de separación, o aproximadamente del 30 al 75% en peso de fibras, y aproximadamente del 70 al 25% en peso del material particulado separador o de medios de separación. La solidez global (incluyendo la contribución del medio de separación) de los medios es de aproximadamente el 1 hasta aproximadamente el 50%, preferentemente desde aproximadamente el 1 hasta aproximadamente el 30%. La solidez de la tela sin incluir la contribución del material particulado en la estructura es de aproximadamente el 10 hasta aproximadamente el 80%, y los medios de filtro de la invención pueden obtener una eficiencia de filtración de aproximadamente el 40 hasta aproximadamente el 99,9999%, medidos según ASTM-1215-89, con partículas esféricas de poliestireno monodispersas de 0,78µ, a 13,21 fpm (4 metros/min), tal como se describe en el presente documento. El factor de calidad puede variar desde 100 hasta 105. Habitualmente, la tela de filtración de la

invención presenta una prueba de permeabilidad Frazier que presentaría una permeabilidad de por lo menos 1 metros-minutos⁻¹, preferentemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 50 metros-minutos⁻¹. Cuando se utiliza como medio de separación, el material particulado que caracteriza la fase de material particulado de la tela de la invención es un material particulado que es inerte para la fase móvil y la carga contaminante arrastrada, o bien

Para el propósito de esta invención, el término "medio" incluye una estructura que comprende una tela que comprende una masa o tela de fibras finas sustancialmente continua, y la separación o materiales separadores de la invención dispersados en la capa, masa o tela de fibras. En esta descripción, el término "tela" incluye una fase de fibras finas sustancialmente continua o contigua con una fase de material particulado separador dispersado, sustancialmente en el interior de la fibra. Una tela continua es necesaria para imponer una barrera contra el paso de una carga de partículas contaminantes en una fase móvil. Pueden combinarse una sola tela, dos telas o múltiples telas para construir la única capa o medio de filtro de material laminar de la invención.

Los materiales particulados de la invención tienen dimensiones capaces de mejorar las propiedades de filtración de los medios y las capas de la invención. Los materiales pueden fabricarse de diversos materiales útiles. Los materiales son inertes a la fase móvil y a la carga de material particulado arrastrado que pasa a través de la tela. Para el propósito de esta invención, el término "inerte" indica que el material en la tela sustancialmente no reacciona químicamente con el fluido o con la carga de partículas, ni absorbe o adsorbe una parte del fluido o de la carga de partículas sobre el material particulado, en ninguna cantidad significativa. En este modo "inerte", el material particulado separador modifica simplemente los parámetros físicos de la capa de fibras y del medio que incluye una o varias capas de fibras. El centro de interés principal de la tecnología dada a conocer en el presente documento, es mejorar la estructura física del medio o de las capas y mejorar el rendimiento del filtro. Con este propósito, puede utilizarse un material particulado inerte. En ciertas aplicaciones, puede utilizarse un material particulado sustancialmente inerte en combinación con un material particulado que interacciona con la fase móvil o con la carga de partículas. En una aplicación de este tipo, se utilizará entonces una combinación de un material particulado inerte y del material particulado interactivo.

El medio preferido de separación de las fibras comprende un material particulado. Un material particulado de este tipo, utilizado en las estructuras de filtro únicas de la invención, comprende un material particulado inerte. Dichos materiales particulados simplemente ocupan espacio en el interior de la matriz o capa de filtro, reducen la densidad efectiva de la fibra, incrementan las trayectorias sinuosas del fluido a través del filtro, y ni reaccionan con el fluido ni absorben materiales del fluido.

Breve Descripción de las Figuras

Las figuras 1 a 3, y 5 a 6, son fotomicrografías que detallan el material particulado, de masa de fibras, de la tela, disperso en las capas del filtro, y las estructuras continuas de la invención. Las figuras muestran la estructura del filtro mejorada separando las fibras finas, incrementando los trayectorias de fluido y manteniendo al mismo tiempo un tamaño de poro pequeño.

Las figuras 4a y 4b muestran el mecanismo utilizado para introducir el material particulado e hilar la fibra y el material particulado en una tela de filtro.

La figura 7a es un histograma de los tamaños de partículas del material mostrado en la figura 6, y la figura 7b es una distribución del tamaño de las partículas del material particulado separador mostrado en las figuras 10 a 13, y 14 y 15.

La figura 8 muestra la mejora en la penetración y el factor de calidad en las telas fabricadas con la tecnología de la invención.

La figura 9 es una representación gráfica del factor de calidad en función del tamaño de las partículas, para diferentes solideces para el medio de nanofibras de la invención, a 10,5 pies-min⁻¹. Estos datos se desarrollan utilizando un modelo matemático cuantitativo construido sobre ecuaciones de modelización para la tecnología de filtración.

Las figuras 10 a 13 son micrografías de barrido electrónico (SEM) que muestran la construcción de medios de partículas separadoras de nanofibras, de varias muestras fabricadas de acuerdo con los ejemplos. Las fotomicrografías muestran vistas tanto o laterales como superiores de los medios de nanofibras que contienen los separadores de material particulado y las capas de los medios subyacentes.

Las figuras 14 y 15 son vistas con mucho y poco aumento, de secciones transversales de nanofibras típicas. La figura 14 muestra la nanofibras con el material particulado separador, mientras que la figura 15 muestra el compuesto de nanofibras sobre una capa de soporte.

Las figuras 16 y 17 muestran imágenes SEM de poco aumento, del medio de nanofibras plegado después de que la capa protectora ha sido retirada de la superficie de nanofibras. Las partes del medio mostradas en las SEM son las puntas de pliegue, que muestran que el plegado no perturba la estructura de las nanofibras.

5 La figura 18 muestra gráficamente un cambio en el factor de calidad en función de la compresión para el rango de tamaño de partículas DOP a una velocidad de flujo de 10,5 pies-min⁻¹, a diversas presiones.

10 La figura 19 muestra la influencia de la cantidad de nanofibras en el compuesto, con y sin la presencia de material particulado separador, a una velocidad de flujo de 10,5 pies-min⁻¹, utilizando partículas DOP de 0,3 micras. El gráfico muestra claramente que los compuestos que contienen nanofibras y partículas separadoras tienen un factor de calidad y una eficiencia incrementados sustancialmente, mientras que la capa con solamente nanofibras no tiene una eficiencia adecuada.

Las figuras 20 a 25 muestran la caída de presión en función de la penetración [-Ln(penetración)] a velocidades de flujo de 5, 10,5 y 18 pies-min⁻¹, respectivamente, y un tamaño de partículas DOP de 0,3 micras, para tres materiales diferentes. El medio de nanofibras que contiene el separador de material particulado muestra un funcionamiento sustancialmente mejorado sobre el medio de vidrio, y mejorado con respecto al medio PTFE.

15 La figura 26 muestra una reducción en la caída de presión inicial del medio de vidrio para el mismo nivel de eficiencia, utilizando el medio de nanofibras a tres velocidades de flujo diferentes. En otras palabras, la utilización del medio de nanofibras de la invención reduce la caída de presión inicial para estos medios que tienen eficiencias iniciales diferentes.

20 La figura 27 muestra el factor de calidad en función del tamaño de partículas para un medio de vidrio de 97 DOP y el equivalente de compuesto de nanofibras.

La figura 29 es un doble banco de pruebas de pulsos del medio, utilizado para desarrollar los datos de limpiabilidad por pulsos de las figuras 28a y 28b.

25 Las figuras 31a y 31b muestran una vista en sección transversal y una vista desde el lado corriente abajo del compuesto de nanofibras, después de una prueba sobre un banco de limpieza por pulsos, que muestra que las capas compuestas pueden ser limpiadas eficazmente sin daños sustanciales.

La figura 30 muestra el equipo de pruebas utilizado para comprimir el medio de nanofibras bajo una cantidad de carga conocida, utilizado para desarrollar los datos mostrados en la figura 33.

30 Las figuras 32 y 33 muestran imágenes SEM de pequeño y gran aumento, del medio de nanofibras/material particulado separador, plegado, con gasa, en una estructura compuesta. La parte mostrada en las SEM es el pliegue doblado, que muestra que el medio puede ser plegado y laminado eficazmente sin daño sustancial en la estructura.

Las figuras 34 y 35 muestran el medio de nanofibras/partículas separadoras plegado de la invención.

35 La figura 36 es una SEM de partículas atrapadas en la matriz de nanofibras. Esta muestra se ve tras haberse calentado a 230° F durante 5 minutos. La SEM muestra la clara adhesión de las partículas a las nanofibras de la tela, que indica que las partículas se fijan en la tela y no pueden ser extraídas mecánicamente sin un trastorno sustancial de la estructura compuesta.

La figura 37 es un aumento mayor de una parte de la figura 35 que muestra la excelente adhesión de las nanofibras a las partículas.

Descripción Detallada de la Invención

40 Hemos encontrado que el material particulado separador de la invención incluido en las capas de la invención, mejora sorprendentemente la característica de la filtración, incluso ocupando las capas de fibras en una gran proporción. La inclusión del material particulado separador incrementa el grosor de la capa y reduce la solidez de la fibra, ocupando al mismo tiempo una parte sustancial del volumen de la capa. A continuación se muestran resultados experimentales de matrices de partículas de nanofibras de alta eficiencia. Éstas han sido producidas añadiendo secuencialmente material particulado o nanofibras a un sustrato preexistente de alta eficiencia, o bien

45 haciendo estructuras de alta eficiencia a partir de una tela de nanofibras y partículas separadoras (material particulado) que se fabrican simultáneamente. Los datos de eficiencia y de caída de presión son evaluados frente a medios PTFE y de vidrio disponibles comercialmente, y se muestran los resultados de las pruebas subsiguientes, que incluyen la evaluación de la trazabilidad, la limpiabilidad y la plegabilidad de los medios de nanofibras de alta eficiencia.

Las nanofibras pueden ayudar a proporcionar nuevas capacidades y propiedades en la filtración de aire. Han existido dos funciones principales para las telas de nanofibras poliméricas utilizadas históricamente en aplicaciones de filtración. En primer lugar, las telas de nanofibras muy finas han sido aplicadas, a menudo, a medios de sustratos de baja eficiencia. Estos medios de sustrato tienen, habitualmente, buenas características de manipulación y son económicos, con eficiencias de filtración relativamente pobres. La adición de nanofibras a la superficie mejora la eficiencia del material de base, creando un medio compuesto con buenas propiedades de manipulación y buena eficiencia para muchas aplicaciones industriales y relacionadas con motores. Otra forma de conseguir el mismo resultado es a través de la aplicación de fibras hiladas por fusión cargadas, a la superficie del material de base. Sin embargo, puesto que la eficiencia de una tela de nanofibras se consigue a través de mecanismos de filtración puramente mecánicos, no se degradan bajo condiciones ambientales variables, tal como tiende a ocurrir con las fibras hiladas por fusión. Además, la tela de nanofibras es extremadamente fina en comparación con una capa hilada por fusión cargada, lo cual es una ventaja en muchas aplicaciones. En segundo lugar, las telas de nanofibras poliméricas han sido utilizadas para mejorar el comportamiento de carga superficial de materiales de filtración típicos. Muchos medios de filtro presentan características de carga profundas cuando son expuestos a entornos de polvo industrial. Con el paso del tiempo, la materia de partículas queda incrustada profundamente en la estructura fibrosa del medio, impidiendo finalmente un flujo de aire adecuado. Cuando se aplica una tela de nanofibras poliméricas al lado corriente arriba (sucio) de un medio de filtro, la materia de partículas queda atrapada en gran medida en la superficie de la tela de nanofibras. El comportamiento de carga superficial permite que un filtro sea limpiable a través de mecanismos estándar tales como agitación o pulsación hacia atrás. Otros materiales que presentan un comportamiento similar de carga superficial tienden a tener permeabilidades sustancialmente inferiores, tales como los medios de membrana PTFE expandida. Un medio compuesto que incluye un recubrimiento de tela fina de nanofibras poliméricas provoca un comportamiento de carga superficial en muchas aplicaciones, con permeabilidad superior a la que puede conseguirse utilizando otros materiales de carga superficial convencionales. Es bien sabido que las fibras pequeñas en el rango submicrónico, en comparación con las más grandes, proporcionan una mejor eficiencia del filtro a la misma caída de presión, en regímenes de interceptación y de impacto inercial, debido a la estructura interna y a la solidez. Para las fibras en el rango de manómetros, es necesario tener en cuenta el flujo deslizante en la superficie de las fibras. En el flujo deslizante, se asume que la velocidad del aire en la superficie de las fibras no es cero. Debido al deslizamiento en la superficie de las fibras, la fuerza de arrastre sobre una fibra es menor que en el caso sin flujo deslizante, lo que se traduce en una menor caída de presión. Por otra parte, el flujo deslizante hace que la parte de aire que fluye cerca de la superficie de la fibra sea mayor que en el caso sin flujo deslizante, lo que se traduce en más partículas desplazándose cerca de la fibra, lo que tiene como resultado mayores eficiencias de difusión, interceptación e impacto inercial (Graham y otros, *Polymeric Nanofibers in Air Filtration Applications* ("nanofibras poliméricas en aplicaciones de filtración de aire"), Fifteenth Annual Technical Conference & Expo of the American Filtration & Separations Society, Galveston, Texas, 2002).

El papel de la solidez en la filtración es más complicado, puesto que afecta tanto a la caída de presión como a la eficiencia en el mismo sentido. Cuando se incrementa la solidez, se incrementa el arrastre por unidad longitudinal de las fibras, y por tanto lo hace la eficiencia de una única fibra debido a la difusión y a la interceptación. Debe observarse que, en este caso, se consideran, para aplicaciones de alta eficiencia, solamente la difusión y la interceptación puesto que son los mecanismos dominantes cerca del tamaño de partículas más penetrante. En base a las ecuaciones citadas por R. C. Brown (1993), cuando se incrementa la solidez del medio de filtro, la caída de presión se incrementa mucho más rápidamente que la eficiencia de una sola fibra, debido a que lo hacen tanto la difusión como la interceptación. En el entorno del tamaño de las partículas más penetrantes, el factor de calidad se reduce cuando se incrementa la solidez. Un modelo matemático cuantitativo basado en ecuaciones similares confirma esta mejora. La figura 9 muestra un factor de calidad calculado en función del tamaño de las partículas, para diferentes solidez, para medios de nanofibras a 10,5 fpm. Para una descripción del factor de calidad, ver el comentario más adelante.

Debe observarse que, para partículas mucho mayores que el tamaño de partículas más penetrante, es posible que la eficiencia combinada de una única fibra debida a interceptación y a impacto inercial pueda incrementarse más rápidamente de lo que lo hace la caída de presión. Por lo tanto, el factor de calidad podría incrementarse cuando se incrementa la solidez, para partículas mucho más grandes.

Dicho esto, para la mayor parte de las aplicaciones prácticas, para conseguir una eficiencia elevada en el tamaño de las partículas más penetrantes, se deseará separar las nanofibras para reducir la solidez efectiva del medio de filtro, siempre que esto sea posible.

Las nanofibras poliméricas de alta eficiencia pueden ser fabricadas utilizando diversas tecnologías diferentes; uno de dichos procesos es el hilado electrodinámico en solución, conocido más habitualmente como electrohilado.

La tecnología de electrohilado utiliza cargas eléctricas para deformar, acelerar y alargar un volumen de solución polimérica, en una forma fibrosa. Habitualmente, la solución se mantiene mediante su tensión superficial en la punta de un capilar, y es sometida a un fuerte campo eléctrico generado entre un potencial de tierra y el volumen cargado de la solución polimérica. Tiene lugar una reducción enorme del diámetro durante la transición desde una forma de cono relativamente grande hasta una fibra, debido a la naturaleza de la inestabilidad de la curvatura del chorro, lo

que proporciona una trayectoria caótica a medida que el chorro se bate a lo largo de la línea de hilado. Escogiendo un par adecuado de polímero y solvente, pueden fabricarse fibras con diámetros en el rango de 40 a 2000 nm. Los diámetros de las fibras pueden variarse y controlarse. Puede consultarse extensamente sobre fundamentos de procesos de electrohilado y capacidades de los polímeros en la literatura científica y de patentes (ver la patente de EE.UU. número 6 743 273, de Chung y otros).

Las nanofibras en configuraciones de alta eficiencia han sido construidas fabricando estructuras de alta eficiencia a partir de nanofibras y partículas separadoras.

La capacidad de flujo de aire, que es función de la resistencia, o la caída de presión a través del filtro y la carga de partículas, se reducen a medida que se forma la masa de polvo en el filtro. Por consiguiente, con la formación de la masa de polvo se incrementa la resistencia al flujo. Puesto que habitualmente los filtros HEPA de vidrio de microfibras no se limpian, la velocidad del flujo de aire sigue reduciéndose mientras el sistema funciona. Después de que la resistencia a través del filtro alcanza un límite umbral que impide el flujo de aire adecuado, el filtro debe ser sustituido. Por estas razones, los filtros HEPA son utilizados en aplicaciones que tienen velocidades de flujo de aire bajas o que tienen concentraciones bajas de material particulado y son instalados habitualmente como el componente final, más abajo que otros dispositivos de recogida de material particulado.

Debido a su relación dimensional extremadamente elevada, habitualmente las nanofibras no se apilan unas sobre otras en capas discretas. Por el contrario, cuando la cantidad de nanofibras en un área superficial dada es muy alta, éstas tienden a fundirse entre sí y dan como resultado una estructura de tipo membrana que limita la capacidad del flujo de aire sin proporcionar niveles elevados de eficiencia con material particulado.

Hemos utilizado un material particulado separador en forma de microesferas poliméricas, en un intento de separar entre sí las capas de nanofibras. Al hacerlo, la solidez de la estructura se ha reducido y la permeabilidad al aire se ha incrementado significativamente. Además, la estructura de múltiples capas ha tenido como resultado una trayectoria sinuosa para el flujo de aire, que provoca un incremento notable en la eficiencia de captura de las partículas de amenaza.

La invención se refiere a composiciones poliméricas en forma de fibras finas tales como microfibras, nanofibras, en forma de telas de fibras, o de matrices fibrosas utilizadas con un material particulado en una estructura de filtro mejorada, única. La tela de la invención comprende una fase de fibras sustancialmente continua, y un medio de separación de las fibras dispersado en la masa de fibras. En los diversos aspectos de la invención, el medio de separación de fibras puede comprender una fase de material particulado en la tela. Las partículas pueden encontrarse sobre la superficie de la tela, en productos superficiales, o a través de espacios vacíos formados en el interior de la tela. La fase fibrosa de la tela puede formarse en una capa continua considerablemente singular, puede contenerse en diversas capas definibles separadas, o puede formarse en una masa amorfa de fibras con fases de inclusión de material particulado a través de la tela, que forman aleatoriamente de espacios de inclusión en torno al material particulado y a las superficies internas de la tela. El material particulado tiene una dimensión principal de menos de unas 200 micras, y habitualmente está comprendido entre 0,05 y 100 micras, o entre 0,1 y 70 micras. En la capa de fibras finas sustancialmente continua, la capa tiene un grosor de aproximadamente 0,5 a 500 micras, de aproximadamente 1 a 250 micras, o de aproximadamente 2 a 200 micras. En la capa, hay un medio separador dispersado en la fibra, que comprende un material particulado con un tamaño de partículas de aproximadamente 0,25 a 200 micras, de aproximadamente 0,5 a 200 micras, de aproximadamente 1 a 200 micras, de aproximadamente 10 a 200, o de aproximadamente 25 a 200 micras. Las partículas están dispersadas a través de la fibra en la capa. El material particulado está presente en una cantidad de aproximadamente el 0,1 al 50% en volumen, de aproximadamente el 0,5 al 50% en volumen, de aproximadamente el 10 al 50% en volumen. La fibra tiene un diámetro de aproximadamente 0,0001 hasta aproximadamente 2 micras, y la capa tiene una solidez de fibras finas de aproximadamente el 0,1 al 50%, de aproximadamente el 0,5 al 30%; o de aproximadamente el 1 al 20%.

El material particulado puede adoptar diversas formas geométricas regulares, o estructuras amorfas. Dichas formas pueden incluir formas amorfas o aleatorias, aglomerados, esferas, discos, óvalos, óvalos extendidos, formas cruciformes, varillas, varillas huecas o cilindros, barras, formas cruciformes tridimensionales con múltiples formas de material particulado extendiéndose en el espacio, esferas huecas, formas no regulares, cubos, y prismas sólidos de diversas caras, esquinas y volúmenes interiores. La relación dimensional de las partículas separadoras no esféricas (la relación de la dimensión menor de la partícula frente a la dimensión mayor) de la invención, puede variar desde aproximadamente 1:2 hasta aproximadamente 1:10, preferentemente entre aproximadamente 1:2 y aproximadamente 1:10.

La utilización de las partículas en la capa o matriz de fibras incrementa la separación promedio entre fibras, mejora el flujo de fluido a través de la masa de fibras e incrementa la eficiencia. Los materiales poliméricos de la invención comprenden una composición que tiene propiedades físicas que proporcionan permeabilidad, eficiencia y vida útil mejoradas, en la estructura de filtro única.

Tal como se ha discutido anteriormente, las partículas del medio de separación de la invención pueden ser sustancialmente inertes, tanto a la fase móvil como a la fase de partículas arrastradas.

La fase de partículas del medio de separación de la invención puede contener una mezcla de partículas inertes a la fase móvil y a los contaminantes arrastrados, y partículas que son interactivas o reactivas con la fase móvil o con la fase de partículas arrastradas. Estos materiales pueden mezclarse en cualquier proporción que sea satisfactoria para la invención. Sin embargo, habitualmente dicho material particulado está presente para obtener la fase de material particulado en la tela, que tiene como resultado las propiedades de filtración mejoradas de las telas de la invención. En un aspecto de la invención, la tela preferida contiene partículas que son inertes a la fase móvil o a los materiales contaminantes arrastrados. Dichos materiales inertes simplemente introducen en la tela propiedades de filtración mejoradas y evitan cualquier interacción con la fase móvil o con la fase de partículas arrastradas.

La invención se refiere a un medio de fibras finas de múltiples capas con propiedades de filtración mejoradas, que puede ser utilizado en diversas aplicaciones que incluyen filtración de fluido de flujos de aire, de otros flujos gaseosos y de líquidos acuosos y no acuosos. Las capas fibrosas con fibras en una estructura de filtro pueden tener una eficiencia de filtración elevada, puesto que el tamaño de poro en el interior de la capa de fibras puede alcanzar tamaños de poro pequeños. Las partículas ayudan a mantener pequeño el tamaño del poro, pero incrementan el flujo a través de la capa o capas de filtro. Los métodos de procesamiento y fabricación del medio de filtro pueden conseguir un tamaño de poro definido, generalmente, con una fibra de filtro definida. La densidad de la fibra en la estructura de filtro no puede exceder cierto límite sin afectar de manera adversa a la permeabilidad. En dichas aplicaciones, la fibra no puede exceder cierto diámetro sin tener como resultado una limitación sustancial del flujo de fluido, que reduce la permeabilidad.

Las partículas del medio de separación de fibras tienen forma de esfera, de fibra u otra forma geométrica con un tamaño mayor que el diámetro de la fibra. La relación entre la dimensión principal de las partículas de separación de las fibras y el diámetro de la estructura de las fibras está entre aproximadamente 2 y aproximadamente 10 000:1 o entre aproximadamente 10 y 1000:1. La tela tiene como resultado un camino para el fluido filtrado, que es sinuoso y que pasa a través de cada capa en la matriz de filtro. Dicho camino sinuoso minimiza la limitación del flujo de fluido (incrementa la permeabilidad) pero no reduce la eficiencia del medio gracias a que se obliga al fluido a seguir un patrón de flujo complejo y, por lo tanto, a pasar a través de gran número de estructuras porosas restrictivas. Como resultado, la carga contaminante en el fluido móvil es extraída eficientemente del flujo de fluido, mientras que el fluido experimenta poca o ninguna limitación (permeabilidad reducida) cuando el filtro extrae la carga de partículas. Las partículas extraídas permanecen en el interior del volumen del medio de filtro.

La tela gruesa puede tener como resultado una masa de fibras con durabilidad mejorada. Dicha durabilidad mejorada puede reducir las fugas resultantes de daños en la capa. La capa engrosada con el material particulado separador puede exponerse a condiciones más duras sin provocar fugas. El incremento de la capa puede absorber daños sobre una superficie de impacto exterior de la capa y seguir manteniendo, a través de la profundidad de la capa, fibra intacta que reduce las fugas. En un medio de carga superficial más fino, cualquier daño sustancial a las fibras de carga superficiales puede tener como resultado una fuga no deseable.

El material particulado separador de la invención puede fabricarse de materiales tanto orgánicos como inorgánicos. El material particulado que es no interactivo con el fluido móvil o con la fase de partículas arrastradas, comprende tanto materiales orgánicos como inorgánicos. Los materiales particulados orgánicos pueden fabricarse de copolímeros de estireno o poliestireno, nailon o copolímeros de nailon, polímeros de poliolefinas que incluyen polietileno, polipropileno, etileno, copolímeros de olefinas, copolímeros de propileno-olefina, polímeros acrílicos y copolímeros que incluyen polimetilmetacrilato, y poliácridonitrilo. Además, el material particulado puede comprender materiales celulósicos y esferas derivadas de celulosa. Dichas esferas pueden fabricarse de celulosa o de derivados de celulosa tales como metilcelulosa, etilcelulosa, hidroximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, y otros. Además, las partículas pueden comprender talco, arcilla, silicato, dióxido de silicio fundido, esferas de vidrio, esferas de cerámica, partículas metálicas, óxidos metálicos, etcétera.

La invención puede utilizar tanto materiales oligoméricos, de moléculas pequeñas, como materiales poliméricos. Las moléculas pequeñas tienen habitualmente pesos moleculares menores de aproximadamente 500, están habitualmente constituidas de una única unidad molecular identificable, y habitualmente las unidades no se repiten en la estructura molecular. Las estructuras de oligómeros tienen habitualmente pesos moleculares algo mayores, pero habitualmente tienen de 2 a 10 unidades moleculares repetitivas en una estructura. Habitualmente, las unidades poliméricas tienen pesos moleculares sustancialmente mayores, y habitualmente tienen bastante más de 10 unidades repetitivas en una estructura polimérica. La diferenciación entre estructuras oligoméricas y poliméricas no siempre está clara, si bien, a medida que se incrementa el número de unidades repetitivas en la estructura, el material tiende a ser de naturaleza más de tipo polimérico.

Las partículas pueden ser monodispersas o polidispersas. En el material particulado monodisperso, la mayor parte de las partículas son de diámetro similar en la dimensión principal. Por ejemplo, un ejemplo de material particulado monodisperso tiene del 80% al 90% del material particulado dentro de aproximadamente $0,8 \pm 0,5$ micras, o de

aproximadamente $1 \pm 0,25$ micras. En un material polidisperso, el material particulado tiene una parte sustancial de las partículas con diámetros diferentes. Un material polidisperso podría ser una mezcla de dos materiales mododispersos, o un material con una cantidad sustancial de material particulado presente a través de un rango amplio de (por ejemplo) 0,01 a 10 micras.

- 5 Las esferas u otras formas pueden ser de diversas formas físicas que incluyen formas macizas y huecas. El material particulado separador puede tener una estructura con forma esférica, sustancialmente esférica o ligeramente ovalada. Las esferas pueden ser macizas o pueden tener un volumen interno sustancialmente vacío. El grosor de la corteza de la esfera puede variar entre aproximadamente 0,05 y aproximadamente 500 micras, mientras que la esfera puede variar entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 5000 micras. Otras estructuras circulares que
10 pueden ser utilizadas incluyen simples estructuras toroidales, espirales o helicoidales, o estructuras de cadena de tipo eslabones entrelazados.

- El material particulado separador de la invención puede comprender, asimismo, una estructura de tipo fibras con una longitud y diámetro predeterminados. La relación dimensional de una fibra de este tipo está habitualmente entre aproximadamente 1 y aproximadamente 10:1, teniendo un diámetro de las fibras que es típicamente mayor que el de las fibras finas de la estructura. La proporción de los diámetros de las fibras del material particulado separador frente a las fibras finas, está habitualmente entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 5000:1. Pueden utilizarse diversas formas regulares diferentes que incluyen estructuras cilíndricas, cilíndricas huecas, cruciformes, estructuras cruciformes tridimensionales, estructuras de viga en I, y otras. Asimismo, el material particulado separador puede ser de forma irregular, de tal manera que el material particulado tiene dimensiones principal y secundaria relativamente bien definidas, pero tiene una superficie exterior que es de naturaleza sustancialmente irregular. Muchos materiales particulados inorgánicos y orgánicos amorfos pueden tener una forma irregular, pero pueden tener un tamaño que puede proporcionar la propiedad de separación del material particulado. Dependiendo de la forma física y de la naturaleza química de las esferas, las dimensiones de las esferas pueden ser manipuladas mediante un proceso secundario tal como hinchamiento con solvente, expansión térmica, cambios de porosidad, etcétera. Las
15 microesferas disponibles en Expancel® pueden ser tratadas térmicamente para expandir tremendamente el volumen de las microesferas. Pueden fabricarse medios compuestos de fibras finas y microesferas de acuerdo con esta invención y después, tras un tratamiento secundario (no limitado a calor), la estructura del medio compuesto puede afinarse de manera controlada, por ejemplo, en el caso de Expancel®, dependiendo del nivel de calor aplicado y de la temperatura, se puede controlar el grado de expansión de las microesferas. Por ejemplo, expandiendo las
20 microesferas, pueden incrementarse el grosor y la altura de la estructura y, de ese modo, pueden modificarse de manera deseada las propiedades de filtración. Debe entenderse que dichos cambios en la naturaleza física de las microesferas deben ser aceptados por la elasticidad de las fibras finas, que se estiraría en el caso de expansión de las microesferas. Dependiendo de la reversibilidad del cambio en las microesferas, se pueden asimismo crear estructuras altas y a continuación colapsar/contraer la estructura para crear estructuras de filtración densas/compactas.
25
30
35

- La estructura del filtro de la invención se realiza típicamente mediante la formación de la capa de fibras utilizando un proceso de formación de fibras. El proceso de formación de fibras implica hacer pasar una composición que comprende el polímero y el material particulado separador, a través de una unidad de procesamiento, lo que tiene como resultado una capa fina de fibras que comprende fibras finas y el material particulado separador. Pueden utilizarse diversos procesos que incluyen, de forma no limitativa, electrohilado, hilado por fusión, extrusión y otros, siempre que se realice un filtro de las dimensiones correctas. Las tecnologías pueden complementarse con la utilización de campos eléctricos, gases presurizados, etc. para crear estructuras por capas de las dimensiones apropiadas. En una aplicación, el polímero utilizado en la fabricación de las fibras finas puede disolverse en un solvente apropiado y combinarse con una cantidad apropiada de material particulado separador dispersado en la solución. En dichas soluciones poliméricas, la cantidad de polímero es de aproximadamente el 20 al 80% en peso, o de aproximadamente del 25 al 75% en peso, y la cantidad de material particulado es de aproximadamente el 80 al 20% en peso, o de aproximadamente el 75 al 25% en peso, en base a la solución. A continuación, una solución semejante de polímero y material particulado disperso puede conformarse en fibras utilizando procesos conocidos. Cuando se utiliza una solución polimérica, se selecciona un material particulado que no sea sustancialmente soluble en el solvente. Habitualmente, se seleccionan solventes para disolver el polímero pero no el material particulado. Los solventes pueden incluir agua, alcoholes inferiores, solventes clorados, DMF, acetona, hidrocarburos, DMSO y otros solventes conocidos. Un proceso preferido de formación de fibras comprende un proceso de electrohilado, que tiene como resultado una capa de fibras finas del diámetro de fibras, la permeabilidad y la eficiencia apropiadas, que contiene el material particulado separador de la invención.
40
45
50

- 55 Los materiales poliméricos que pueden ser utilizados en las composiciones poliméricas de la invención incluyen tanto materiales poliméricos de adición como materiales poliméricos por condensación tales como poliolefina, poliacetal, poliamida, poliéster, éter y éster de celulosa, sulfuro de polialquileño, óxido de poliarileno, polisulfona, polímeros de polisulfona modificados y mezclas de los mismos. Los materiales preferidos que caen dentro de estas clases genéricas incluyen polietileno, polipropileno, cloruro de polivinilo, polimetilmetacrilato (y otras resinas acrílicas), poliestireno, y copolímeros de los mismos (que incluyen copolímeros de bloque de tipo ABA), fluoruro de polivinilideno, cloruro de polivinilideno, alcohol polivinílico en varios grados de hidrólisis (87% a 99,5%) en formas
60

reticulada y no reticulada. Los polímeros de adición preferidos tienden a ser vidriosos (a T_g mayor que la temperatura ambiente). Éste es el caso para el cloruro de polivinilo y el polimetilmetacrilato, composiciones poliméricas de poliestireno o aleaciones, o bajos en cristalinidad, para el fluoruro de polivinilideno y alcohol polivinílico. Una clase de materiales de condensación de poliamida son los materiales de nailon. El término "nailon" es un nombre genérico para todas las poliamidas sintéticas de cadena larga. Habitualmente, la nomenclatura del nailon incluye una serie de números, tal como en nailon-6,6, que indican una diamina C_6 y un diácido C_6 (el primer dígito indica una diamina C_6 y el segundo dígito indica un compuesto de ácido dicarboxílico C_6). Puede fabricarse otro nailon mediante la policondensación de epsilon-caprolactama (C_6) (u otras lactamas C_{6-12}) en presencia de una pequeña cantidad de agua. La reacción forma un nailon-6 (fabricado de una lactama cíclica - conocida asimismo como ácido epsilon-aminocaproico), que es una poliamida lineal. Además, se contemplan asimismo los copolímeros de nailon. Los copolímeros pueden fabricarse combinando varios compuestos de diamina, varios compuestos de diácido y varias estructuras de lactama cíclica en una mezcla de reacción, y formando a continuación el nailon con materiales monoméricos posicionados aleatoriamente, en una estructura de poliamida. Por ejemplo, un material de nailon 6,6-6,10 es un nailon fabricado de diamina de hexametileno y una mezcla C_6 y C_{10} de diácidos. Un nailon 6-6,6-6,10 es un nailon fabricado mediante copolimerización de ácido epsilon-aminocaproico, diamina de hexametileno y una mezcla de un material diácido C_{10} y un C_6 .

Los copolímeros de bloque son útiles asimismo en el proceso esta invención. Con dichos copolímeros, es importante la elección del agente de hinchamiento con solvente. El solvente seleccionado es tal que ambos bloques son solubles en el solvente. Un ejemplo es un polímero ABA (estireno-EP-estireno) ó AB (estireno-EP) en solvente de cloruro de metileno. Si un componente no es soluble en el solvente, formará un gel. Ejemplos de dichos copolímeros de bloques son poli(estireno-co-butadieno) y poli(estireno-co-butadieno hidrogenado(etileno-co-propileno)) de tipo Kraton®, e-caprolactama-co-óxido de etileno de tipo Pebax®, poliéster-co-óxido de etileno Sympatex® y poliuretanos de óxido de etileno e isocianatos.

La adición de polímeros tales como fluoruro de polivinilideno, poliestireno sindiotáctico, copolímero de fluoruro de vinilideno y hexafluoropropileno, alcohol polivinílico, acetato de polivinilo, polímeros de adición amorfos, tales como poliacrilonitrilo y sus copolímeros con ácido acrílico y metacrilatos, poliestireno, cloruro de polivinilo y sus diversos copolímeros, metacrilato de polimetilo y sus diversos copolímeros, pueden ser hilados en solución con relativa facilidad gracias a que son solubles a presiones y temperaturas bajas. Sin embargo, polímeros altamente cristalinos tales como polietileno y polipropileno, requieren un solvente a temperatura elevada y presión elevada para ser hilados en solución. Por lo tanto, el hilado en solución del polietileno y el polipropileno es muy difícil. El hilado en solución electrostática es un método de fabricación de nanofibras y microfibras.

Asimismo, hemos encontrado una ventaja sustancial en la formación de composiciones poliméricas que comprenden dos o varios materiales poliméricos en una mezcla polimérica, en formato de aleación o en una estructura reticulada químicamente ligada. Creemos que dichas composiciones poliméricas mejoran las propiedades físicas cambiando los atributos poliméricos, así como mejorando la flexibilidad de la cadena polimérica o la movilidad de la cadena, incrementando el peso molecular global y proporcionando refuerzo a través de la formación de redes de materiales poliméricos.

En una realización de este concepto, pueden mezclarse dos materiales poliméricos relacionados para conseguir propiedades beneficiosas. Por ejemplo, un cloruro de polivinilo de peso molecular elevado puede mezclarse con un cloruro de polivinilo de bajo peso molecular. Análogamente, un material de nailon de alto peso molecular puede mezclarse con un material de nailon de bajo peso molecular. Además, pueden mezclarse especies diferentes de un género polimérico. Por ejemplo, un material de estireno de peso molecular elevado puede mezclarse con un poliestireno de alta resistencia al impacto, de peso molecular bajo. Un material de nailon-6 puede mezclarse con un copolímero de nailon, tal como un copolímero de nailon-6; 6,6; 6,10. Además, un alcohol polivinílico con un grado de hidrólisis bajo tal como un alcohol polivinílico hidrolizado al 87%, puede mezclarse con un alcohol polivinílico superhidrolizado con un grado de hidrólisis entre el 98 y el 99,9%. Todos estos materiales mezclados pueden ser reticulados utilizando mecanismos apropiados de reticulación. Los nailons pueden ser reticulados utilizando agentes de reticulación que son reactivos con el átomo de nitrógeno en el enlace amida. Los materiales de alcohol polivinílico pueden ser reticulados utilizando materiales reactivos al hidroxilo tales como monoaldehídos, tal como el formaldehído, ureas, resina de melanina-formaldehído y sus análogos, ácidos bóricos y otros compuestos inorgánicos dialdehídos, antiácidos, uretano, epoxis y otros agentes de reticulación conocidos. La tecnología de reticulación es un fenómeno bien conocido y comprendido, en el cual un agente de reticulación reacciona y forma enlaces covalentes entre cadenas poliméricas para mejorar sustancialmente el peso molecular, la resistencia química, la fortaleza global y la resistencia a la degradación mecánica.

Hemos encontrado que los materiales aditivos pueden mejorar significativamente las propiedades de los materiales poliméricos en forma de fibras finas. La resistencia a los efectos del calor, la humedad, el impacto, la tensión mecánica u otros efectos ambientales negativos, puede mejorarse sustancialmente mediante la presencia de materiales aditivos. Hemos encontrado que mientras se procesan los materiales de microfibras de la invención, los materiales aditivos pueden mejorar el carácter oleofóbico, el carácter hidrófobo y parecen ayudar a mejorar la estabilidad química de los materiales. Creemos que las fibras finas de la invención en forma de microfibra, son

mejoradas por la presencia de estos aditivos oleofóbicos e hidrófobos, puesto que estos aditivos forman un recubrimiento de capa protectora, una superficie ablativa o penetran en la superficie a cierta profundidad para mejorar la naturaleza del material polimérico. Creemos que las características importantes de estos materiales son la presencia de un grupo fuertemente hidrófobo que, preferentemente, puede tener asimismo un carácter oleofóbico.

Los grupos fuertemente hidrófobos incluyen grupos de fluorocarbono, agentes tensoactivos o bloques de hidrocarburos hidrófobos y composiciones oligoméricas sustancialmente de hidrocarburos. Estos materiales son fabricados en composiciones que tienen una parte de la molécula que tiende a ser compatible con el material polimérico, que proporciona habitualmente una asociación o enlace físico con el polímero, mientras que el grupo fuertemente hidrófobo u oleofóbico, como resultado de la asociación del aditivo con el polímero, forma una capa superficial protectora que reside en la superficie o que pasa a una aleación, o a mezclarse, con las capas superficiales de polímero. El aditivo puede utilizarse en una cantidad del 1% al 25% en peso total en la fibra. Para una fibra de 0,2 micras con un nivel de aditivo del 10%, se calcula que el grosor superficial será de aproximadamente 50 Å, si el aditivo ha migrado hacia la superficie. Se cree que la migración se produce debido a la naturaleza incompatible de los grupos oleofóbico o hidrófobo del material bruto. Para un recubrimiento protector parece razonable un grosor de 50 Å. Para una fibra de 0,05 micras de diámetro, un grosor de 50 Å corresponde al 20% de la masa. Para una fibra de 2 micras, un grosor de 50 Å corresponde al 2% de la masa. Los materiales aditivos se utilizan, preferentemente, en una cantidad de aproximadamente el 2 al 25% en peso. El grosor superficial útil puede variar entre 10 Å y 150 Å. Los aditivos oligoméricos que pueden ser utilizados en combinación con los materiales poliméricos de la invención incluyen oligómeros con un peso molecular de aproximadamente 500 a aproximadamente 5000, preferentemente de aproximadamente 500 a aproximadamente 3000, que incluyen fluoroquímicos, agentes tensoactivos no iónicos, y oligómeros o resinas de bajo peso molecular. Se prefieren los materiales no iónicos.

Materiales útiles para utilizar como material aditivo en las composiciones de la invención son los oligómeros de butilfenol terciario. Dichos materiales tienden a ser resinas fenólicas aromáticas de peso molecular relativamente bajo. Dichas resinas son polímeros metálicos preparados por acoplamiento oxidativo enzimático. La ausencia de puentes de metileno tiene como resultado una estabilidad química y física únicas. Estas resinas fenólicas pueden ser reticuladas con varias aminas y epoxis, y son compatibles con diversos materiales poliméricos.

Existe una variedad extremadamente amplia de sustratos de medios de filtro fibrosos para diferentes aplicaciones. Las nanofibras y microfibras duraderas descritas en esta invención pueden ser añadidas a cualquiera de los sustratos de medios. Las fibras descritas en esta invención pueden ser utilizadas asimismo como sustitutos para componentes de fibras de estos sustratos de medios existentes, proporcionando la ventaja significativa de un rendimiento mejorado (eficiencia mejorada y/o caída de presión reducida) debido a su diámetro pequeño, representando al mismo tiempo una mayor durabilidad.

En el hilado de fibras finas se incluye un depósito que está lleno del material particulado seleccionado, de polímero de fibras finas y de solvente. Un emisor o disposición de emisión de tipo giratorio contacta con la solución polimérica. Generalmente, el emisor consiste en una parte giratoria que obtiene del depósito la solución polimérica y, a medida que rota en el campo electrostático, una gota de la solución es extraída del emisor y acelerada por el campo electrostático hacia el medio colector.

Frente al emisor pero separada del mismo, hay una rejilla sustancialmente plana sobre la cual se sitúa el sustrato del medio colector (es decir, sustrato o sustrato combinado). Puede aspirarse aire a través de la rejilla para mantener el medio en su posición. El medio colector es situado sobre la rejilla, y entre la rejilla y la solución polimérica. Se mantiene un potencial electrostático de alta tensión entre el emisor y la rejilla mediante una fuente de tensión electrostática adecuada, y conexiones a la rejilla y al emisor. Específicamente, el potencial electrostático entre la rejilla y el emisor imparte una carga al material, que provoca la emisión de líquido desde el mismo, como fibras finas. El material particulado húmedo fino, que contiene fibras, es extraído hacia la rejilla, en la que se recoge el sustrato colocado sobre la rejilla. En el caso del polímero y material particulado dispersados en la solución, el solvente se evapora de las fibras durante su vuelo a la rejilla; por lo tanto, las fibras llegan al sustrato conteniendo una cantidad reducida de solvente y se secan sobre el sustrato. Las fibras finas húmedas se unen a las fibras del sustrato al entrar en contacto. La intensidad del campo electrostático se selecciona para asegurar que, cuando el material polimérico es acelerado desde el emisor hacia el medio colector, la aceleración es suficiente para entregar el material en una microfibra muy fina o estructura de nanofibras. Variar (reducir o incrementar) la velocidad de avance de la superficie colectora puede depositar sobre el medio de formación más o menos fibras emitidas, permitiendo de ese modo un control del grosor de cada capa depositada sobre el mismo.

La fibra es hilada y la solución polimérica es electrohilada de la manera descrita en la patente de EE. UU. número 4 650 516, de Barris, y en la patente de EE. UU. número 6 743 273, de Chung y otros. La viscosidad de la solución polimérica tiende a incrementarse con el tiempo. Es bien sabido que la viscosidad polimérica tiene una gran influencia en la determinación de los tamaños de las fibras. Por lo tanto, es difícil controlar el proceso de fabricación continua a escala comercial.

Descripción Detallada de las Figuras

- Las figuras 1 a 3, 10 a 13, 14 y 15, 31a hasta 33, 38 y 39, 42 y 43 muestran el medio de nanofibras que contiene el material particulado separador en el interior de la estructura de tela de nanofibras. Las figuras muestran que la nanofibra forma una capa que tiene un grosor, con el grosor lleno de una concentración bastante uniforme del material particulado separador en el interior de la capa de nanofibras. En las figuras, se muestra el medio en conjunto 10 que contiene el material particulado separador 11, y la tela 12 en la que el material particulado separador está entrelazado, adherido y fijado en su posición formando una estructura compuesta de material particulado separador, mecánicamente estable.
- La figura 1 muestra la capa superficial del medio de filtración mejorado de la invención. En la capa superficial, 10 comprende la malla entrecruzada de la fibra con el material particulado disperso a través de la misma. En el medio 10 de filtro hay partículas 11 con un diámetro de unas 5 micras, partículas 12 con un diámetro mayor de unas 9,4 micras, y además otras partículas con un diámetro de unas 7 micras. La capa superficial 13 es una capa formada a partir de las fibras finas en una malla entrecruzada. Las fibras finas tienen un diámetro de fibra de unas 0,25 micras. El tamaño de poro 14 de la capa superficial formada de las fibras finas entrecruzadas, tal como se ilustra en la capa, tiene un tamaño efectivo de unas 2,3 micras. Dichos tamaños de poro efectivos se crean cuando la fibra 15 forma la malla entrelazada en los puntos de intersección 16.
- La figura 2 es una vista lateral del medio de la invención. En la figura 2, el medio 20 tiene una capa superficial 21 fabricada de una malla apretada de las fibras finas, con un tamaño de poro efectivo de aproximadamente 1 micra. El medio 20 en capas comprende capas internas adicionales 22, 23 formadas en el interior del medio, que se mantienen como estructuras separadas utilizando el material 24 de partículas, tal como se muestra en la figura.
- La figura 3 es una vista aumentada de una parte de la figura 2. La parte aumentada ilustra capas internas 31, 32 y 33 que están formadas, por lo menos en parte, como resultado de la inclusión del material particulado 34, 35 y 36. Como resultado de la estructura en capas del medio 30, se obliga al fluido móvil a pasar a través de un camino sinuoso desde el lado de incidencia al lado de salida.
- Las figuras 4a y 4b son esquemas del equipo de hilado de la invención.
- La figura 5 es una fotomicrografía que muestra un material particulado del medio de separación de fibras, en el interior de la tela de fibras. En la figura 5, la tela fibrosa 51 se muestra cubriendo una serie de partículas 52, 53 y 54 formadas en el interior de vacíos dentro de la tela de fibras 55, 56 y 57. Se muestra la superficie 58 de la fibra. La tela de fibras está formada de una tela no tejida compuesta de fibras 59, 60 y 61.
- La figura 6 es una vista en planta de la superficie de la tela fibrosa 60, similar a la superficie 58 de la figura 5. En la figura 6 pueden verse diversas partículas 61, 62 y 63 sobre la superficie 60 y por debajo de la misma. Adicionalmente, puede verse un vacío 64 rodeado por el borde 65, que revela una partícula 66 en reposo sobre una tela 67. La tela 67 es un aspecto redundante de la invención, que asegura que ningún defecto en la tela 60 pueda provocar una estructura defectuosa en el medio en su conjunto, puesto que la presencia de la tela 67 mantiene la integridad de la filtración.
- La figura 7a es un histograma que muestra la variación del tamaño de partículas, para las partículas en la fotomicrografía, ver la figura 6. Cada barra en el gráfico representa el número relativo de partículas en cada rango, hasta diez micras, de diez a veinte micras, etcétera. Para este experimento, la mayor parte de las partículas parecen estar entre 20 y 50 micras.
- La figura 7b contiene los datos de distribución del tamaño de partículas, en las partículas mostradas en las fotomicrografías; ver las figuras 10 a 13, y 14 y 15.
- Las figuras 8 y 9 son representaciones gráficas de la función de la solidez en la filtración. La solidez puede afectar tanto a la caída de presión como a la eficiencia. Cuando se incrementa la solidez, se incrementa el arrastre por unidad de longitud de fibra, habitualmente de manera proporcional. Se incrementa asimismo la eficiencia de la fibra única debido a la difusión en la intercepción. Las figuras 8 y 9 muestran el factor de calidad para diversas partículas a diversas solideces, y muestran las excelentes características de filtración a través de todo el rango de solideces para el material particulado modelizado. La figura 9 es un conjunto de datos calculado, mientras que en la figura 8 representa parámetros medidos reales.
- Las figuras 10 a 13 muestran el medio del material particulado separador de nanofibras de la invención, combinado con un sustrato no tejido. Las figuras 10 a 13 muestran el medio 14 que comprende la capa de nanofibras que contiene el material particulado separador 11 y la tela de nanofibras 12, todos formados sobre un sustrato 13 no tejido. Las micrografías por microscopio de barrido electrónico (SEM, Scanning Electron Microscope) muestran la construcción del medio de nanofibras/partículas separadoras de varias muestras. La figura 10 es una imagen, en

sección transversal, de una construcción más fina en comparación con la de la figura 11 en el lado derecho. Variando el grosor del medio somos capaces de modificar consistentemente la característica de eficiencia/caída de presión de la estructura. Tal como puede verse, las muestras parecen ser de grosor uniforme en el área muestreada. Las fibras del sustrato pueden verse en las partes inferiores de ambas imágenes. La figura 12 muestra el compuesto desde el lado inferior, en donde las fibras del sustrato son visibles claramente en primer plano. A partir de esta imagen puede verse que las partículas separadoras están estrechamente unidas en el interior de la matriz de nanofibras, y que la superficie de fibras del sustrato carece de partículas que puedan actuar como contaminante. La figura 13 muestra el compuesto montado en la orientación en que es visible la vista superior. Y está muy claro que las partículas separadoras están, asimismo, muy bien unidas en la parte corriente arriba del medio.

La figura 14 es una vista en sección transversal muy próxima, del compuesto, en la que se pueden ver muy claramente las nanofibras dentro de la profundidad del compuesto. En buena medida, son estas fibras y el espacio intersticial creado en el interior de las mismas, lo que fomenta la alta eficiencia de la estructura. A partir de esta vista en aumento, puede verse asimismo que parte de las partículas aparecen suspendidas en el aire mediante su acoplamiento a una sola fibra, lo que nos dice mucho sobre la tenacidad de las fibras.

La figura 29 muestra el equipo de prueba utilizado para generar los datos mostrados en las figuras 28a y 28b. En la figura, el aparato 20 de prueba en su conjunto comprende un sistema 21 de alimentación de polvo, un filtro de entrada 22, una cámara 23 para el flujo de aire uniforme, una posición de las muestras del medio para el medio 24 de prueba, un transductor o detector de presión para determinar la caída de presión a través de la muestra, un receptor 26 de aire comprimido y una válvula de pulsos 27 para aplicar el aire de limpieza por pulsos inversos con objeto de determinar la limpiabilidad y la vida útil del filtro, un transductor de presión corriente abajo 25 para determinar la caída de presión sobre el orificio calibrado 30 del caudalímetro estándar y una bomba final 29.

La figura 30 muestra la configuración utilizada para comprimir el medio de nanofibras bajo una cantidad conocida de carga, para las pruebas de compresión mostradas en los datos de la figura 33. La estructura de la prueba utiliza un peso 40 de unas 4,5, 19,1 y 47,4 libras en pruebas respectivas, una placa superior 41 utilizada para distribuir la fuerza de compresión total, la muestra a verificar 42 con el lado de la gasa sobre la placa inferior 44, y un forro antiadherente situado entre la placa superior 41 y la muestra con gasa 42, estando soportada la estructura completa mediante la placa inferior 44.

Las figuras 36 y 37 muestran el aspecto de adhesión de la invención, en el que la tela de nanofibras está adherida al material particulado separador de la estructura compuesta. En particular, la figura 37 muestra el material particulado separador 11 entrelazado en la tela 12 de nanofibras. En particular, la figura 37 muestra que los tramos de la estructura de tela de nanofibras están adheridos al material particulado separador en una proporción sustancial del área de contacto entre el material particulado y las nanofibras, lo que tiene como resultado las partículas atrapadas de manera estable en el interior de la tela de nanofibras.

La tela de la invención que comprende una fase fibrosa y una fase de material particulado, es habitualmente una tela no tejida que puede tener diversos usos finales. Un uso final particularmente importante de las telas de la invención es para operaciones de filtración de propósito general. En dichas operaciones, se hace pasar una fase fluida móvil a través de la tela, con el propósito de extraer sustancialmente de la fase móvil una carga de material particulado en la fase móvil. En la operación de la invención, la tela de la invención actúa como un medio "profundo" que acumula en el interior de la tela la fase de partículas arrastradas, y separa físicamente la fase de partículas respecto de la fase móvil, a medida que ésta se desplaza a través de la tela permeable. Las telas de la invención pueden ser aplicadas a muchos otros usos finales, incluyendo capas de aislamiento. Dichas capas de aislamiento pueden incluir aislamiento térmico, aislamiento acústico o aislamiento eléctrico. Asimismo, las telas pueden ser utilizadas como geotextiles, separadores de baterías, capas de membrana, capas de cultivo de células, sustratos de implante de tejidos, vendajes, aplicaciones para la cura de heridas, componentes de materiales de higiene, y como recubrimientos de papel.

Experimental

Las microesferas de nailon utilizadas en los ejemplos 2, 4, 6, 8 y 9 hasta 13 fueron dispersadas en la matriz de nanofibras utilizando un sistema desfloculador, en el que las microesferas fueron alimentadas al desfloculador utilizando un alimentador de partículas en seco (dosificador de hélice) con controles electrónicos sobre la velocidad de salida de las partículas. Este alimentador de partículas fue colocado en una balanza de tipo industrial con una precisión de unos 5 g, y de este modo la cantidad de microesferas descargadas desde el alimentador al desfloculador fue registrada como la pérdida obtenida en la lectura de la balanza. Este sistema nos proporcionó la capacidad de controlar y leer en directo la emisión de microesferas. La parte de desfloculador y deposición del sistema consistió en un desfloculador, en donde aspiró aire comprimido al desfloculador para abrir cualquier aglomeración de partículas y forzarlas a salir de la tobera a gran velocidad. La trayectoria de las microesferas se controló utilizando una tobera posterior al desfloculador, que desvió las microesferas en una geometría de deposición predefinida. En este caso, la anchura de la deposición de partículas fue de unas 12 pulgadas y la abertura de la tobera fue de aproximadamente 1 pulgada.

Las partículas utilizadas en los ejemplos 2, 4, 6, 8 y 9 hasta 13 fueron obtenidas de Kobo Products, Inc., South Plainfield, Nueva Jersey. El producto está identificado como SP-500, el cual se compone de microesferas poliméricas de nailon 12. La distribución del tamaño de las partículas fue analizada utilizando un analizador del tamaño de las partículas por difracción láser Beckman Coulter LS 13320. Fue dispersada una pequeña cantidad de polvo con una pequeña cantidad de alcohol isopropílico y agua. A continuación, la muestra fue sometida a ultrasonidos durante 10 a 15 segundos y pasada por el analizador por difracción láser, con agua como solvente. El índice de refracción de 1,53 fue proporcionado por el fabricante, y utilizado en el análisis. El polvo tuvo un tamaño medio de 3,915 micras. La distribución del tamaño de partículas se presenta en la figura 7b.

En este caso, hubo dos soluciones diferentes de polímeros, que fueron electrohiladas simultáneamente. Para esto, se utilizaron cuatro estaciones de electrohilado diferentes, tal como se muestra en las figuras 4a y 4b. Las estaciones 1 y 4 electrohilaban utilizando la mezcla de solución polimérica, mientras que las estaciones 2 y 3 electrohilaban utilizando una solución de nailon. La razón por la cual el sistema fue concebido en esta configuración, fue el hecho de que para contactar con las microesferas se prefieren las fibras electrohiladas a partir de la mezcla de solución polimérica, debido a que estas fibras tienen una superficie pegajosa y, por lo tanto, la adhesión de la fibra a la microesfera es mejor. Además, estas fibras tienen diámetros de fibra ligeramente mayores que las fibras electrohiladas a partir de una solución de nailon pura, y por lo tanto diámetros de fibra mayores se traducen en una superficie mejor para que las partículas se asienten y se anclen sobre la misma. Las fibras electrohiladas desde las estaciones 2 y 3 tienen diámetros menores, y por lo tanto, estas fibras son los componentes principales de la eficiencia del compuesto, proporcionando una eficiencia elevada al medio.

Se generaron cuatro niveles de recubrimiento diferentes, con objeto de comparar el efecto que el descenso en la solidez (incremento del volumen vacío) tiene sobre el factor de calidad del medio de nanofibras. Estos 4 niveles son: 1 X, 1,6 X, 2 X y 2,4 X. El término "X" es simplemente un indicador de una cantidad de fibras unitaria. En este caso, por ejemplo, 1X es la cantidad unitaria y 1,6X tiene 1,6 veces la cantidad (masa) de fibras que 1X.

Siguen los detalles de cómo hemos fabricado estas estructuras.

Ejemplo 1

El ciclo de ejecución para esta muestra 1X fue:

3 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

Ésta tiene la misma cantidad de nanofibras que el ejemplo 2 (la cantidad total de hilado de nanofibras es de 5 minutos -1X-); sin embargo, debido a que no hay partículas en este medio, por lo tanto, la solidez del medio es mayor, y la permeabilidad al aire es menor que en el ejemplo 2. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de imitar cualesquiera cambios en la morfología de la fibra que puedan tener lugar con el tratamiento térmico del ejemplo 2.

Ejemplo 2

El ciclo de ejecución para esta muestra 1X fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

5 El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 5 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 9,5 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

Ejemplo 3

El ciclo de ejecución para esta muestra de 1,6X fue:

6 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

10 Ésta tiene la misma cantidad de nanofibras que el ejemplo 4 (la cantidad total de hilado de nanofibras es de 8 minutos -1,6X-); sin embargo, debido a que no hay partículas en este medio, por lo tanto, la solidez del medio es mayor, y la permeabilidad al aire es menor que en el ejemplo 4. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de imitar cualesquiera cambios en la morfología de la fibra que puedan tener lugar con el tratamiento térmico del ejemplo 4.

Ejemplo 4

El ciclo de ejecución para esta muestra de 1,6X fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+5 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

20 El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 8 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 20 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

Ejemplo 5

25 El ciclo de ejecución para esta muestra 2X fue:

8 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

5 Ésta tiene la misma cantidad de nanofibras que el ejemplo 6 (la cantidad total de hilado de nanofibras es de 10 minutos -2X-); sin embargo, debido a que no hay partículas en este medio, por lo tanto, la solidez del medio es mayor, y la permeabilidad al aire es menor que en el ejemplo 6. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de imitar cualesquiera cambios en la morfología de la fibra que puedan tener lugar con el tratamiento térmico del ejemplo 6.

Ejemplo 6

El ciclo de ejecución para esta muestra 2X fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+7 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

10 El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 10 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 14 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

Ejemplo 7

El ciclo de ejecución para esta muestra de 2,4X fue:

12 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

20 Ésta tiene la misma cantidad de nanofibras que el ejemplo 8 (la cantidad total de hilado de nanofibras es de 14 minutos -2,6X-); sin embargo, debido a que no hay partículas en este medio, por lo tanto, la solidez del medio es mayor, y la permeabilidad al aire es menor que en el ejemplo 8. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de imitar cualesquiera cambios en la morfología de la fibra que puedan tener lugar con el tratamiento térmico del ejemplo 8.

Ejemplo 8

25 El ciclo de ejecución para esta muestra de 2,4X fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+11 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 14 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 27 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

La figura 19 muestra en el cambio del factor de calidad en función de la cantidad de nanofibras en un área superficial dada, para las configuraciones de solamente nanofibras y de nanofibras/partículas separadoras. En la configuración de solamente nanofibras, cuando se incrementó la cantidad de nanofibras, el factor de calidad se redujo de manera espectacular simplemente debido al hecho de que pasado un punto crítico, las fibras comenzaron a fundirse entre sí y a crear una estructura de tipo membrana con poros muy pequeños, que tuvo una eficiencia en niveles inferiores al 90% con una enorme resistencia al flujo de aire. Debido a su diámetro de fibras muy pequeño, las nanofibras no tienden a apilarse unas sobre otras en capas discretas, sino que por el contrario siguen los contornos de la capa depositada previamente creando de ese modo una estructura de tipo membrana.

Por otra parte, tanto la eficiencia del medio como el factor de calidad se incrementaron de manera espectacular cuando las capas de nanofibras se separaron en capas discretas, separándose físicamente entre sí. Esto resulta evidente en la figura 19. El punto de datos en el extremo derecho para la eficiencia de nanofibras/partículas separadoras está en el rango del 99,9%, en comparación con el de la eficiencia de solamente nanofibras que estuvo en el rango de 91%, para la misma cantidad de nanofibras en un área superficial unitaria.

Cuando se evalúa el punto de datos del extremo derecho para ambos tipos de medios, puede verse que el rendimiento de ambos medios está próximo y, por lo tanto, la fusión de nanofibras no es muy elevada para ese punto. Si se recogieran datos para una cantidad unitaria de nanofibras menor que 1X, resultaría evidente que el rendimiento de ambos tipos de medios habría estado incluso más próximo.

Esta diferencia única entre los dos tipos de construcciones de medios es el punto inicial subyacente de nuestra evaluación, en la que hemos evaluado los medios de nanofibras/partículas separadoras para el rendimiento del nivel HEPA.

Los datos de la figura 19 se muestran asimismo en la siguiente tabla, en un intento de explicar los detalles de estos resultados.

Tabla 1

Ejemplo		Velocidad de la Prueba fmp	Eficiencia%	Penetración%	Resistencia mmH2O	Calc Perm (fpm/5")	Caída de Presión en H2O	FOM (cm/s)/cm Hg
1	Sólamente Fibras	10,5	77,547	22,453	7,164	18,61	0,28	152
2	Comp.	10,5	90,797	9,203	6,404	20,82	0,25	271
3	Sólamente Fibras	10,5	74,313	25,687	28,697	4,65	1,13	34
4	Comp.	10,5	97,782	2,218	10,504	12,70	0,41	263
5	Sólamente Fibras	10,5	87,542	12,458	76,856	1,71	3,03	20

Ejemplo		Velocidad de la Prueba fmp	Eficiencia%	Penetración%	Resistencia mmH ₂ O	Calc Perm (fpm/,5")	Caída de Presión en H ₂ O	FOM (cm/s)/cm Hg
6	Comp.	10,5	97,161	2,839	9,395	14,19	0,37	275
7	Sólamete Fibras	10,5	91,253	8,747	183,938	0,72	7,24	10
8	Comp.	10,5	99,863	0,137	17,193	7,76	0,68	278
Las columnas sombreadas en gris oscuro son los resultados del banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160; las columnas con sombreado más claro (las últimas tres de la derecha) se calcularon en base a los datos de resultados.								

Evaluación de la Eficiencia y la Caída de Presión de los Medios de Nanofibras, Vidrio y PTFE

Las muestras de medios de vidrio utilizadas en este estudio fueron suministradas por el fabricante en tres niveles diferentes de eficiencias del 93%, 97% y 99,99% HEPA. Éstas son todas las calidades de medios de vidrio disponibles comercialmente. El medio de PTFE está asimismo disponible comercialmente y fue laminado a un sustrato extrusionado. Las muestras del medio de nanofibras fueron creadas internamente de manera experimental utilizando nanofibras y partículas separadoras, y se generaron a cinco niveles de eficiencia diferentes, que cubren una amplia gama del 90% al 99,99% dependiendo de la velocidad de flujo utilizada en el banco de pruebas de eficiencia fraccional.

10 A continuación, se describen las especificidades de cada una de las cinco muestras.

Ejemplo 9

El ciclo de ejecución para esta muestra concreta fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

15 El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 5 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 9,5 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

Ejemplo 10

20 El ciclo de ejecución para esta muestra concreta fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+7 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 10 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 14 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

Ejemplo 11

El ciclo de ejecución para esta muestra concreta fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+13 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 16 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 28 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

Ejemplo 12

El ciclo de ejecución para esta muestra concreta fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+11 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 14 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 27 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

Ejemplo 13

El ciclo de ejecución para esta muestra concreta fue:

1 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica (las cuatro estaciones)
+15 min	Electrohilado simultáneamente de solución de nailon y mezcla de solución polimérica, y deposición de microesferas de nailon SP-500 (las cuatro estaciones)
+2 min	Electrohilado solamente de solución de nailon (solamente las estaciones 2 y 3)

ES 2 373 457 T3

El tiempo total de ejecución para generar esta muestra fue de 18 minutos. La cantidad de microesferas de nailon SP-500 descargadas fue de 49 g. El medio fue calentado a 300°F durante 10 minutos en un horno de laboratorio, en un intento de incrementar la fuerza de la unión entre las fibras electrohiladas y las microesferas. A continuación, se cortaron muestras de 4 pulgadas de diámetro y fueron verificadas en un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160.

La lista presentada a continuación muestra los resultados de las mediciones llevadas a cabo en el banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160. Estos resultados son solamente para tamaños de partículas DOP de 0,3 micras, que es en gran medida el tamaño de partícula más importante puesto que la mayor parte de los estándares HEPA se refieren a dicho tamaño de partículas como requisito para satisfacer una eficiencia del 99,97%.

Tabla 2

Ejemplo	ID en el gráfico	Velocidad de la Prueba fpm	Eficiencia %	Penetración %	Resistencia mmH ₂ O	Calc Perm (fpm/5")	Caída de Presión en H ₂ O	FOM (cm/s)/cm Hg
9	A1	5,0	93,480	6,520	3,101	20,47	0,12	304
10	B1	5,0	98,021	1,979	4,407	14,41	0,17	309
11	C1	5,0	99,836	0,164	7,233	8,78	0,28	307
12	D1	5,0	99,930	0,070	8,311	7,64	0,33	307
13	E1	5,0	99,989	0,011	10,376	6,12	0,41	304
9	A2	10,5	90,797	9,203	6,404	20,82	0,25	271
10	B2	10,5	97,161	2,839	9,395	14,19	0,37	275
11	C2	10,5	99,688	0,312	15,316	8,71	0,60	274
12	D2	10,5	99,863	0,137	17,193	7,76	0,68	278
13	E2	10,5	99,969	0,031	21,808	6,11	0,86	270
9	A3	18,0	90,790	9,210	10,888	21,00	0,43	272
10	B3	18,0	96,632	3,368	16,132	14,17	0,64	260
11	C3	18,0	99,598	0,402	26,466	8,64	1,04	260
12	D3	18,0	99,738	0,262	29,478	7,75	1,16	251
13	E3	18,0	99,957	0,043	37,711	6,06	1,48	257
Las columnas sombreadas en gris oscuro son los resultados del banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160; las columnas con sombreado más claro (las últimas tres de la derecha) se calcularon en base a los datos de resultados.								

Estos son los resultados a partir de los medios comerciales utilizados como referencias en este estudio; de nuevo, se presentan a continuación los resultados del tamaño de partícula DOP de 0,3 micras.

Tabla 3

ID	Velocidad de la Prueba fpm	Eficiencia %	Penetración %	Resistencia mmH ₂ O	Calc Perm (fpm/5")	Caída de Presión en H ₂ O	FOM (cm/s)/cm Hg
93 DOP	5,0	94,881	5,119	4,718	13,46	0,19	219
97 DOP	5,0	98,951	1,049	7,053	9,00	0,28	222
99,99 HEPA	5,0	99,995	0,005	13,448	4,72	0,53	256
PTFE HEPA	5,0	100,000	0,000	19,259	3,30	0,76	279
93 DOP	10,5	92,766	7,234	10,059	13,26	0,40	189
97 DOP	10,5	98,215	1,785	15,130	8,81	0,60	193
99,99 HEPA	10,5	99,983	0,017	28,704	4,65	1,13	221

ID	Velocidad de la Prueba fpm	Eficiencia %	Penetración %	Resistencia mmH ₂ O	Calc Perm (fpm/5")	Caída de Presión en H ₂ O	FOM (cm/s)/cm Hg
PTFE HEPA	10,5	100,000	0,000	40,109	3,32	1,58	274
93 DOP	18,0	91,273	8,727	17,292	13,22	0,68	175
97 DOP	18,0	97,597	2,403	25,995	8,79	1,02	178
99,99 HEPA	18,0	99,971	0,029	49,247	4,64	1,94	206
PTFE HEPA	18,0	100,000	0,000	69,077	3,31	2,72	246

Las columnas sombreadas en gris oscuro son los resultados del banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160; las columnas con sombreado más claro (las últimas tres de la derecha) se calcularon en base a los datos de resultados.

Tal como se puede ver a partir de las figuras 22, 24 y 25, los medios de nanofibras tuvieron una caída de presión menor que los medios de vidrio en todos los niveles de penetración, en las tres velocidades diferentes de flujo. El medio PTFE tuvo una caída de presión mucho mayor; sin embargo, tiene asimismo una eficiencia mayor que el medio de nanofibras y que el medio de vidrio.

Para representar las diferencias en un formato más comprensible, hemos graficado los resultados utilizando $-\ln(\text{penetración})$ como eje x en las figuras 22, 24 y 25. Tal como se puede a partir de estas figuras, la caída de presión a través del medio es significativamente menor para el medio de nanofibras, comparada con la del medio de vidrio, en las tres diferentes velocidades de flujo. Los puntos de datos obtenidos para el medio de nanofibras y para el medio de vidrio fueron extrapolados con una muy buena correlación, para evaluar su comportamiento relativo frente a los medios PTFE HEPA. Resulta evidente que el medio de nanofibras tuvo una característica muy similar (cuando no algo mejor) que la de HEPA PTFE en las tres velocidades de flujo, mientras que el medio de vidrio tuvo una mayor caída de presión en todos los casos, dentro de los niveles de confianza de la extrapolación.

En lugar de simplemente establecer que el medio de nanofibras se ha comportado mejor que el vidrio en todas las comparaciones de eficiencia-caída de presión, utilizando los datos presentados en las figuras 17, 18 y 19 hemos obtenido las ecuaciones siguientes para el medio de nanofibras, que describen la relación entre la caída de presión y la penetración para tres velocidades de flujo diferentes: 5, 10,5 y 18 pies/min⁻¹:

$$dP_{5 \text{ fpm}} = (-\ln(\text{penetración}) \times 0,045) - 0,0019$$

$$dP_{10,5 \text{ fpm}} = (-\ln(\text{penetración}) \times 0,1053) - 0,004$$

$$dP_{18 \text{ fpm}} = (-\ln(\text{penetración}) \times 0,1973) - 0,0361$$

Utilizando estas ecuaciones, hemos calculado la caída de presión exacta a través del medio de nanofibras para un valor dado de $-\ln(\text{penetración})$ que se corresponde con los del medio de vidrio. La diferencia entre cada caída de presión correlacionada del medio de vidrio y el de nanofibras fue presentada en la figura 26, en donde se presenta la disminución en la caída de presión inicial utilizando el medio de nanofibras. Tal como puede verse a partir de esta figura, resulta evidente que el medio de nanofibras proporciona una caída de presión del 15 al 35% menor que el medio de vidrio para el mismo nivel de eficiencia, dependiendo de la velocidad de flujo.

Si bien todos los resultados presentados hasta aquí se han centrado en DOP de 0,3 micras como tamaño de partículas de interés y por simplicidad, sin embargo se reunieron datos para un amplio rango de tamaños de partícula. Si bien no intentaremos representar cada gráfico para todos los diferentes tamaños de partícula, la figura 27 representa el FOM en función del tamaño de partículas para el medio de vidrio 97 DOP y su equivalente de nanofibras. Tal como puede verse a partir de esta figura, ambos tipos de medios se comportaron de manera muy similar hasta un tamaño de partículas DOP de unas 0,09 micras, y a partir de ahí los medios de nanofibras comenzaron a presentar ganancias importantes en el FOM frente a los medios de vidrio. Esta tendencia ha sido muy similar para todos los diferentes niveles de eficiencias verificados.

Se presentan asimismo micrografías de microscopio de barrido electrónico (SEM) que muestran la construcción de los medios de nanofibras/partículas separadoras. La figura 10 es una imagen en sección transversal de una construcción más fina comparada con la de la figura 11. Variando el grosor del medio, somos capaces de modificar consistentemente la característica de eficiencia/caída de presión de la estructura. Tal como puede verse, las muestras parecen ser de grosor uniforme en el área muestreada. Las fibras del sustrato pueden verse en las partes inferiores de ambas imágenes.

La figura 12 muestra el compuesto desde el lado inferior, en donde las fibras del sustrato son visibles claramente en primer plano. A partir de esta imagen, puede verse que las partículas separadoras están fuertemente unidas en el interior de la matriz de nanofibras, y que la superficie de la fibra de sustrato carece de partículas que puedan actuar como contaminante. La figura 13 muestra el compuesto montado en la orientación en que es visible la vista superior. Y está muy claro que las partículas separadoras están, asimismo, muy bien unidas en la parte corriente arriba del medio.

La figura 14 y la figura 15 son vistas con mucho y poco aumento, de secciones transversales típicas de compuestos de nanofibras. Las figuras 14 y 15 son vistas del compuesto en sección transversal (SEM) próxima, donde pueden verse muy claramente las nanofibras en el interior de la profundidad del compuesto. En buena medida, son estas fibras y el espacio intersticial creado en el interior de las mismas, lo que fomenta la alta eficiencia de la estructura. A partir de esta vista en aumento, puede verse asimismo que parte de las partículas aparecen suspendidas en el aire mediante su acoplamiento a una sola fibra, lo que nos dice mucho sobre la tenacidad de las fibras.

Se caracterizó la contribución de volumen de las nanofibras y las partículas separadoras en una muestra dada. La muestra utilizada en esta caracterización fue producida según el ejemplo 6; además, la micrografía SEM de la muestra se presenta en la figura 10. Utilizando esta micrografía, el grosor del recubrimiento de nanofibras del sustrato se midió en 43,577 micras (desv. est. 3,2) y, en base a esta información, se calculó el volumen total del recubrimiento de nanofibras como 353,3 mm³ para una muestra de 4 pulgadas de diámetro. Se cortó una muestra de sustrato de 4 pulgadas de diámetro, y se midió su peso. Análogamente, hemos medido los pesos de las muestras producidas por el ejemplo 6 y el ejemplo 5. El ejemplo 5 tiene la misma cantidad de nanofibras que el ejemplo 6; sin embargo, el ejemplo 6 tiene asimismo las partículas separadoras. La diferencia entre los pesos de la muestra en el ejemplo 5 y el sustrato, nos proporcionó el peso de las nanofibras. Y la diferencia entre los pesos de la muestra en el ejemplo 6 y el ejemplo 5, nos proporcionó el peso de las partículas separadoras. Utilizando el peso específico para las fibras (en torno a 1,1 g/cm³) y las partículas separadoras (1g/cm³), se calculó el volumen de las nanofibras y las partículas separadoras. En la muestra dada de 4 pulgadas de diámetro, con un grosor de 43,577 micras, el volumen de nanofibras fue de 4,03 mm³, y el volumen de las partículas separadoras fue de 69,3 mm³. En otras palabras, el volumen total de sólidos fue de 73,72 mm³. Cuando se comparó este valor con el volumen total de la muestra (353,3 mm³), se calculó la contribución de cada componente al volumen total como: 1,14% en volumen de nanofibras, 19,62% en volumen de partículas separadoras y un volumen vacío del 79,25% en volumen.

Evaluación de la Limpiabilidad, la Plegabilidad y la Compresibilidad del Medio de Nanofibras

Limpiabilidad por pulsos

La figura 28a muestra el comportamiento de medio de vidrio de nivel HEPA y su equivalente de nanofibras, en un banco de pruebas de carga/limpieza de pulsos, en forma de lámina plana, en donde ambas muestras son alimentadas con partículas de polvo Atomite, simultáneamente sobre el banco de pruebas y limpiadas por pulsos con aire comprimido a intervalos regulares. El polvo de Atomite es un polvo de carbonato cálcico en gránulos sueltos con una distribución amplia de tamaños, tal como se muestra en la tabla 4. El sistema informático y de recogida de datos monitoriza la caída de presión a través del medio, y la registra justo antes y después de que el pulso de aire sea soplado desde el lado corriente abajo del medio, en un intento de descargar el polvo y limpiar el medio. A continuación, el polvo descargado es recogido en un depósito. Ver la figura 29 para información detallada sobre el sistema. Utilizando este banco de pruebas, puede evaluarse y compararse simultáneamente la limpiabilidad por pulsos de diferentes medios. La operación simultánea es importante debido a que el método elimina cualesquiera inconsistencias que puedan producirse debido a factores externos tales como la humedad, la temperatura, la distribución de los tamaños de partículas del polvo de amenaza, etc.

Tabla 4

Diámetro Esférico Equivalente (micras)	Atomite (%)
20	100
10	92
5	75
3	49
2	32
1	16
0,5	8

- En esta prueba, hemos utilizado presión del aire de 20 psi para limpiar el medio utilizando la estructura de prueba de la figura 29. El medio de vidrio (no mostrado) no aguantó bien frente al aire comprimido, y se rompió después de solamente varios pulsos, en aproximadamente 1 minuto. Por el contrario, el medio de nanofibras (no mostrado) se mantuvo intacto. La ruptura del medio de vidrio no es ninguna sorpresa, puesto que el medio HEPA está diseñado habitualmente para no ser limpiado, y dado que la naturaleza frágil del medio de vidrio inhibe cualquier resistencia a dicha tensión mecánica. Por otra parte, el medio de nanofibras se comportó muy bien puesto que alcanzó una caída de presión de régimen estacionario en una duración de tiempo relativamente breve, evidente mediante la meseta observada después de 150 minutos en la figura 28a.
- Con propósitos de comparación, hemos presentado un gráfico procedente de diferentes pruebas, en donde se evaluó la limpiabilidad por pulsos con, y sin, la presencia de nanofibras en la superficie del sustrato. Esto puede verse en la figura 28b. A partir de esta figura, se puede observar que, sin nanofibras en la superficie del sustrato, la caída de presión no pareció alcanzar un régimen estacionario incluso después de 2200 minutos de prueba, mientras que el compuesto de nanofibras alcanzó un equilibrio relativo después de unos 200 minutos de prueba.
- En base a estos datos, es evidente comprobar que el medio de nanofibras con nivel de eficiencia HEPA fue limpiado por pulsos satisfactoriamente, sin ningún daño observable en el compuesto de nanofibras. Las micrografías SEM fueron tomadas después del estudio de limpieza por pulsos, en busca de señales de daños; las figuras 31a y 31b representan las condiciones en las que estaba el medio después de la prueba. Se puede observar la capa de carbonato cálcico sobre la superficie del recubrimiento de nanofibras en la figura 31a; en el lado posterior del medio no parece haber ninguna penetración de las partículas de carbonato cálcico como demuestra la figura 31b.

Plegabilidad

- Se llevó a cabo una prueba de plegado utilizando una cuchilla de tipo máquina de plegar, en donde se utilizó una altura de plegado de una pulgada para plegar el medio de nanofibras. En general, es sabido que las plegadoras de tipo cuchilla tienen tendencia a friccionar contra la superficie del medio, y por lo tanto pueden inducir daños mayores que las plegadoras giratorias. Hemos conseguido una buena plegabilidad cuando el medio de nanofibras se protegió utilizando otra gasa o un forro antiadherente sobre la capa de nanofibras; el conjunto de pliegues con la grasa encima puede observarse en las figuras 34 y 35.

Las figuras 32 y 33 proceden de la muestra en la que el medio de nanofibras fue plegado con una grasa encima. Estas imágenes SEM están grabadas con la grasa protectora todavía sobre el medio plegado.

- Las figuras 16 y 17 proceden de la muestra en la que el medio de nanofibras fue plegado con un forro antiadherente protector encima. El medio se plegó muy bien, y a continuación fue retirado el forro antiadherente desde la superficie del medio de nanofibras. Las imágenes SEM de las figuras 38 y 39 están tomadas después de retirar el forro. Incluso después de retirar el forro antiadherente, se retuvieron las formas de pliegue.
- Después de obtener las muestras plegadas, hemos realizado una serie de mediciones de eficiencia fraccional sobre las muestras, y observado que las eficiencias estuvieron muy cerca de la eficiencia de la muestra no plegada. La muestra original tuvo una eficiencia de 99,937 (DOP de 0,3 micras a 10,5 fpm), mientras que la eficiencia de las muestras plegadas varió del 99,582 al 99,974%.

Compresibilidad

- El medio de nanofibras con partículas separadoras depende del establecimiento de un gran volumen vacío con objeto de mejorar la permeabilidad del aire proporcionando al mismo tiempo niveles significativos de eficiencia con material particulado. La propiedad deseada de un gran volumen vacío, en otras palabras la solidez reducida, es crítica para el comportamiento correcto del medio. Desde el punto de vista de la fabricación, el aspecto más crítico que puede perjudicar a esta propiedad tiene lugar durante el rebobinado del medio en forma de rodillo puesto que, con demasiada tensión en la tela, el medio puede comprimirse y puede perder su volumen vacío.
- En un intento de comprender el efecto de la fuerza de compresión, hemos concebido un aparato de prueba propio, en el que varias muestras fueron sometidas a las diferentes fuerzas de compresión mediante la aplicación de peso a la superficie de la muestra. Para hacer esto, hemos cortado muestras algo mayores de 3 pulgadas de diámetro, y medido la eficiencia de cada muestra utilizando un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160 manejado a una velocidad de flujo de 10,5 fpm, utilizando partículas DOP en el rango de tamaños de 0,02 a 0,4 micras. El banco de pruebas utiliza solamente en un área de muestra de 3 pulgadas de diámetro para la medición de la prueba. Después de haber establecido la eficiencia de referencia para cada muestra, hemos sometido cada muestra a cargas de: 4,5, 19,1 y 47,4 libras. Las muestras se fijaron entre dos portamuestras de 3 pulgadas de diámetro, y se aplicó fuerza desde arriba durante un minuto. Una vez retirada la fuerza, comprobamos la eficiencia y la caída de

presión de las mismas muestras y comparamos los resultados con los de los valores de referencia. Se calculó la presión dividiendo el peso total sobre la superficie de la muestra, por el área superficial del portamuestras de 3 pulgadas de diámetro.

Los resultados se muestran en la figura 18, en donde se presenta el cambio (% + ó -) en el factor de calidad, en función de la presión de compresión y del tamaño de partículas DOP. La compresión a 2,7 psi tuvo más beneficios que la compresión a 0,64 psi; es interesante ver que el cambio negativo en el volumen vacío ayudó al incremento de la FOM del medio. En gran parte, esto se debe al incremento en la eficiencia de la estructura puesto que colapsa sólo ligeramente; la caída de presión incrementó asimismo ligeramente, pero en conjunto el aumento de eficiencia fue seguido de cerca por el incremento en la caída de presión. Cuando la presión de compresión se incrementó a 6,7 psi, el FOM cayó significativamente. Esto fue impulsado por una ligera disminución en la eficiencia, pero un incremento significativo en la caída de presión del medio. En este caso, la caída de presión se incremento de 0,742 a 0,802 pulgadas de agua.

En base a esta prueba, podemos concluir que el medio es susceptible a la compresión y que el rendimiento puede venir dictado por su magnitud. Hemos presentado evidencias de que no toda la compresión tiene un impacto negativo sobre el comportamiento, si bien la cantidad es crítica. Esto es lo más importante para la tensión de la tela en el proceso de rebobinado. y requiere un ajuste y un control cuidadosos.

Ejemplo 14

El medio de filtración presentado en las figuras 1 a 3 fue fabricado utilizando el material particulado de SP-500 disponible en Kobo Products, Inc., South Plainfield, NJ. El material particulado SP-500 se compone de nailon 12 y tiene una gama de tamaños de partículas del 90% menores de 10 micras, y el 100 % menores de 20 micras, de acuerdo con las especificaciones del fabricante. La distribución del tamaño de partículas, para estas partículas, se presenta en la figura 7b. Se preparó una solución polimérica basada en poliamida del 11,5% en peso de sólidos, de acuerdo con las explicaciones de la patente de EE. UU. número 6 743 273, y fue enfriada a la temperatura ambiente. A una cantidad conocida de esta solución, hemos añadido el 11,5% en peso de material particulado SP-500. Incluyendo los polímeros sólidos ya en la solución, el contenido global de sólidos se incrementó al 23% en peso con la adición del material particulado. Independientemente del hecho de que el contenido de sólidos de la solución se duplicó como resultado de la adición del material particulado, utilizando un viscosímetro Brookfield se midió la viscosidad de la solución, que se sólo incrementó aproximadamente el 45%. Esto es una muy buena indicación, puesto que expresa que el electrohilado de esta solución no será mucho más complicado que la solución polimérica de 11,5% en peso original.

La solución fue procesada utilizando el método de electrohilado en una configuración horizontal. El aditivo de hilado se cargó en una jeringa y fue forzado a salir desde la punta de una aguja de calibre 20 a una velocidad constante, utilizando una bomba de jeringa. Se aplicó una tensión conocida a la aguja, para inducir cargas eléctricas a la solución para el hilado. Las fibras de electrohilado junto con el material particulado fueron recogidas sobre una lámina de aluminio acoplada a un tambor giratorio. El campo eléctrico creado entre la aguja cargada y la hoja de aluminio/tambor metálico a tierra, facilitó la producción de las fibras. El material particulado expulsado desde la punta de la aguja es acelerado y depositado sobre la lámina de aluminio, mediante el momento conseguido a partir del movimiento de la fibra/chorro de electrohilado. Por consiguiente, se creó un medio compuesto con fibras y material particulado separador sobre la lámina de aluminio.

Ejemplo 15

En otra realización de la invención, el medio de filtración (no mostrado) se fabricó utilizando un esquema paso a paso. De nuevo, la solución polimérica basada en poliamida se fabricó de acuerdo con las explicaciones de la patente de EE. UU. número 6 743 273, y fue electrohilada utilizando una configuración similar de aguja-jeringa a una velocidad de alimentación y una tensión aplicada constantes. Las fibras fueron electrohiladas y depositadas sobre un sustrato sintético (disponible bajo la marca registrada de Cerex™). La deposición se llevó a cabo durante una cantidad de tiempo limitada y fue controlada mediante la velocidad del sustrato; cuando se retiró el sustrato de la zona de hilado, se detuvo la deposición. La configuración de jeringa-aguja se orientó verticalmente para asegurar que las fibras fueran depositadas en la dirección del campo gravitatorio de la tierra. Se situó un colector a tierra, por debajo del aguja, separado a una distancia fija respecto de la misma, con objeto de crear el campo eléctrico necesario.

Una vez que se levantó la primera capa de fibras electrohiladas sobre el sustrato, el medio compuesto se desplazó a una segunda etapa para la aplicación del material particulado. La segunda etapa consistió en un tamiz fino y una caja de vacío. El tamiz utilizó una malla fina que tenía aberturas de 43 micras, de acuerdo con las especificaciones del fabricante, TWP Inc., Berkeley, CA. El medio compuesto fue situado en la caja de vacío y el tamiz se colocó a una distancia fija del medio compuesto. La caja de vacío creó un patrón de flujo de aire que dirigió el material particulado tamizado sobre el medio compuesto. Se hizo vibrar el tamiz para asegurar el flujo del material particulado

situado en el interior del lado del depósito (corriente arriba) del tamiz, al medio compuesto situado en el lado corriente abajo del tamiz.

El material particulado utilizado en este ejemplo fue 091 DU 140, disponible en Expancel Inc., Duluth, GA. El material particulado 091 DU 140 es un polímero hueco que encapsula un agente esponjante que ejerce presión con el calentamiento. Como resultado de esta presión incrementada y del reblandecimiento de la corteza del polímero, el material particulado incrementó su dimensión. Según el fabricante, el material particulado 091 DU 140 tiene un tamaño de partículas de 35 a 45 micras en forma no expandida.

Tras la deposición de cierta cantidad del material particulado sobre la matriz de fibras electrohiladas, se repitió el mismo procedimiento de deposición de fibras para asegurar una segunda capa de la matriz de fibras, intercalando de ese modo el material particulado entre las dos capas de la matriz de fibras electrohiladas.

Ejemplo 16

En esta realización de la invención, la solución polimérica basada en poliamida se preparó de nuevo de acuerdo con las explicaciones de la patente de EE. UU. número 6 343 273. La solución polimérica fue cargada en una jeringa y forzada a salir de la punta de una aguja de calibre 20 utilizando una bomba de jeringa a una velocidad de 0,03 ml/min. Se introdujo alta tensión a 16 kilovoltios a la punta de la aguja mientras el tambor metálico giratorio se puso a tierra, de manera que se estableció un campo eléctrico entre la aguja y el tambor. El tambor y el orificio de la hoja se separaron a 2,5 pulgadas. La aguja situada en un extremo de un soporte de base fue pivotada horizontalmente desde el otro extremo de la base utilizando un motor eléctrico, con objeto de ensanchar el patrón de deposición de fibras sobre el tambor metálico. Mientras que el electrohilado se realizó horizontalmente, el material particulado fue depositado verticalmente situando el tamiz sobre el tambor, separado del mismo en una distancia fija. El tamiz fue conectado a un vibrador neumático de bola giratoria, en el que la frecuencia de vibración se controló mediante el control de la presión del aire.

Utilizando esta configuración, hemos conseguido la deposición simultánea de fibras y material particulado sobre un tambor giratorio de manera mutuamente independiente. El material compuesto se depositó sobre un sustrato sintético, Cerex, que es altamente permeable y tiene muy baja eficiencia. El medio de filtración se presenta en las figuras 5 y 6.

El material particulado utilizado en este ejemplo se fabricó de celulosa y está disponible en Kobo Products Inc., South Plainfield, NJ bajo el nombre comercial de Cellulo Beads D-50. De acuerdo con el fabricante, el Cellulo D-50 tiene un diámetro de partículas promedio de 40 micras. Los materiales del ejemplo 16 se fabricaron con, y sin, material particulado.

Para comparar la matriz de fibras/material particulado y la matriz solamente de fibras, hemos llevado a cabo experimentos en los que el electrohilado de fibras se realizó durante una cantidad de tiempo fija. El primer ejemplo denominado "NS", se preparó electrohilando la solución polimérica a una velocidad de alimentación de la solución, tensión aplicada y distancia objetivo fijas, durante una cantidad de tiempo fija, sobre un sustrato Cerex. El segundo ejemplo, denominado "S", se preparó utilizando las mismas condiciones de electrohilado pero, además, introduciendo simultáneamente material particulado Cellulo D-50 utilizando la disposición de tamiz descrita anteriormente. Puesto que el electrohilado de las fibras es independiente de la deposición de partículas, y puesto que se utilizan las mismas condiciones de electrohilado para ambas muestras, se espera que el número de fibras electrohiladas y su área de deposición sean los mismos tanto para "NS" como para "S". La diferencia en sus comportamientos de filtración puede atribuirse al hecho de que solamente "S" tiene material particulado incrustado en el interior de la matriz de fibras.

Después de reunir las muestras, hemos troquelado 4 muestras de cada estado, utilizando un troquel de 47 mm de diámetro, para probar la eficiencia utilizando un banco de pruebas de medios LEFS (Low Efficiency Flat Sheet, lámina plana de baja eficiencia). Antes de probar las propias muestras, se calibró el banco de pruebas y se probó una muestra de control CS-6001, y se verificó la eficiencia de la muestra de control. Las muestras fueron probadas a una velocidad de flujo de 13,21 pies/min y utilizando partículas de amenaza de látex de 0,78 micras. Los resultados se presentan en la tabla siguiente:

Tabla 5

ID del Medio	Caída de Presión (pulgadas de agua)	Eficiencia (%)	Factor de Calidad
S1	0,421	98,18	342
S2	0,355	89,41	227
S3	0,371	99,53	519
S4	0,382	99,23	458
NS1	0,590	99,52	325
NS2	0,632	99,63	318
NS3	0,639	99,82	355
NS4	0,620	99,92	413

- 5 A partir de los datos anteriores, se puede realizar una comparación directa entre las muestras "S3" y "NS1", en donde la eficiencia de ambas muestras casi solapa y aún así "S3" tiene una medición de la caída de presión aproximadamente 1,59 veces mayor que la de "NS1". Los datos prueban claramente que introduciendo el material particulado en la matriz de fibras, la estructura se hace más permeable y sigue teniendo una eficiencia comparable. A partir de los datos, resulta obvio que pueden conseguirse eficiencias mucho mayores con buenos niveles de permeabilidad, utilizando las estructuras de fibras/material particulado.
- 10 La muestra "S2" tiene una eficiencia baja, y esto probablemente está relacionado con algunas imperfecciones (defectos) en la estructura de fibras/material particulado. Por ejemplo, es probable que un material particulado separador pueda haberse desplazado de la estructura como resultado de la abrasión, etc., dejando detrás un orificio. Si bien dichos defectos son importantes y deben evitarse, es asimismo alentador observar una eficiencia del 89,41% incluso en presencia de los defectos. En otras palabras, gracias a que la estructura está construida de múltiples capas de fibras, el defecto en una de las capas (probablemente en la superficie situada más arriba) no tiene como resultado un fallo total del medio, puesto que éste retiene cierta eficiencia de filtración. Se puede entender fácilmente que, si el medio tuviera una sola capa de superficie de filtración de fibras finas, el defecto en dicha capa única tendría como resultado una pérdida de rendimiento significativa. La naturaleza ventajosa de la estructura de fibras/material particulado se ilustra en la figura 6.
- 15
- 20 Las muestras descritas anteriormente se pesaron, junto con 4 de las muestras de sólo sustrato. Cada muestra tuvo un diámetro de 47 mm. Por lo tanto, el área superficial total de cada muestra asciende a 1735 mm². A continuación se presentan los resultados del peso, el gramaje y la contribución porcentual:

Tabla 6

ID de la Muestra	Peso (g)
Sub1	0,0839
Sub2	0,0816
Sub3	0,0806
Sub4	0,0759
Promedio de Sustratos	0,0805
NS1	0,0882
NS2	0,0918
NS3	0,1052
NS4	0,0878
Promedio de Sustratos + Nanofibras	0,09325
S1	0,1036
S2	0,1007
S3	0,0981
S4	0,1013
Promedio de Sustratos + Nanofibras + Esferas	0,100925

Tabla 7

Distribución de Peso para un Área de 1735 mm²	g
Compuesto de Nanofibras + Esferas	0,020425
Solamente Nanofibras	0,01275
Solamente Esferas	0,007675

Tabla 8

Gramaje	mg/mm²
Compuesto de Nanofibras + Esferas	1,176E-02
Solamente Nanofibras	7,34E-03
Solamente Esferas	4,42E-03

5

Tabla 9

Componentes del Compuesto de Nanofibras + Esferas	%peso
Solamente Nanofibras	62,42
Solamente Esferas	37,58

10 En un intento de verificar/duplicar estas mediciones de peso presentadas en la tabla anterior, hemos medido el diámetro de todas las esferas visibles en la micrografía de barrido electrónico presentada en la figura 6. La figura 7a es un histograma que describe el rango de tamaños y el cómputo de las partículas esféricas en general. El fabricante de esferas, Kobo Products Inc., especifica la densidad de Cellule D-50 como 0,91g/ml. Utilizando el volumen de cada esfera individual contada en la figura 6, podemos calcular la masa total de las esferas y los siguientes resultados.

Tabla 10

Peso Total de la Esfera	4,749E-03	mg
Peso Total de la Fibra (Calculado Utilizando el Peso de la Esfera)	7,889E-03	mg
Peso Total del Compuesto (Esfera + Fibra)	1,264E-02	mg
Área de la Micrografía de Barrido Electrónico (Dibujo 6)	1,255	mm ²
Gramaje	1,007E-02	mg/mm²

15

Tabla 11

Asumiendo que no se ha tenido en cuenta el 16,8% del peso total		
% de fibras no tenido en cuenta	10,49	%
Peso de fibras no tenido en cuenta	1,056E-03	mg/mm ²
% de esferas no tenido en cuenta	6,31	%
Peso de esferas no tenido en cuenta	6,357E-04	mg/ mm ²
% total no tenido en cuenta	16,80	%
Peso total no tenido en cuenta	1,692E-03	mg/ mm ²
Gramaje Refinado	1,176E-02	mg/ mm²

5 A partir del cálculo anterior, resulta evidente que no hemos sido capaces de tener en cuenta solamente el 6,31% en peso de todas las esferas presentes en la figura 6, mientras que la mayoría han sido tenidas en cuenta satisfactoriamente. Muy probablemente, esto es el resultado de que estas esferas no están en el foco del haz de electrones del microscopio de barrido electrónico. Incorporando esta discrepancia en el cálculo, hemos sido capaces de verificar independientemente el gramaje presente en la tabla 8.

10 La tabla 12 muestra una comparación de una masa de filtros fabricada con los materiales separadores y sin los materiales separadores. La tabla y los datos de la figura 8 muestran datos de la prueba del material preparado substancialmente tal como se muestra en el ejemplo 16, el cual incluye tanto fibra con separador como una matriz de fibras en ausencia de material particulado separador. En los datos, se determinó la penetración mediante la fórmula:

$$\text{penetración} = 1 - \text{eficiencia}$$

15 midiéndose la eficiencia tal como se ha explicado anteriormente. La resistencia es idéntica a la caída de presión ó ΔP a través de la masa de fibras. El factor de calidad es un parámetro derivado de la penetración y la resistencia. Tal como puede verse a partir de la tabla de datos que se representa gráficamente en la figura 8, la inclusión del material particulado separador en la masa de fibras reduce (mejora) sustancialmente la penetración a través del rango de tamaños de partícula verificado (0,02 hasta 0,4). El efecto es más marcado en los tamaños de partículas reducidos, comprendidos entre unas 0,02 y unas 0,2 micras. Análogamente, el factor de calidad de la masa de fibras con material particulado separador mejora notablemente, asimismo, sobre la matriz de fibras sola. De nuevo, la mejora es más marcada en los tamaños de partícula reducidos mencionados anteriormente.

Tabla 12

Tamaño de partícula (micras)	Ejemplo 16 (Matriz de fibras/separadoras)			Ejemplo 16 (Matriz de fibras sin separadoras)		
	Penetración (%)	Resistencia (mm H ₂ O)	Factor de calidad	Penetración (%)	Resistencia (mm H ₂ O)	Factor de calidad
0,02	0,82	12,00	290	2,90	11,50	223
0,03	1,40	12,00	258	5,00	11,50	189
0,04	2,10	12,00	233	6,00	11,50	177
0,05	2,60	12,10	219	7,10	11,50	167
0,06	2,90	12,10	212	7,40	11,50	164
0,07	3,20	12,10	206	7,90	11,60	159
0,08	3,40	12,10	203	7,60	11,50	163
0,09	3,60	12,10	199	7,90	11,50	160
0,1	2,80	12,10	214	6,20	11,50	175
0,2	1,20	12,20	263	2,70	11,70	224
0,3	0,44	12,20	323	1,00	11,70	285
0,4	0,29	12,20	347	0,43	11,80	335

Discusión

- 5 La eficiencia fraccional se midió utilizando un comprobador de filtros automatizado (AFT, Automated Filter Tester) disponible en TSI Incorporated, Shoreview, MN. Es un comprobador de filtros automatizado que mide la eficiencia del filtro y la penetración frente al tamaño de partículas. Se consiguen filtros para amenazas o medios de filtro con un tamaño de partículas conocido, utilizando atomizadores y el clasificador electrostático para generar partículas. La detección de partículas corriente arriba y corriente abajo se consigue utilizando dos contadores de partículas de condensación. El AFT se automatiza utilizando un microordenador y soporte lógico especial. El comprobador es capaz de medir eficiencias de hasta el 99,999999 por ciento, sobre un rango de tamaños de partículas de 0,015 a 0,8 micras.

- 10 Se utilizaron partículas de aerosol de ftalato de dioctilo (DOP, dioctyl phthalate) como las partículas de amenaza, dentro de una amplia gama de tamaños de partículas: 0,015 a 0,4, ó 0,02 a 0,4 micras. Para una mayor claridad y debido al hecho de que la mayor parte de la atención en EE. UU. está dirigida al tamaño de partículas de 0,3 micras, hemos presentado gran parte de los resultados utilizando partículas DOP de 0,3 micras.

- 15 El factor de calidad puede concebirse como una relación de beneficio frente a costo, donde la eficiencia es el beneficio, y la caída de presión (ΔP) normalizada es el costo (ΔP / velocidad del medio). El "costo" está normalizado de manera que se pueden comparar factores de calidad a partir de pruebas realizadas a diferentes velocidades. El factor de calidad es simplemente un índice para comparar medios. Los factores de calidad grandes son mejores que los pequeños. La fórmula para calcular el factor de calidad es:

$$\text{factor de calidad} = - \ln(\text{penetración}) / (\Delta p / \text{velocidad de flujo del medio})$$

- 20 En la ecuación presentada arriba, ΔP es la caída de presión a través del medio, y la unidad utilizada en la ecuación es cm Hg; la velocidad de flujo del medio tiene unidades de cm/s; $\ln(\text{penetración})$ es el logaritmo natural de la penetración. Y la penetración se define como:

$$\text{Penetración} = 1 - \text{Eficiencia}$$

A continuación, se proporcionan las unidades estándar de medida en las que se presenta el factor de calidad:

$$l/(\text{cm Hg})/(\text{cm/s}) \text{ ó } (\text{cm/s})/\text{cm Hg}$$

- 30 Hemos demostrado que múltiples capas de nanofibras en una configuración de baja solidez, presentan una eficiencia elevada en la captura de partículas en el rango de niveles HEPA y sub-HEPA. Además, combinando dos o

varios medios de nanofibras de eficiencia a nivel HEPA, es totalmente factible construir medios de nanofibras que presentan eficiencia en el nivel ULPA.

5 Hemos generado medios de nanofibras con diversos niveles de eficiencia distintos, y evaluado rendimientos de medios de vidrio y PTFE expandido disponibles comercialmente. A partir de nuestros resultados, parece que el medio de nanofibras presenta un rendimiento muy similar al de e-PTFE, e incluso un rendimiento mejor que el medio de vidrio. El nivel de mejora del rendimiento sobre el medio de vidrio depende de la eficiencia objetivo, y puede variar del 15 al 35% de menor caída de presión para una eficiencia dada, a las velocidades de flujo (10,5 y 18 fpm) probadas. Es muy probable que un mayor refinamiento de la estructura de nanofibras pueda extender el beneficio incluso a más del 15-35%

10 El medio de nanofibras presenta buena limpiabilidad por pulsos, mientras que el medio de vidrio sin ningún soporte u otro tipo de mejora, no se limpió por pulsos y simplemente se rompió después de unos pocos pulsos. Esta propiedad única del medio de nanofibras puede jugar un papel importante en el campo, debido a que este tipo de medios HEPA pueden ser utilizados en aplicaciones en las que las concentraciones de polvo y los caudales son elevados, puesto que el medio se limpiaría regularmente utilizando pulsos inversos. Hemos plegado satisfactoriamente el
15 medio de nanofibras sobre una plegadora de tipo cuchilla, con formas de pliegue bien definidas y buenas eficiencias retenidas.

La descripción, los ejemplos y los datos anteriores dan a conocer una descripción completa de la fabricación y el método de utilización, de la composición y de las realizaciones de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Una tela que comprende una capa de fibras finas sustancialmente continua que tiene un grosor de capa de 0,5 a 500 micras, comprendiendo la capa un medio separador que comprende un material particulado inerte con un tamaño de partículas de 0,05 a 200 micras dispersado a través de la fibra en la capa, estando presente el material
5 particulado en una cantidad del 0,1 al 50% en volumen; teniendo la fibra un diámetro de aproximadamente 0,0001 hasta aproximadamente 2 micras, y teniendo la capa una solidez de las fibras finas de aproximadamente el 0,1 al 50%.
2. La tela de la reivindicación 1, en la que la fibra tiene un diámetro de aproximadamente 0,001 a 1 micras, estando
10 presente el material particulado en una cantidad del 0,5 al 40% en volumen, y teniendo la capa una solidez de fibras finas de aproximadamente el 0,5 al 30%.
3. La tela de la reivindicación 1, en la que la fibra tiene un diámetro de aproximadamente 0,001 a 0,5 micras, estando presente el material particulado en una cantidad del 1 al 30% en volumen, y teniendo la capa una solidez de fibras finas de aproximadamente el 1 al 20 %.
4. La tela de la reivindicación 1, en la que la tela tiene un factor de calidad de 100 a 105.
5. La tela de la reivindicación 1, en la que el grosor de la tela de fibras es de aproximadamente 1 a 100 veces el
15 diámetro de la fibra.
6. La tela de la reivindicación 1, en la que la tela comprende aproximadamente del 20 al 80% en peso de fibras, y aproximadamente del 80 al 20% en peso del medio separador.
7. La tela de la reivindicación 1, en la que la tela comprende aproximadamente del 30 al 75% en peso de fibras, y
20 aproximadamente del 70 al 25% en peso del medio separador.
8. La tela de la reivindicación 1, en la que el material particulado tiene un tamaño de partículas de 0,05 a 100 micras.
9. La tela de la reivindicación 1, en la que el medio separador comprende un material particulado sustancialmente circular.
10. La tela de la reivindicación 9, en la que el material particulado tiene un diámetro menor de 200 micras.
11. La tela de la reivindicación 9, en la que el material particulado tiene un diámetro de aproximadamente 5 a 200
25 micras.
12. La tela de la reivindicación 9, en la que el material particulado tiene un diámetro de aproximadamente 0,05 a 100 micras.
13. La tela de la reivindicación 9, en la que el material particulado tiene una dimensión principal de aproximadamente
30 0,1 a 70 micras.
14. La tela de la reivindicación 1, en la que la tela tiene una permeabilidad Frazier de aproximadamente 1 a aproximadamente 50 m-minutos⁻¹ y una eficiencia de aproximadamente el 40 a aproximadamente el 99,99% bajo ASTM 1215-89, utilizando un material particulado monodisperso de látex de poliestireno de 0,78 micras, a 8,1 m-min⁻¹ ó 20 pies-min⁻¹.
15. La tela de la reivindicación 1, en la que la tela tiene una permeabilidad Frazier de aproximadamente 1 hasta
35 aproximadamente 50 m-minutos⁻¹ y una eficiencia de aproximadamente 40 a aproximadamente 99,9999%, medida utilizando un banco de pruebas de eficiencia fraccional TSI 3160 utilizando material particulado monodisperso de ftalato de dioctilo de 0,3 micras, a 3,2 m-min⁻¹ ó 10,5 pies-min⁻¹.
16. La tela de la reivindicación 1, en la que la estructura de filtro comprende dos o varias capas de fibras finas con
40 un grosor de, por lo menos, unas 0,5 micras, por lo menos una capa carece de material particulado y por lo menos una capa tiene material particulado distribuido a través de cada capa de fibras finas.
17. El medio de la reivindicación 1, en el que el material particulado comprende un material polimérico y la fibra de la capa está sustancialmente adherida al material particulado.
18. El medio de la reivindicación 16, en el que el material particulado comprende nailon.

- 19. El medio de la reivindicación 16, en el que el material particulado comprende poliolefina.
- 20. El medio de la reivindicación 16, en el que el material particulado comprende poliéster.
- 21. El medio de la reivindicación 16, en el que el material particulado comprende una aramida.
- 22. El medio de la reivindicación 9, en el que el material particulado es esférico.
- 5 23. El medio de la reivindicación 9, en el que el material particulado es amorfo.
- 24. El medio de la reivindicación 9, en el que el material particulado es monodisperso.
- 25. El medio de la reivindicación 9, en el que el material particulado es polidisperso.
- 26. La tela de la reivindicación 1, en la que la tela tiene un gradiente en la distribución interior del medio de separación.
- 10 27. La tela de la reivindicación 1, en la que la tela tiene un gradiente de la distribución interior de la fibra.
- 28. Un medio de filtro, que comprende la tela de la reivindicación 1 y una capa de soporte.
- 29. Un filtro, que comprende una estructura de soporte del filtro y el medio de la reivindicación 27.

FIG. 1

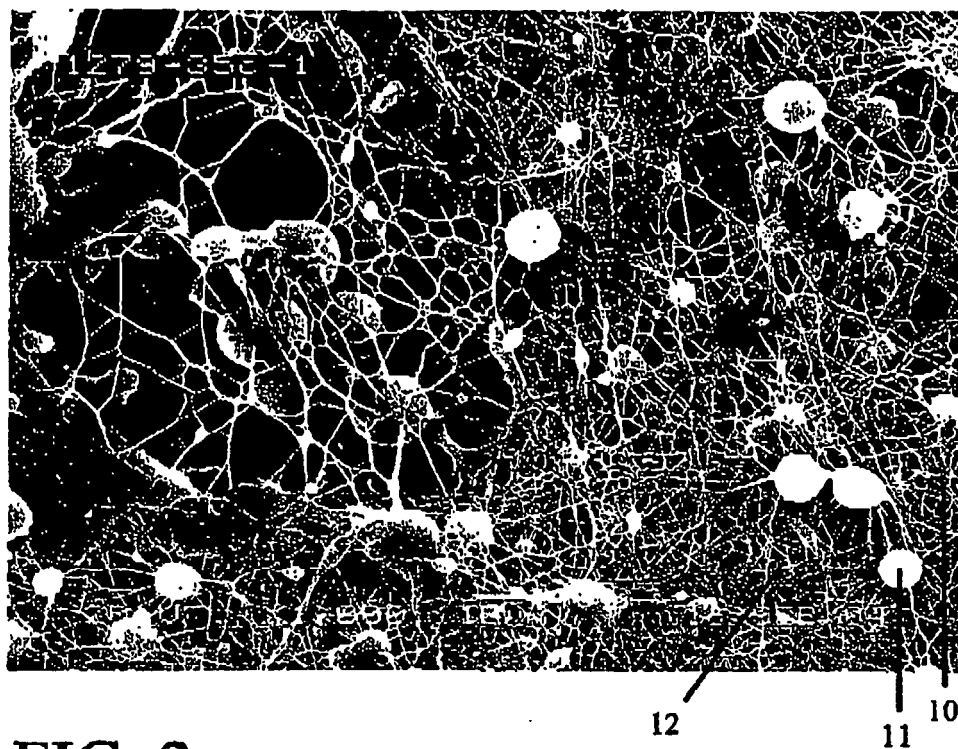


FIG. 2

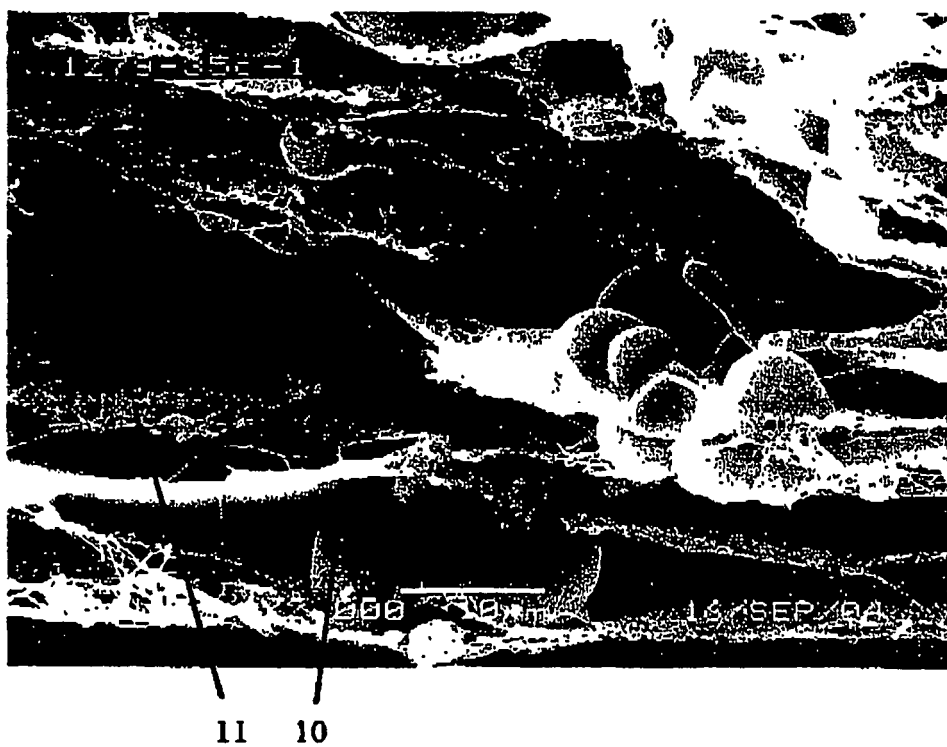


FIG. 3

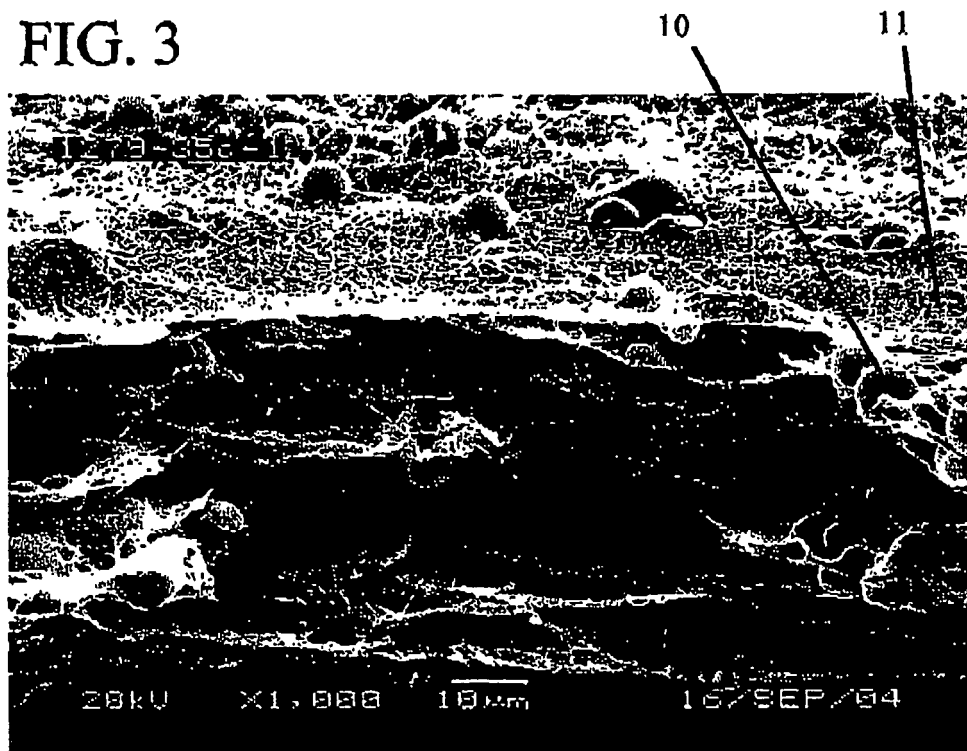


FIG. 4A

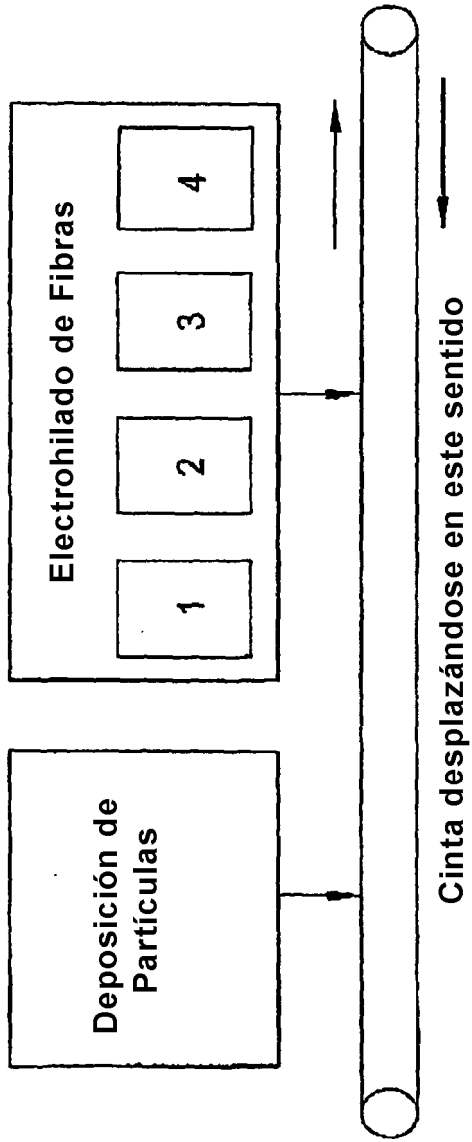


FIG. 4B

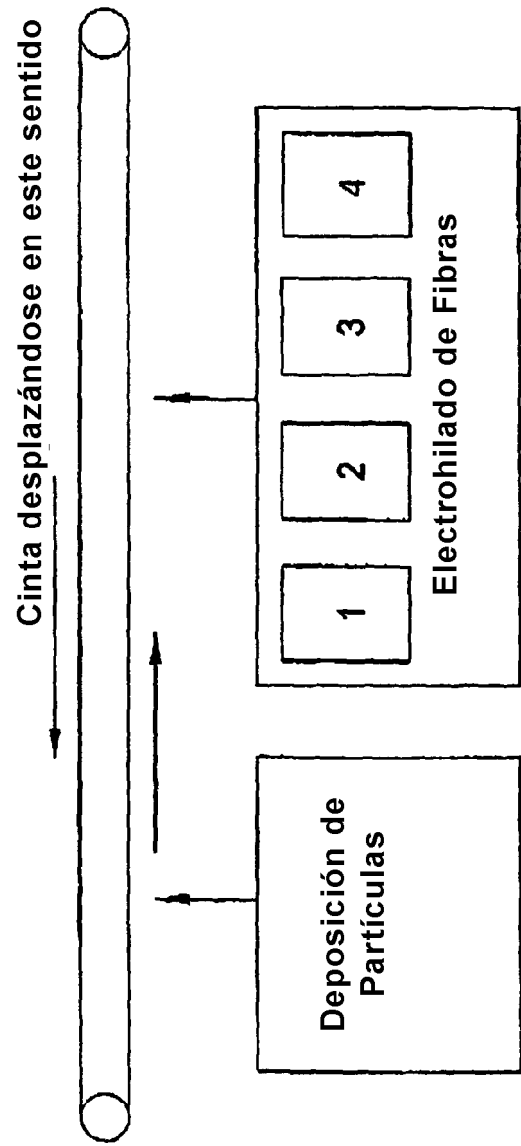


FIG. 5

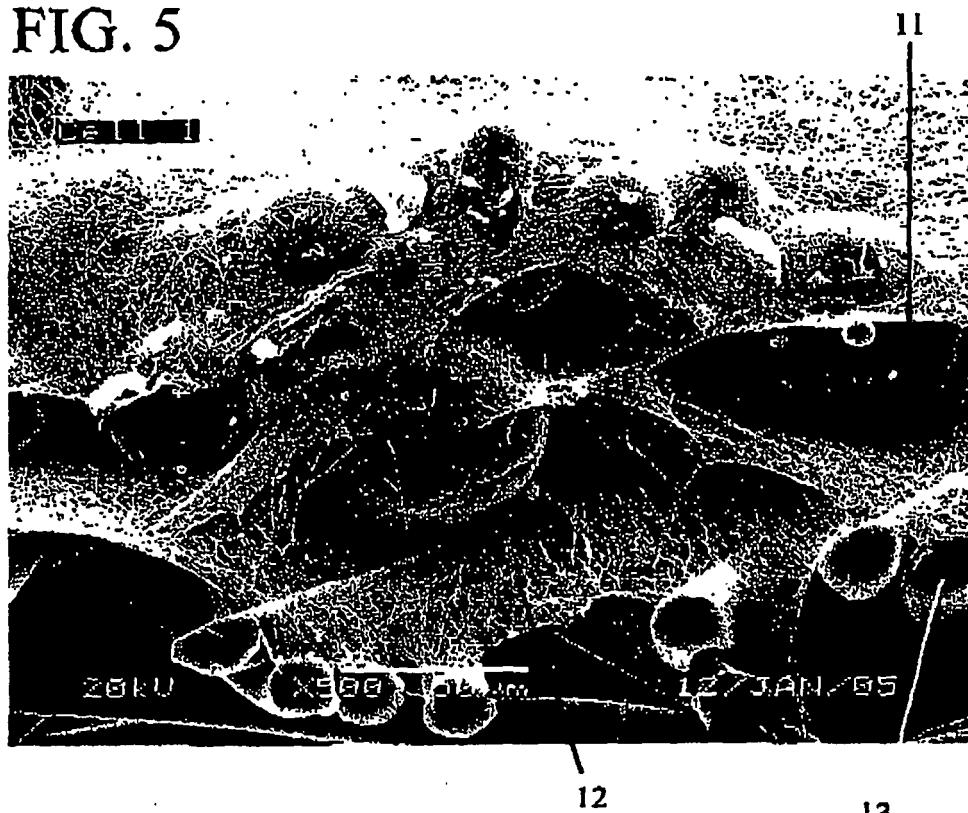


FIG. 6

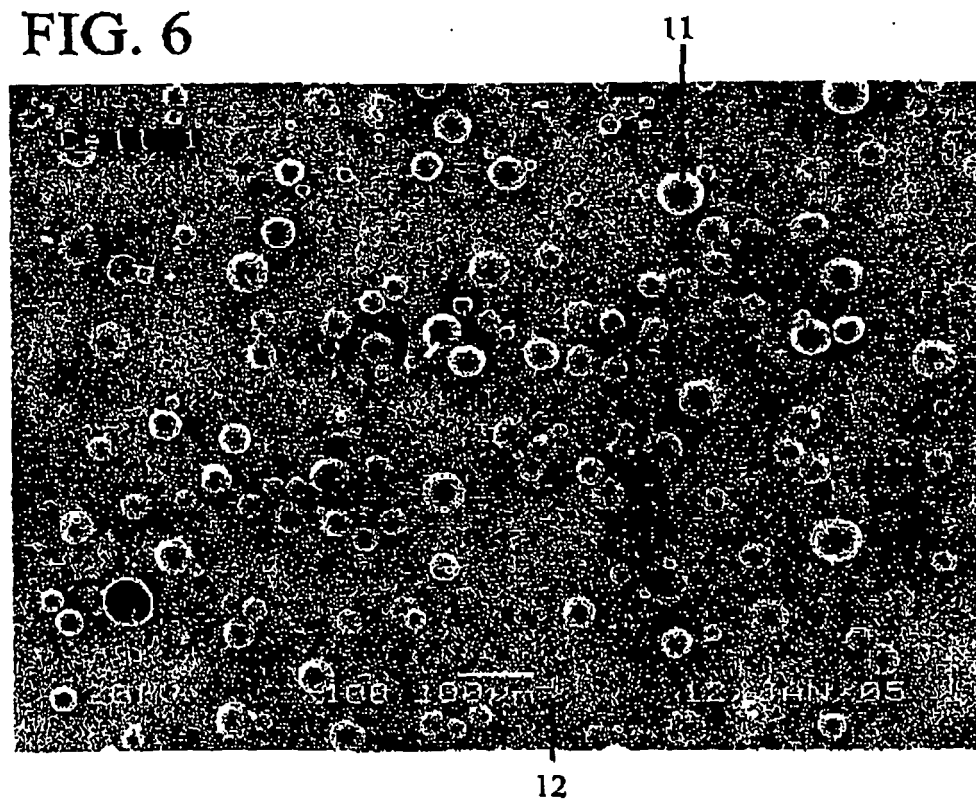


FIG. 7a

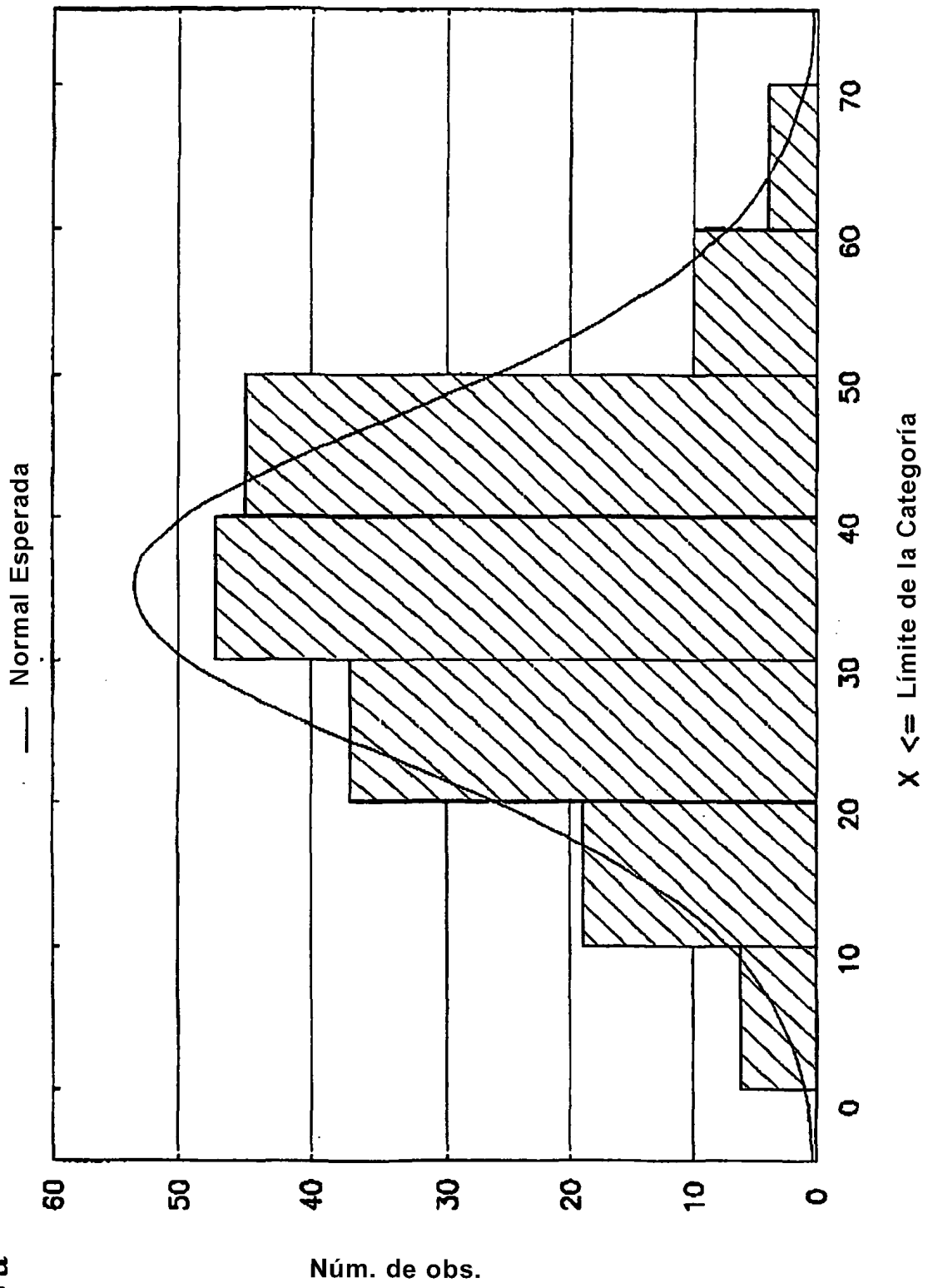


FIG. 7b

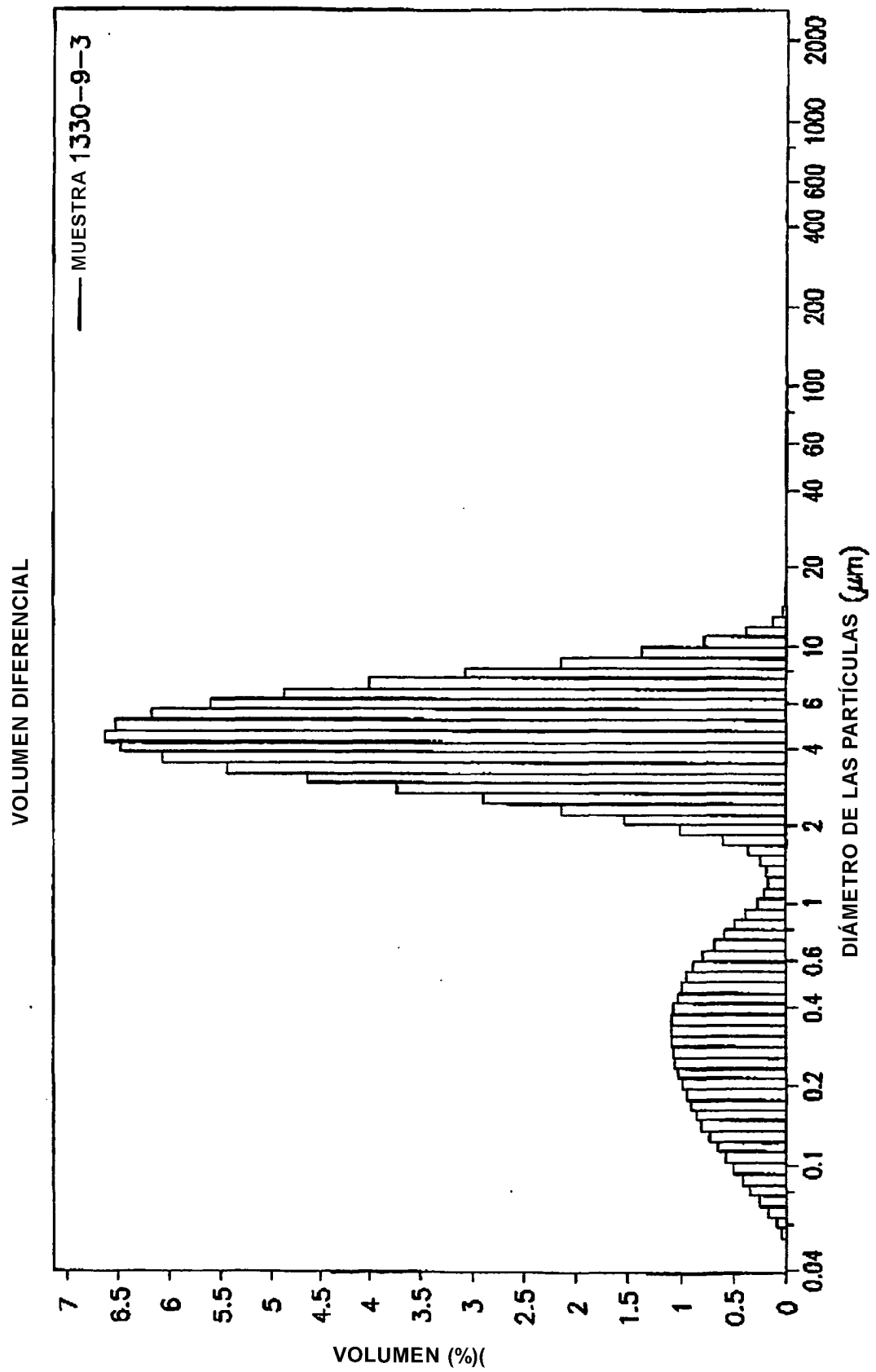


FIG. 8

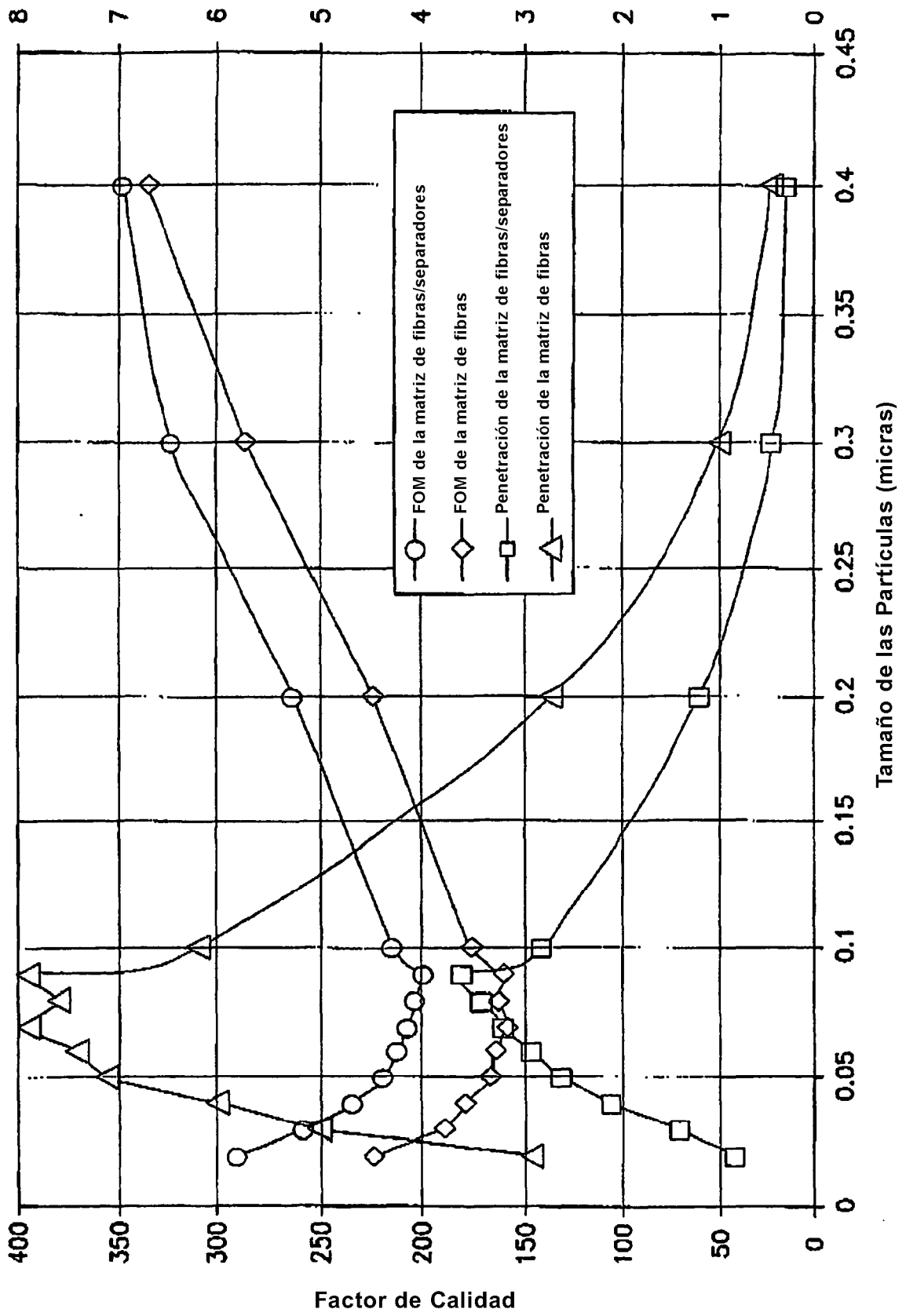


FIG. 9

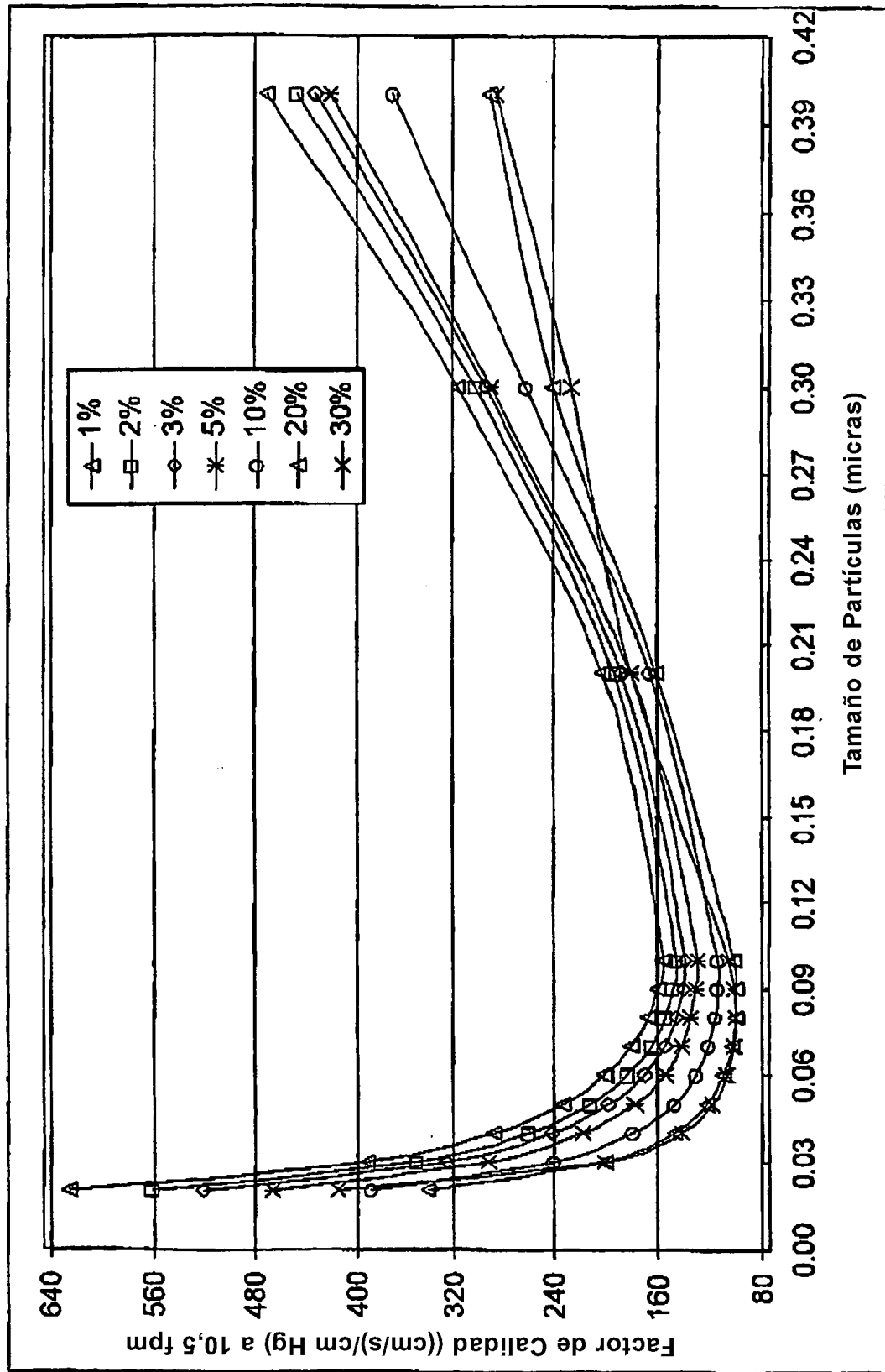


FIG. 10

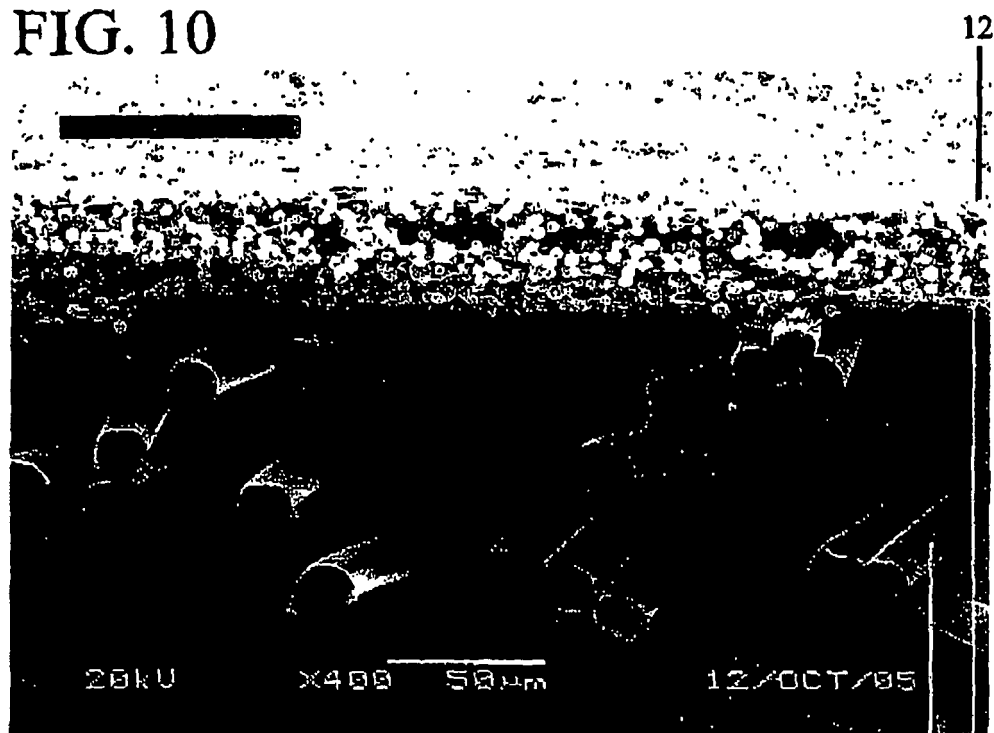


FIG. 11

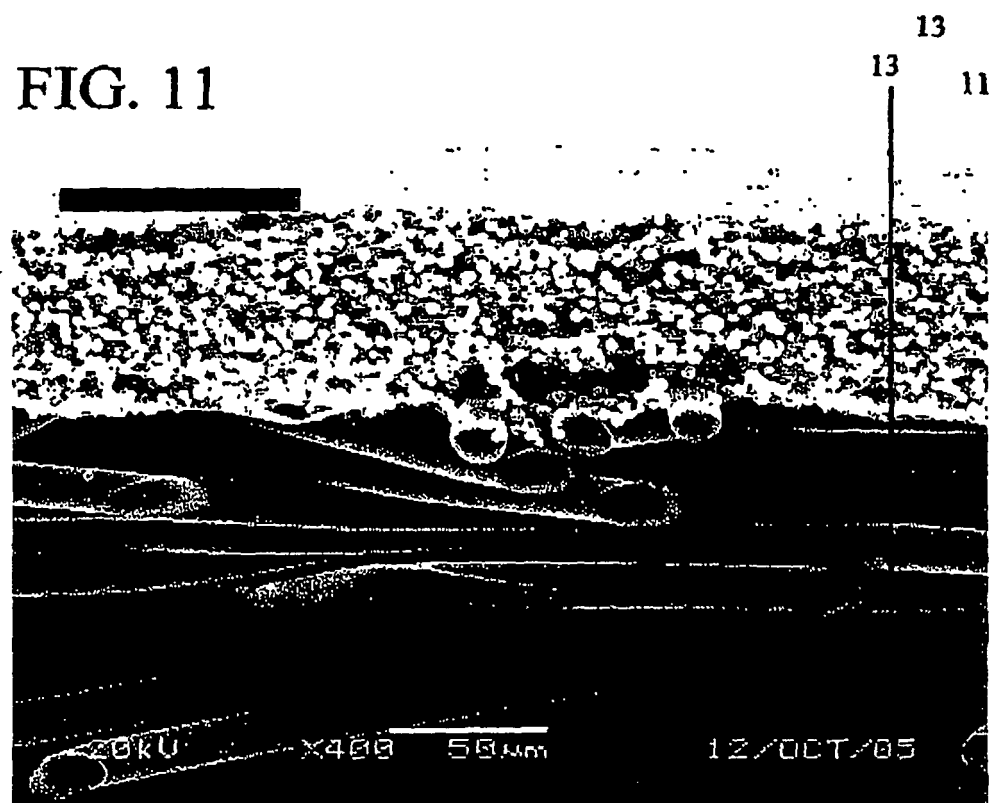
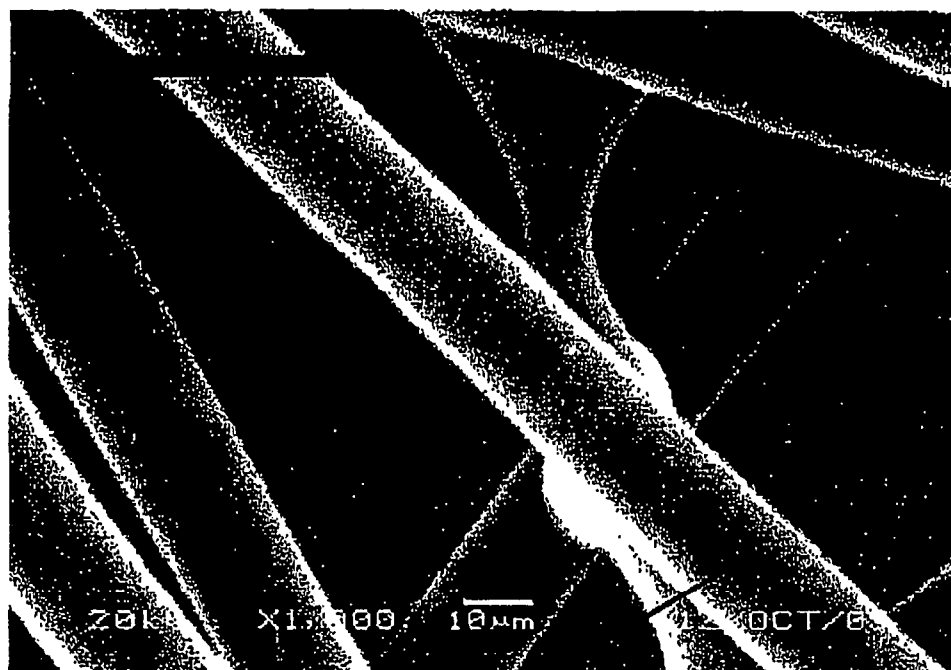
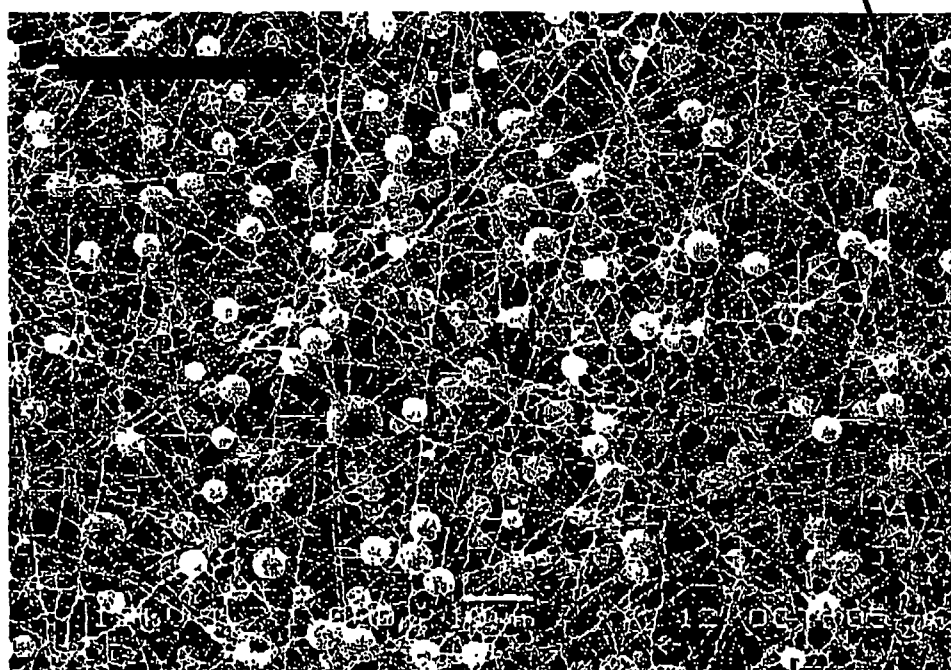


FIG. 12



13

FIG. 13



11

12

FIG. 14

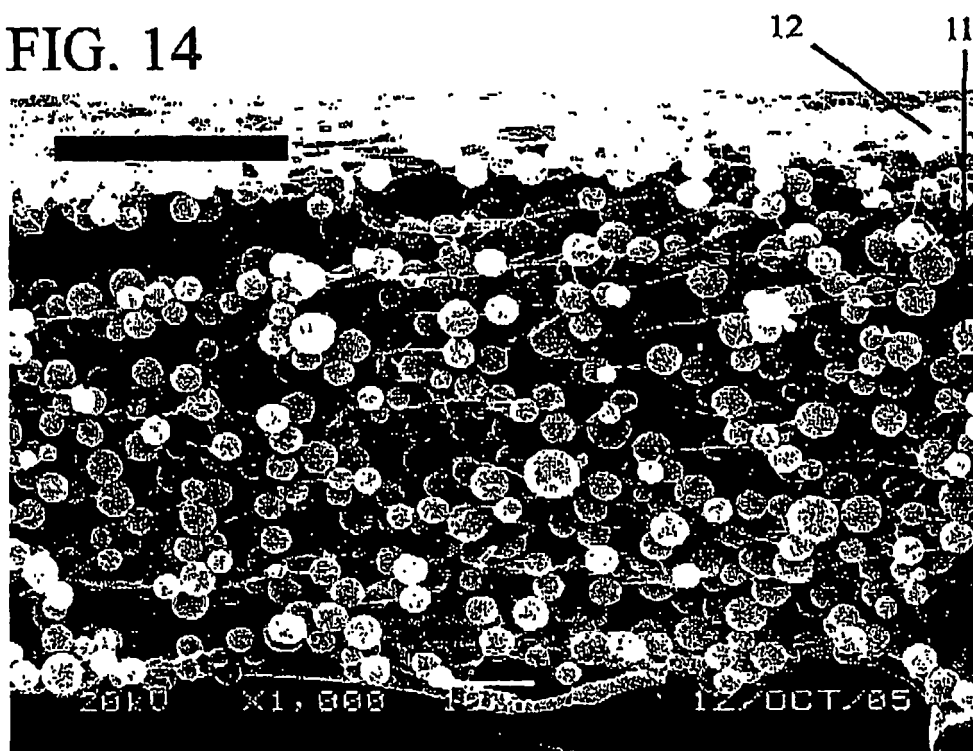


FIG. 15

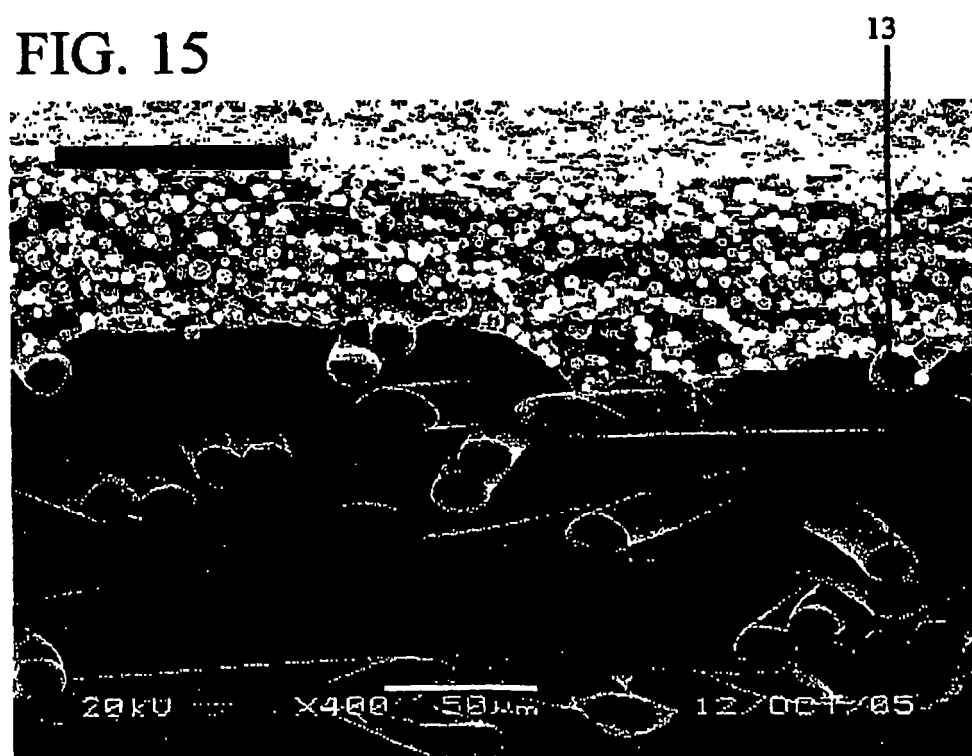


FIG. 16

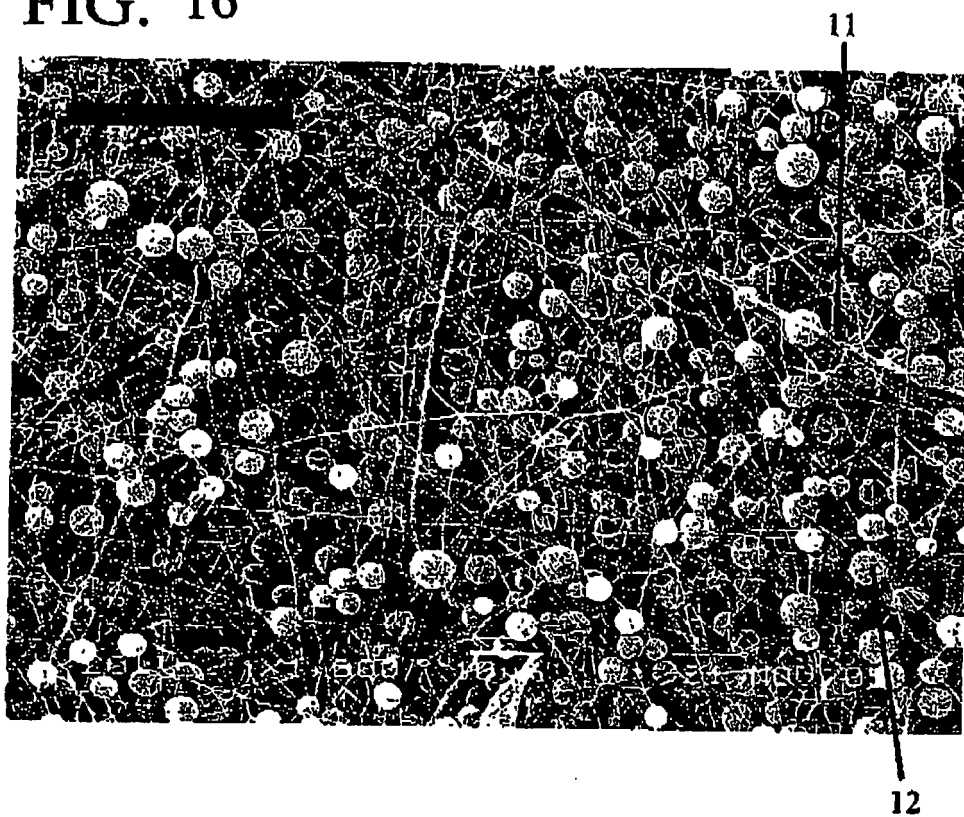


FIG. 17

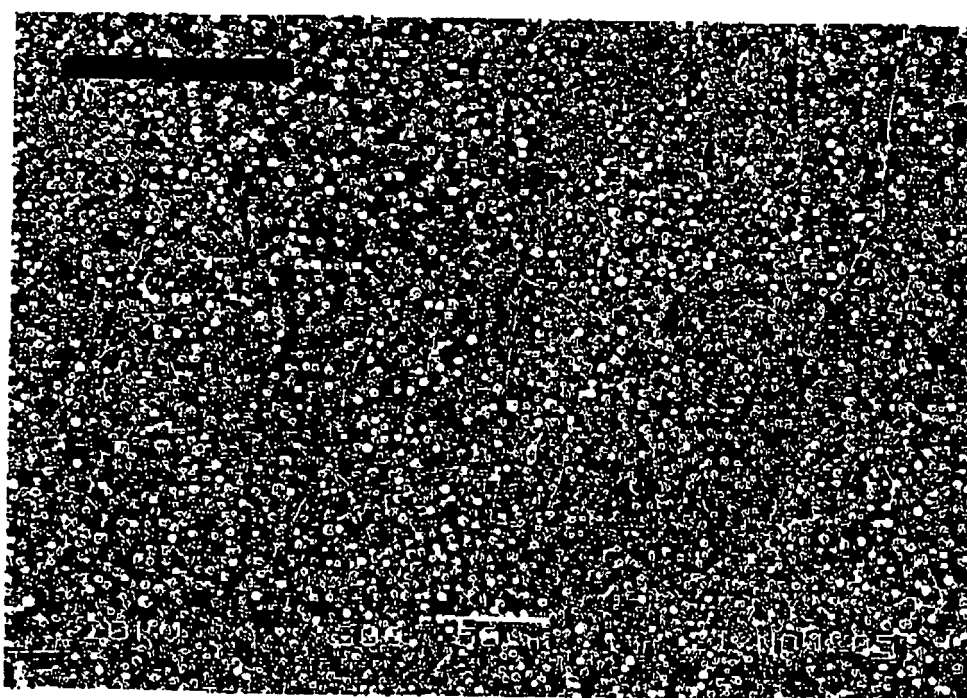


FIG. 18

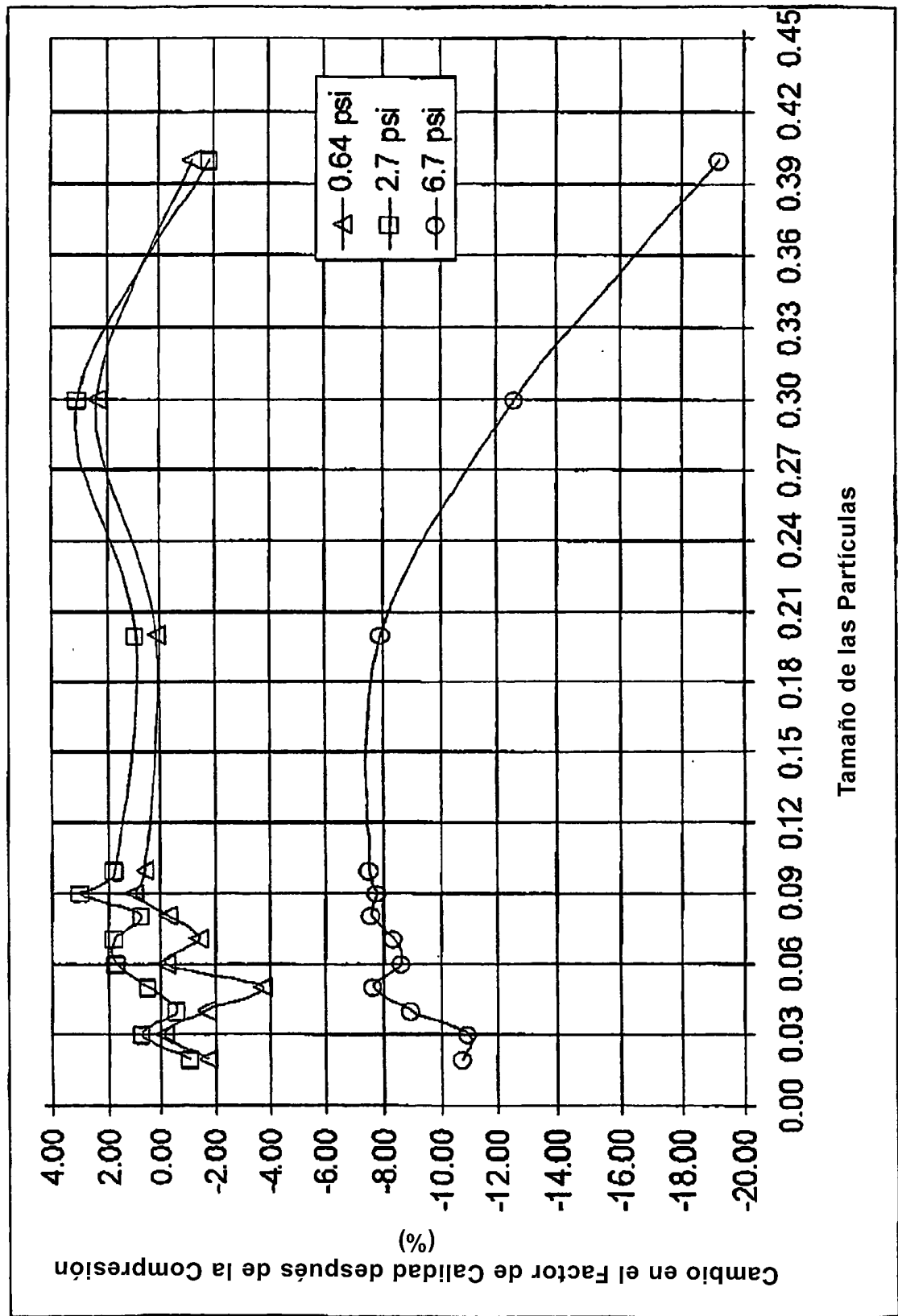


FIG. 19

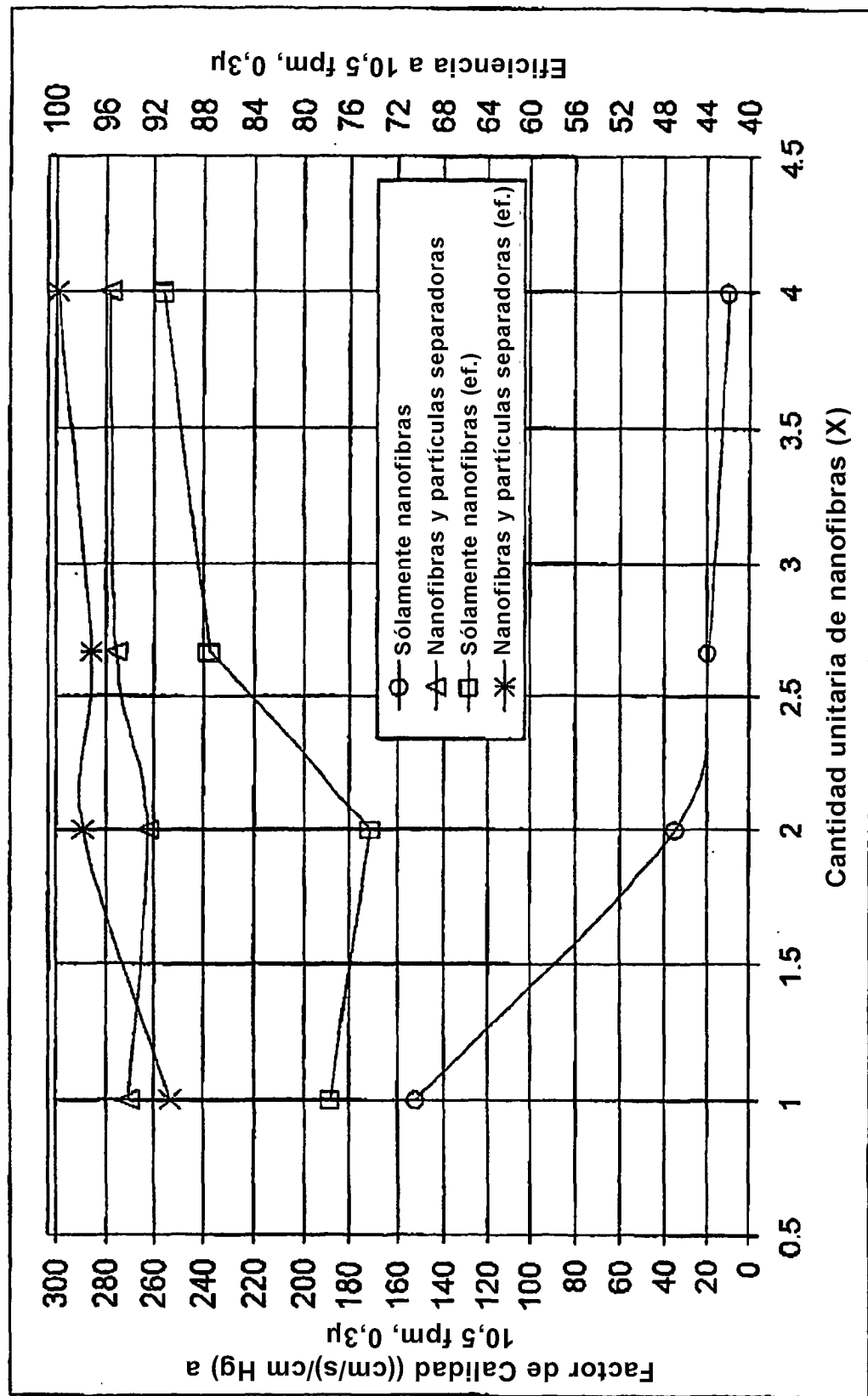


FIG. 20

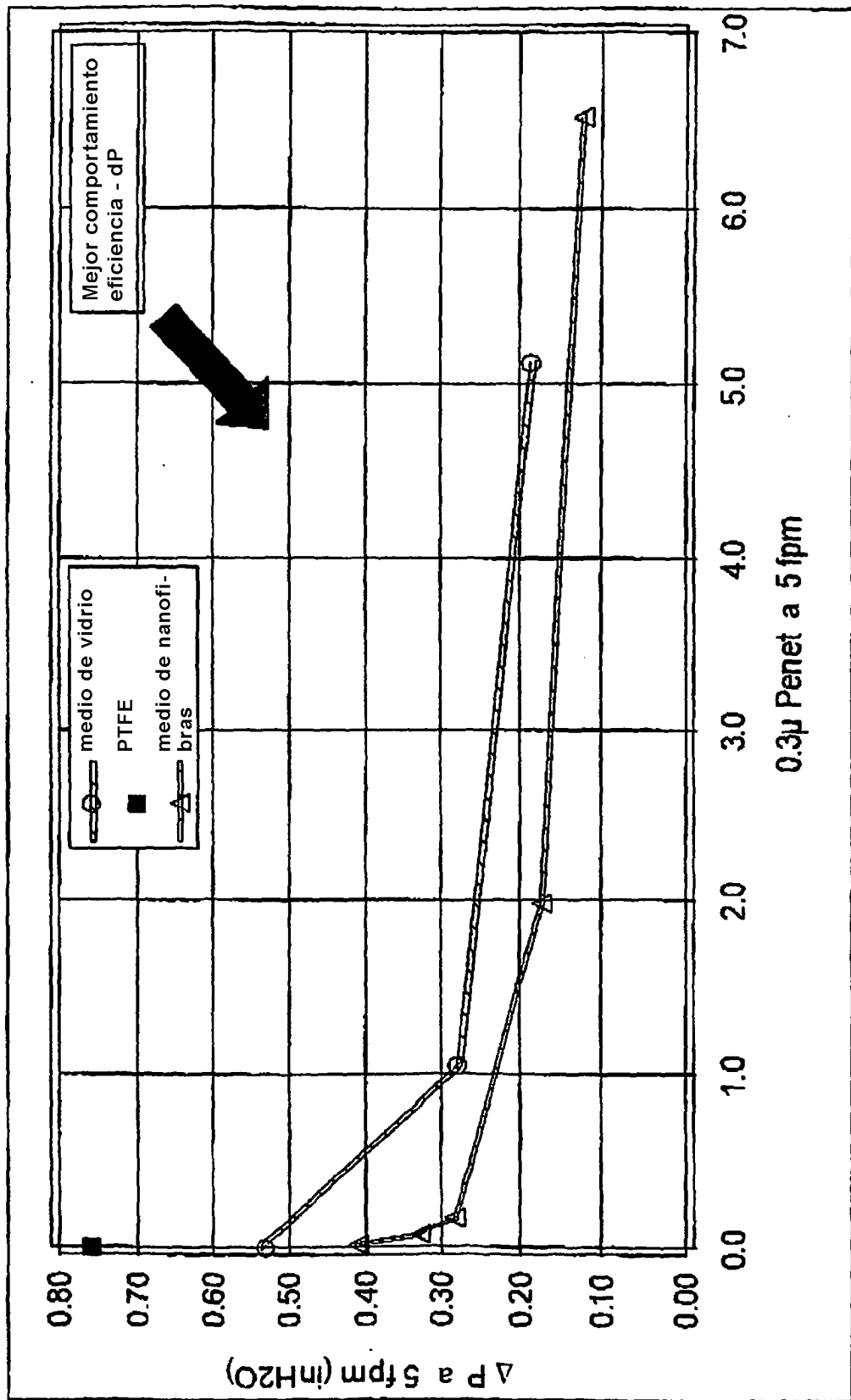


FIG. 21

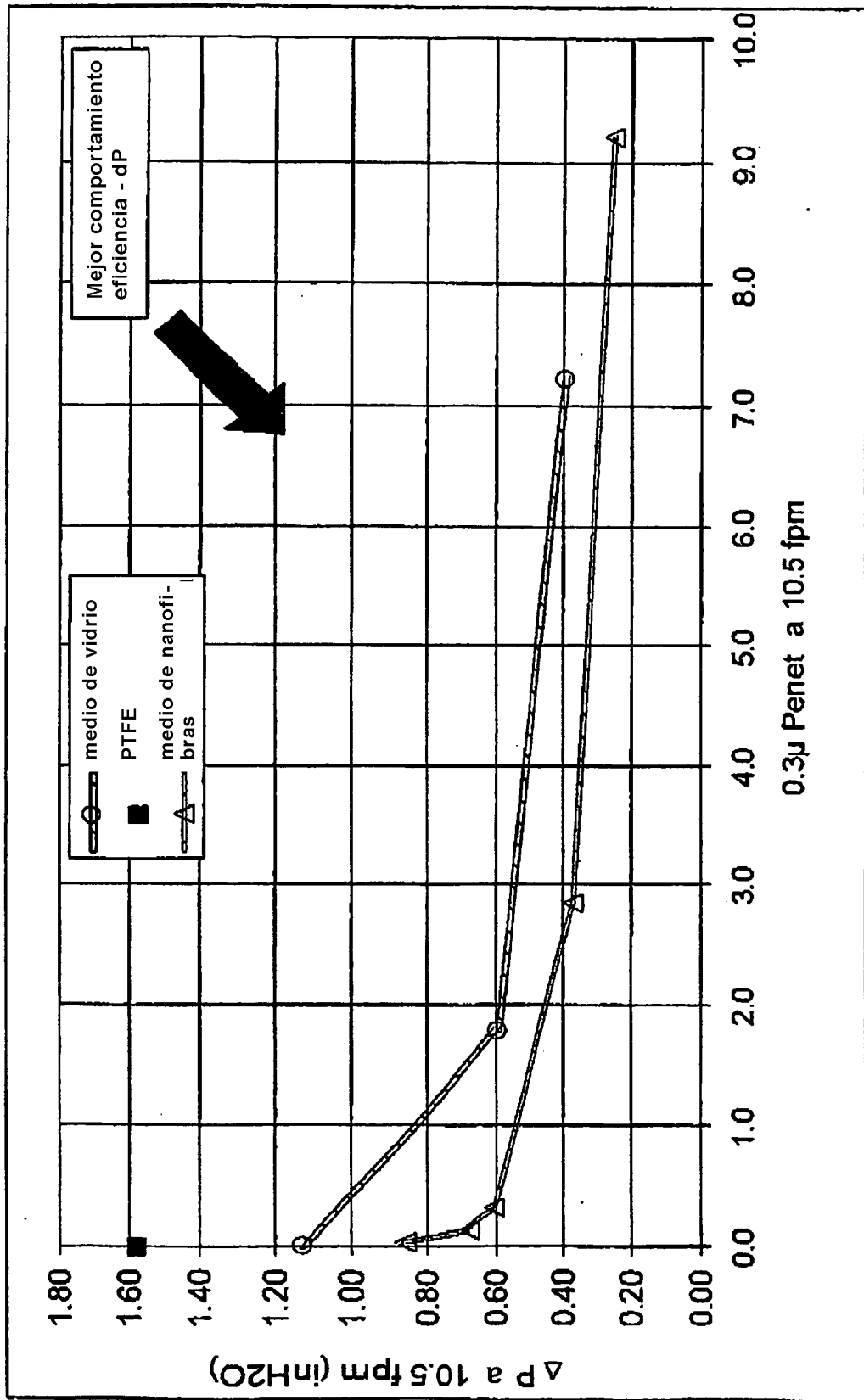


FIG. 22

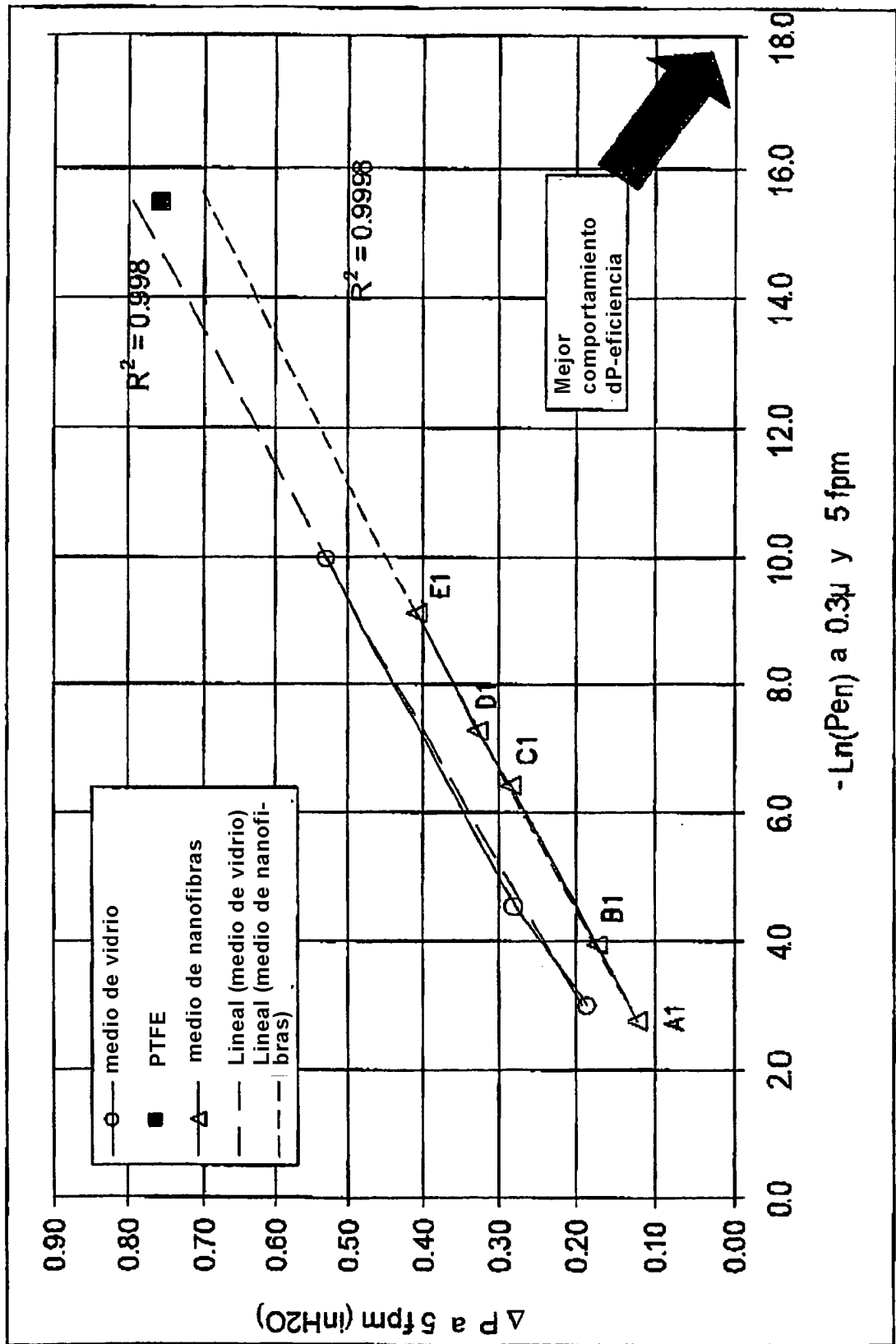


FIG. 23

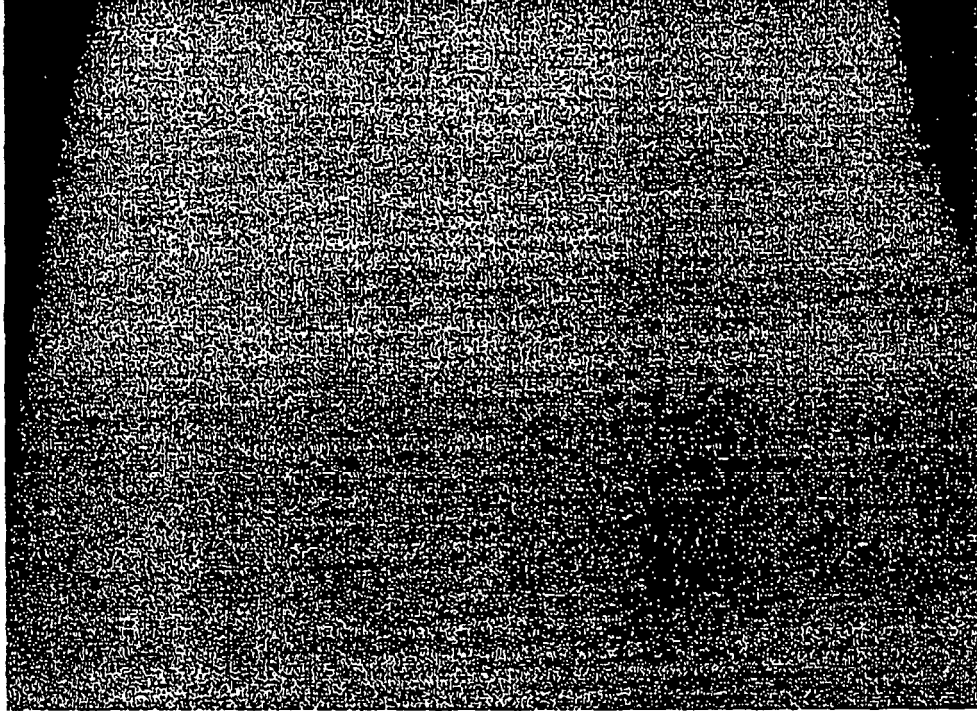


FIG. 24

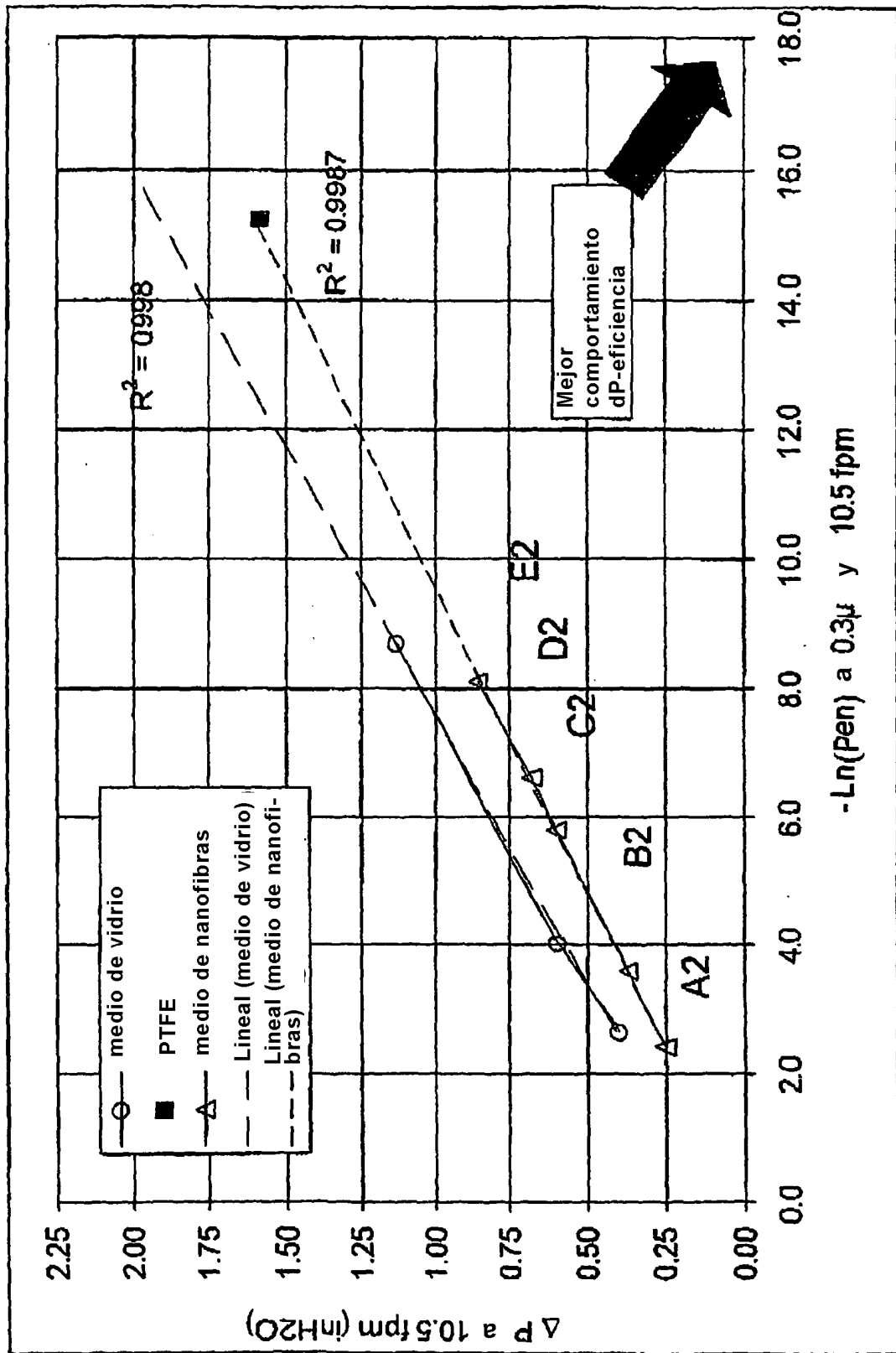


FIG. 25

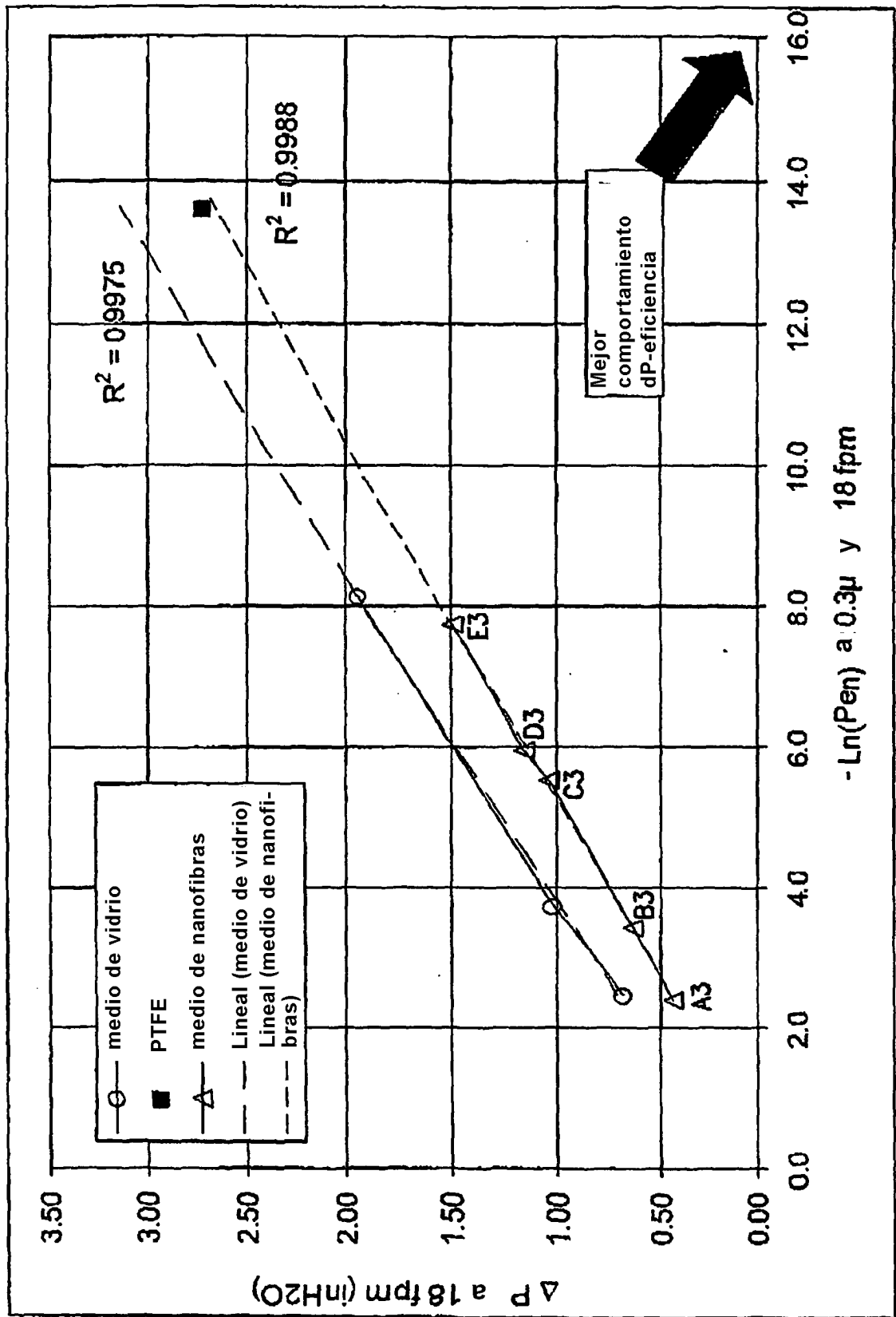


FIG. 26

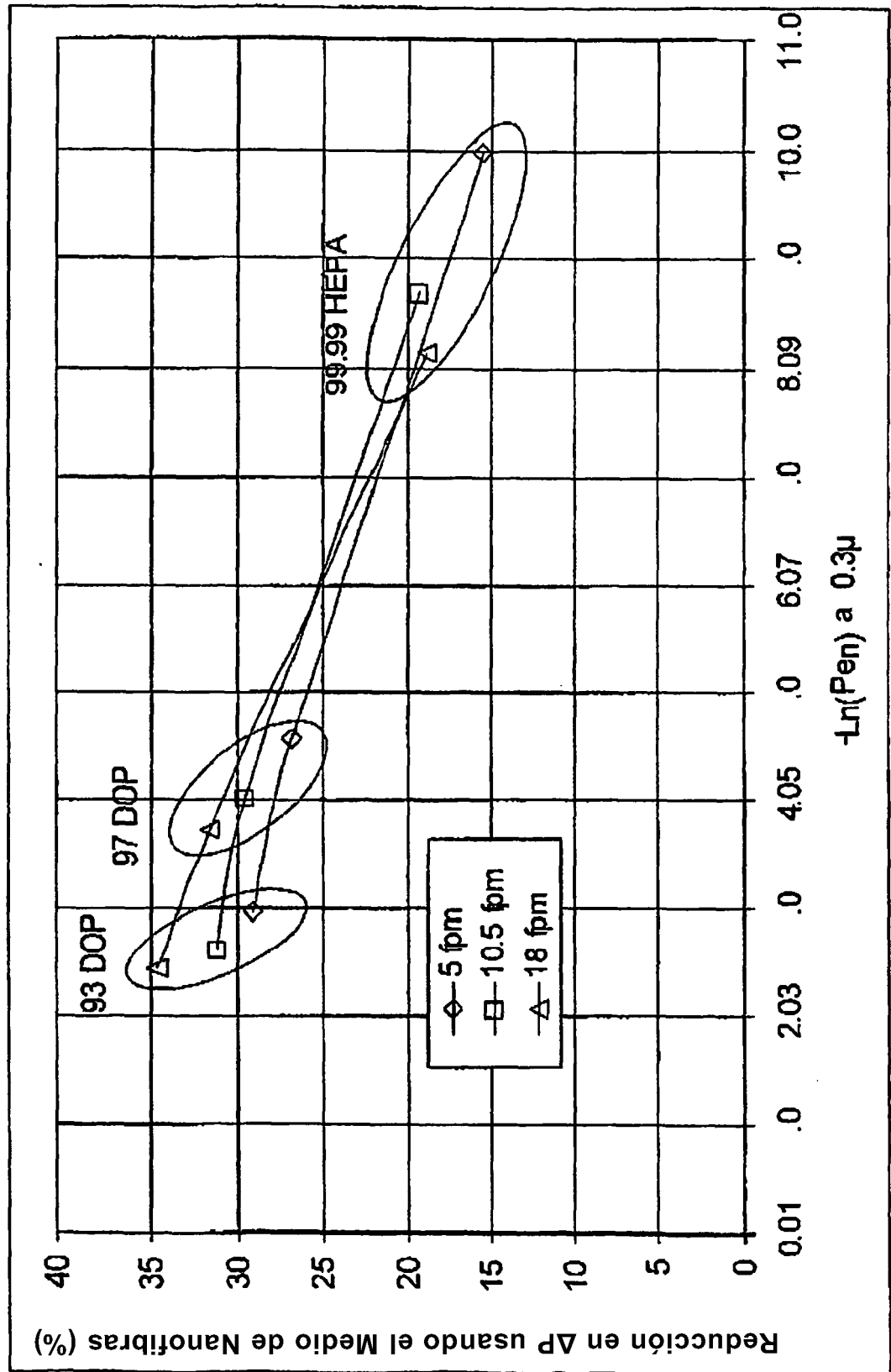


FIG. 27

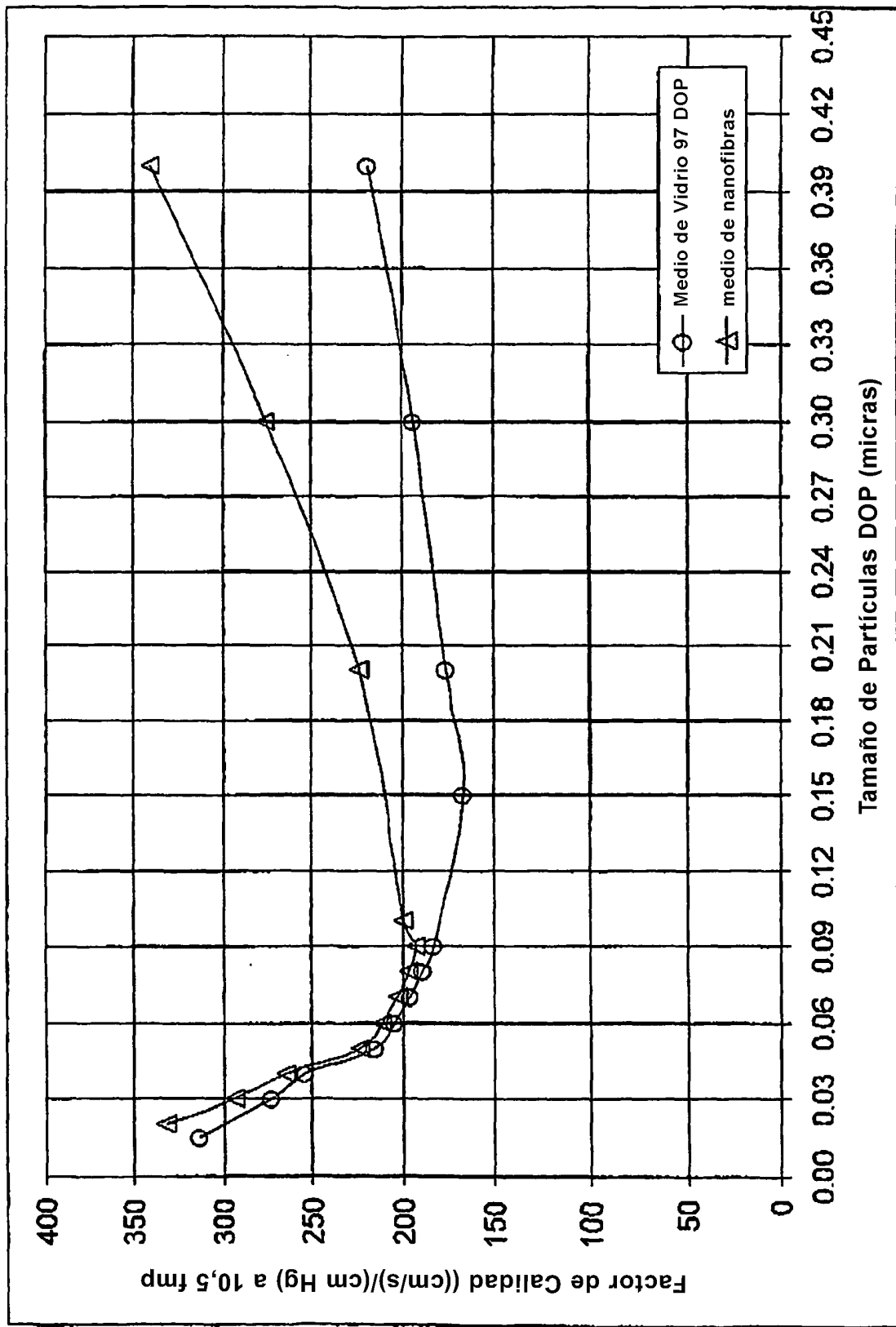


FIG. 28A

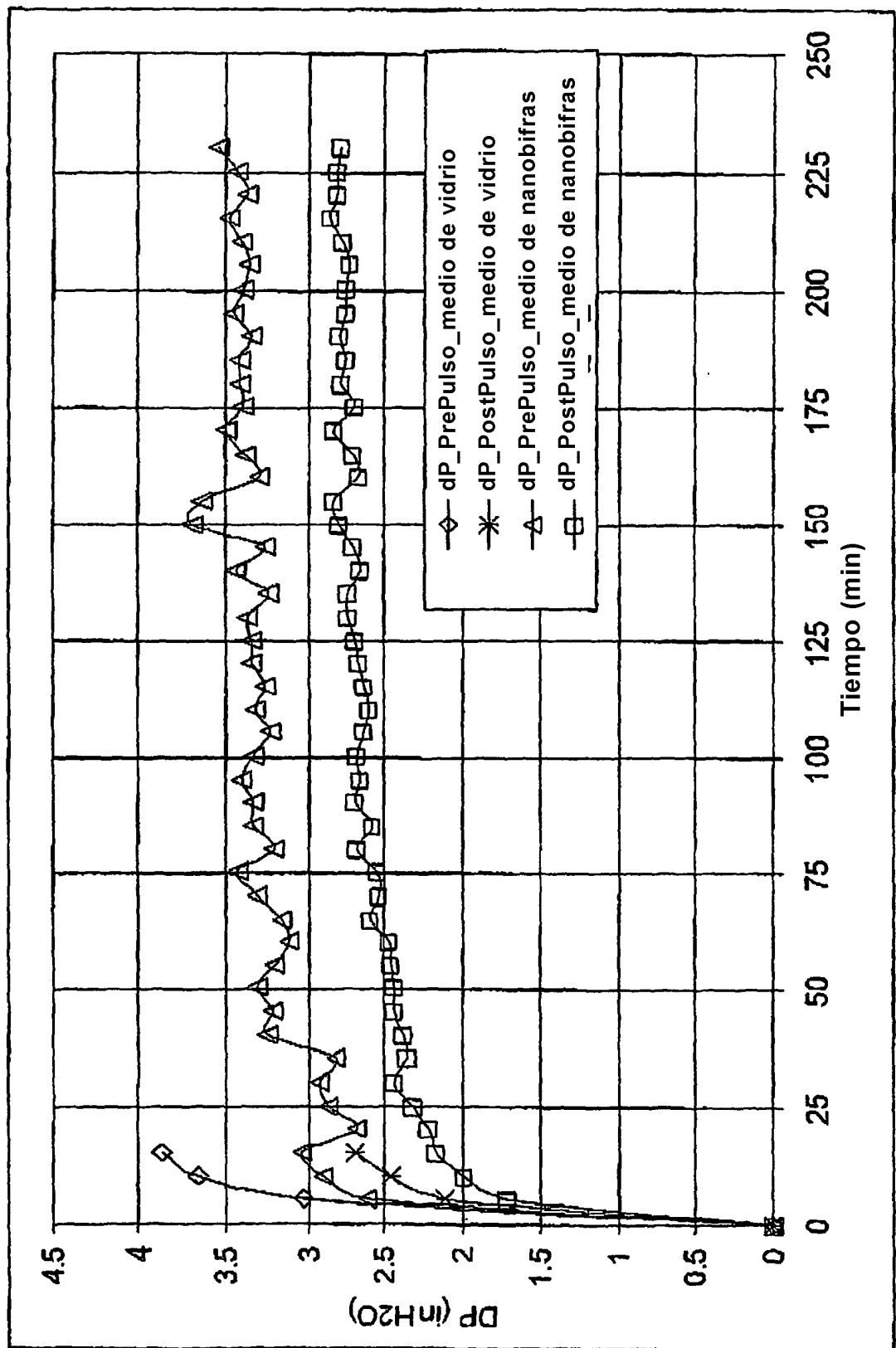


FIG. 28B

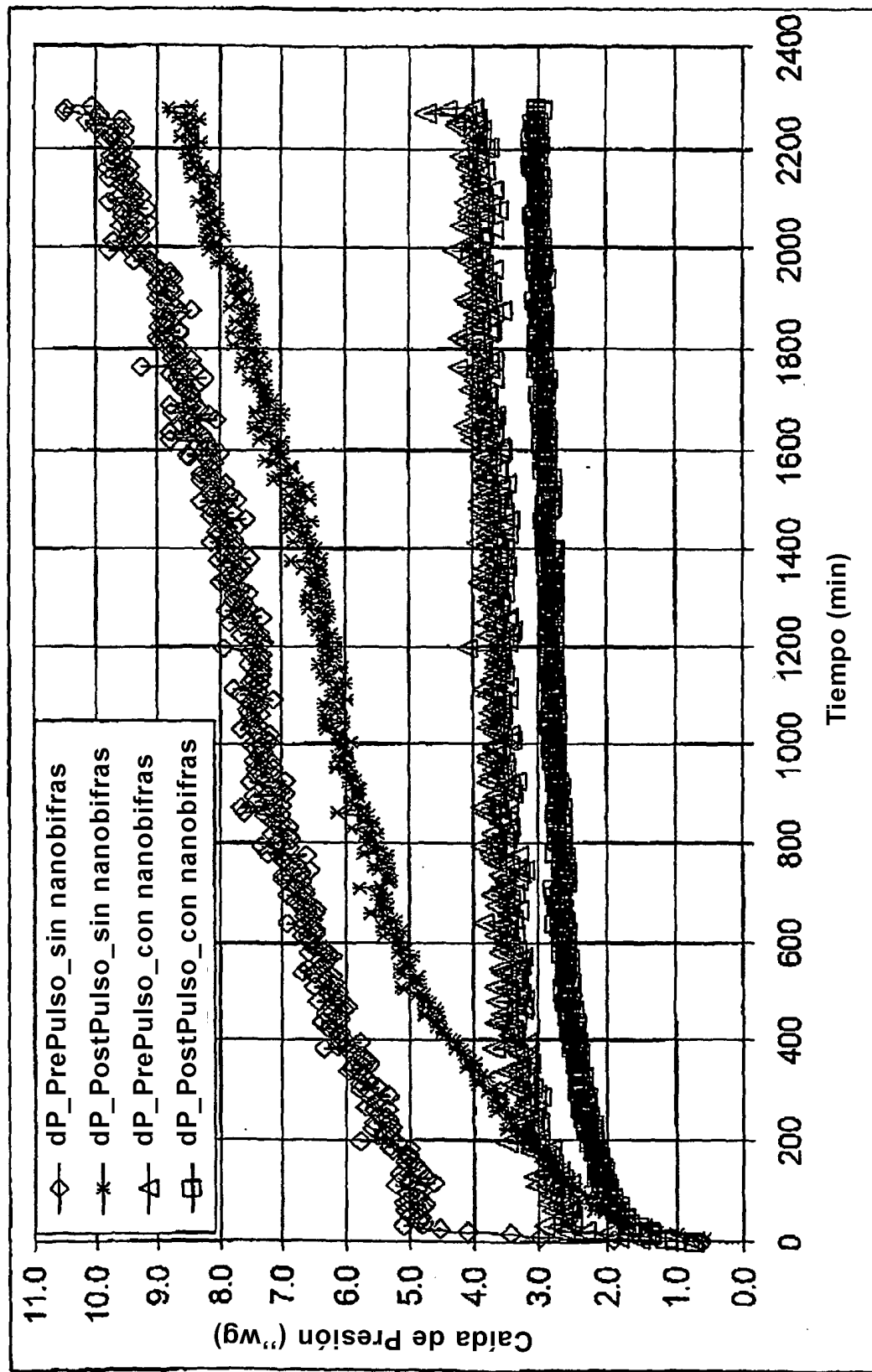


FIG. 29

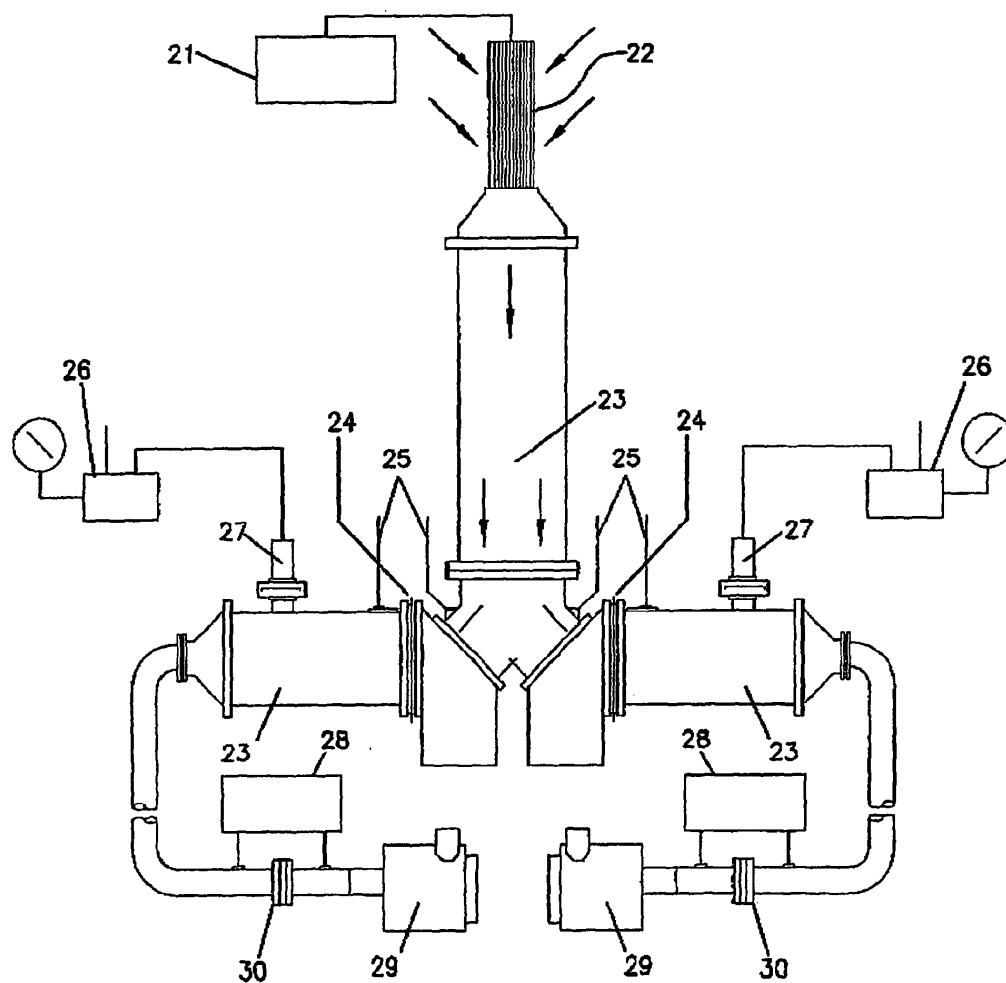


FIG. 30

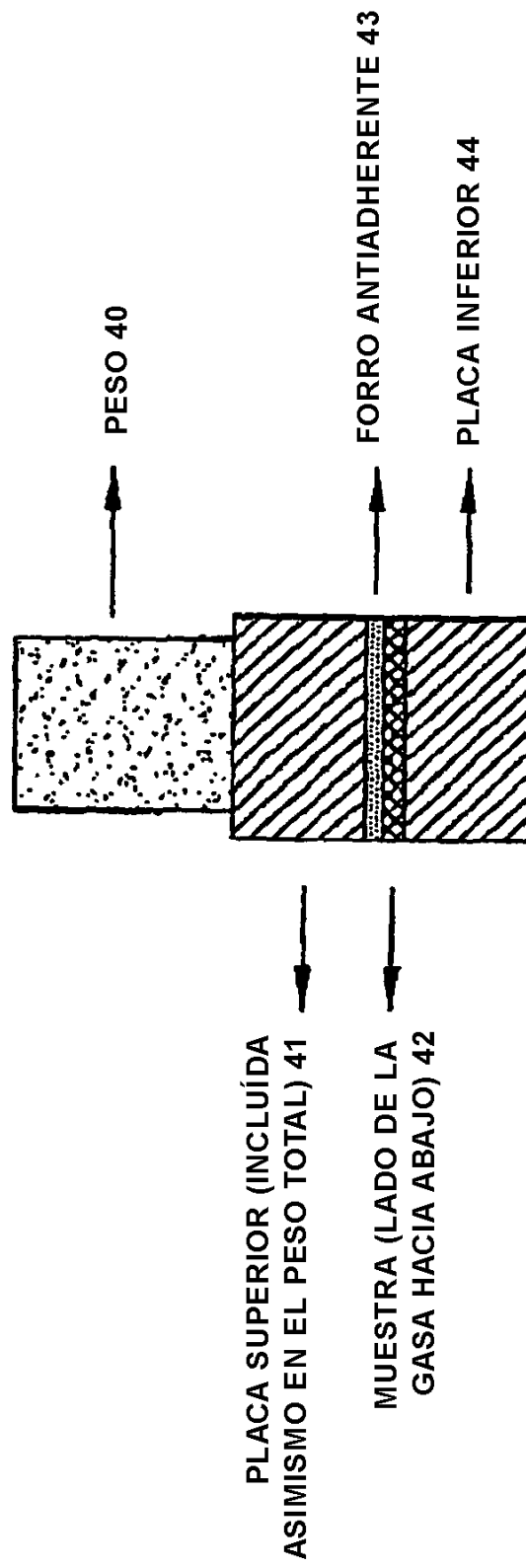


FIG. 31a

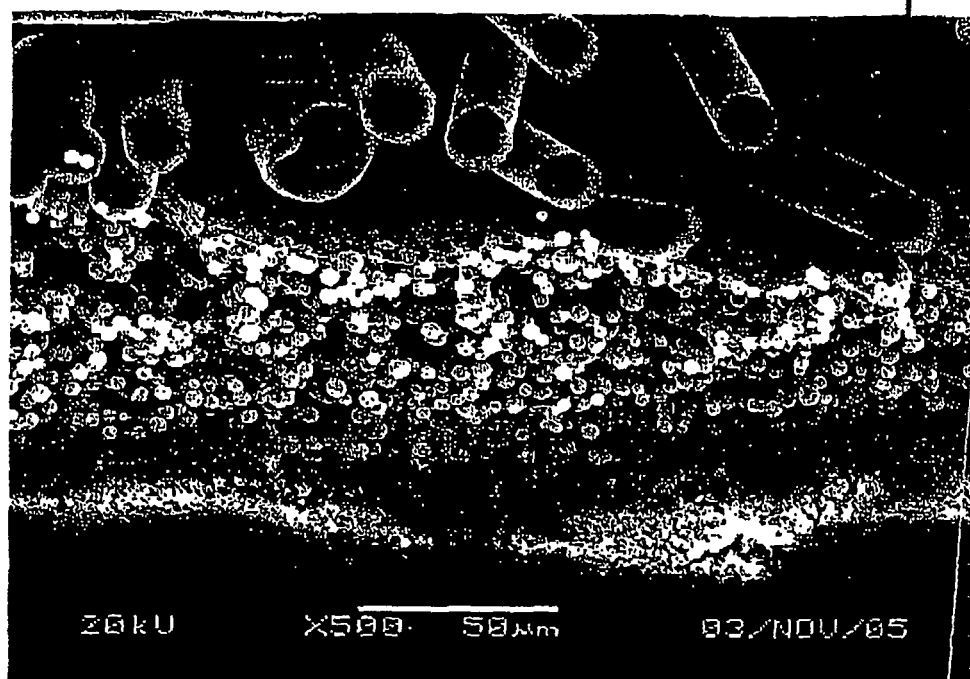
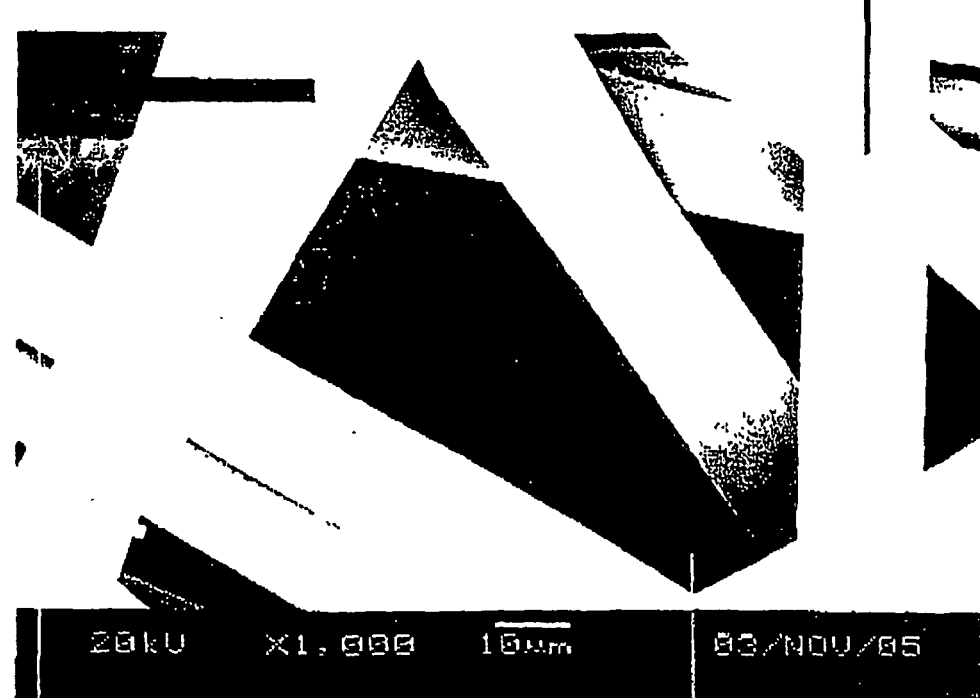


FIG. 31b



11

12

FIG. 32

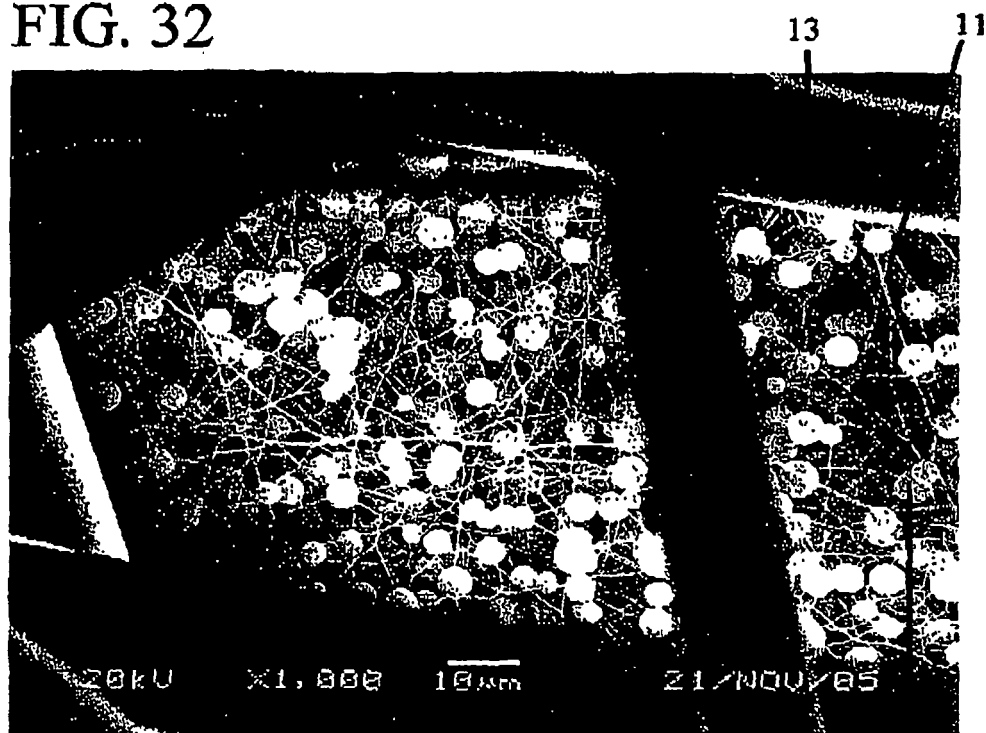


FIG. 33



FIG. 34

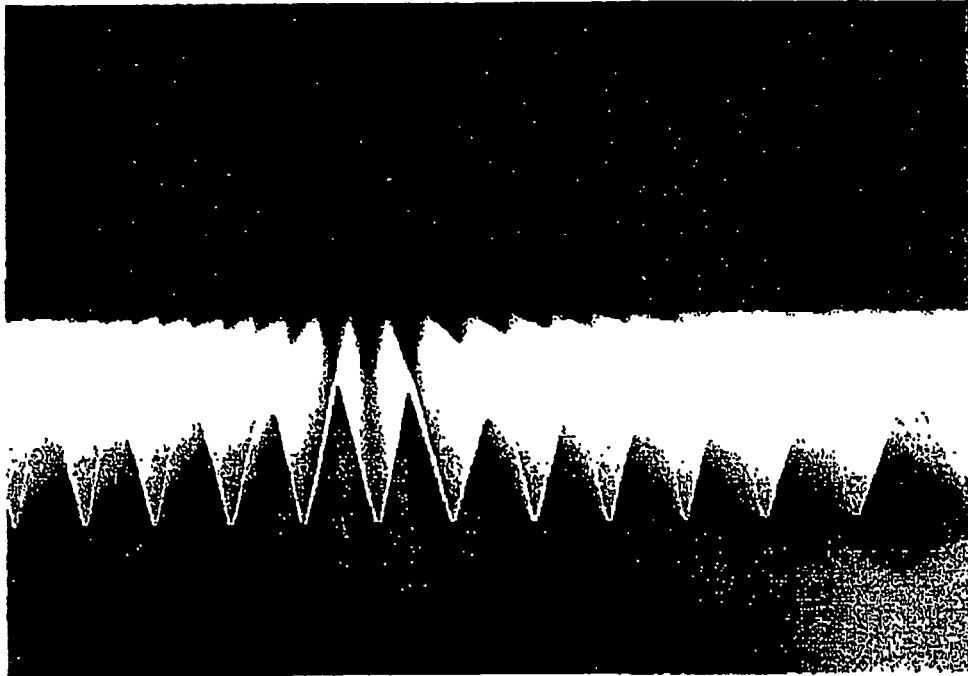


FIG. 35

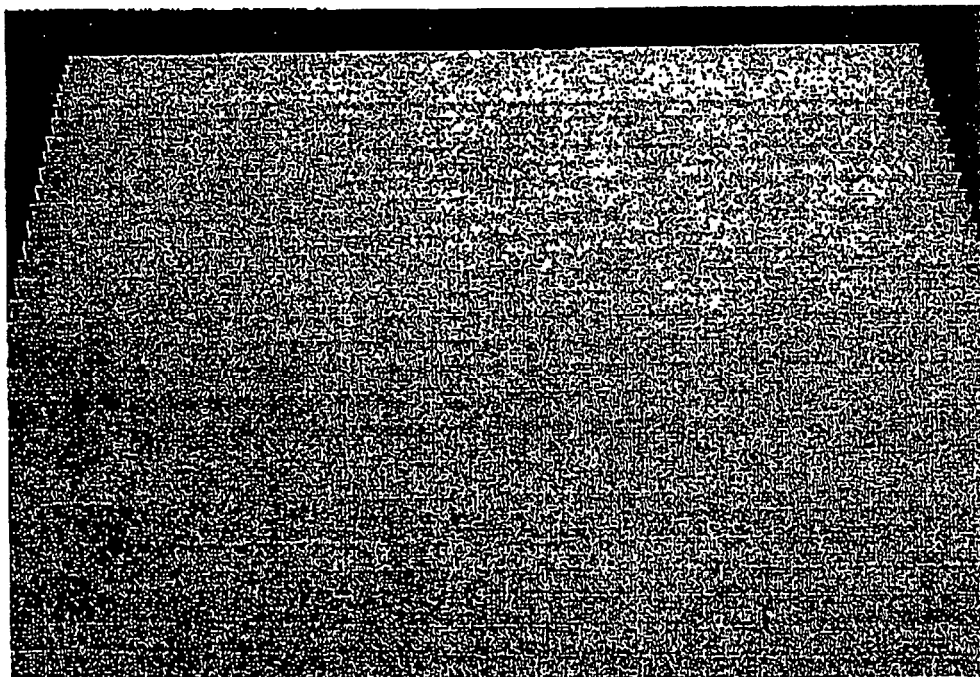


FIG. 36

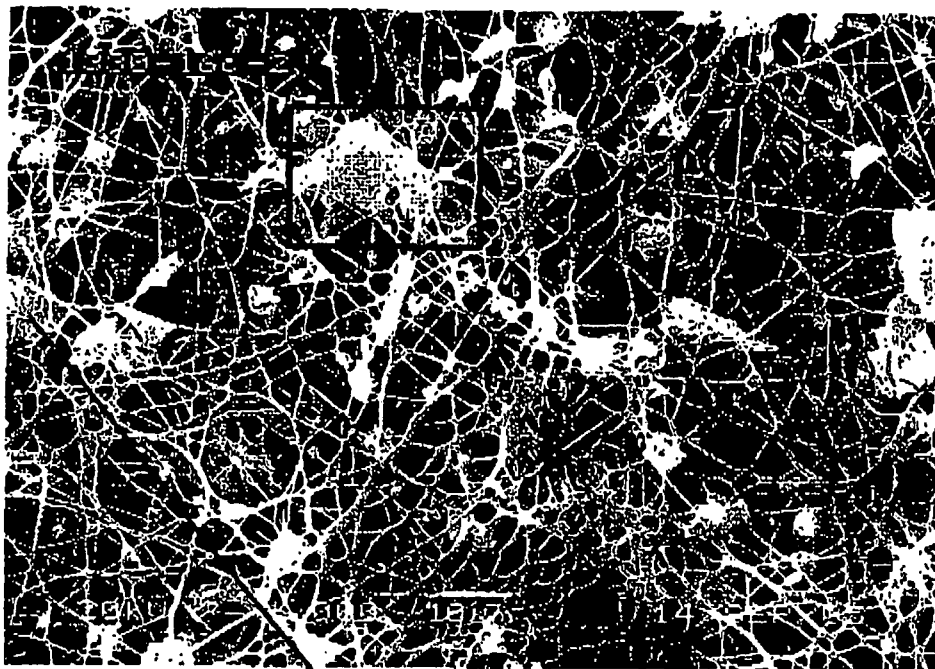


FIG. 37

