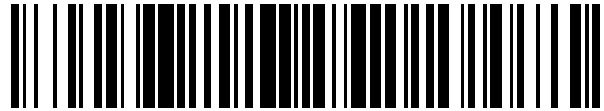


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 477 219**

51 Int. Cl.:

B29C 47/06 (2006.01)

B32B 5/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.02.2010 E 10744198 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.05.2014 EP 2398633**

54 Título: **Estructuras de fibras de transmisión de fluidos, de múltiples capas, que contienen nanofibras y método de fabricación de tales estructuras**

30 Prioridad:

17.02.2009 US 153104 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

16.07.2014

73 Titular/es:

**ESSENTRA POROUS TECHNOLOGIES CORP.
(100.0%)
1625A Ashton Park Drive
Colonial Heights, VA 23834, US**

72 Inventor/es:

**WARD, BENNETT C. y
STOLTZ, GEOFFREY M.**

74 Agente/Representante:

ZUAZO ARALUZE, Alexander

ES 2 477 219 T3

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).

ESTRUCTURAS DE FIBRAS DE TRANSMISIÓN DE FLUIDOS, DE MÚLTIPLES CAPAS, QUE CONTIENEN NANOFIBRAS Y MÉTODO DE FABRICACIÓN DE TALES ESTRUCTURAS

DESCRIPCIÓN

5

Antecedentes de la invención:

La invención se refiere en general al campo de estructuras de fibras poliméricas unidas y, más particularmente, a estructuras de múltiples capas que tienen nanofibras embebidas en y alrededor de las superficies de contacto entre capas de subestructuras de microfibras unidas. Tales estructuras forman filtros muy eficaces para una variedad de aplicaciones de filtración de líquidos y gases.

En la ciencia de filtración, ha sido difícil el logro de una alta eficacia de filtración y baja caída de presión (o resistencia al flujo) concomitante. Con el fin de lograr un filtro que proporcione excelente eficacia de filtración de partículas finas, en aplicaciones de filtración o bien de líquidos o bien de gases, el tamaño de poro de los medios de filtración debe ser pequeño en relación con el tamaño de las partículas que quedan excluidas por el filtro. Sin embargo, los medios de filtro convencionales, ya sean fibrosos o compuestos por materia particulada (por ejemplo perlas de metal o plástico sinterizado) están constituidos normalmente por componentes que tienen un tamaño o bien mayor de, o bien del orden de, los materiales particulados que están filtrándose. En tales medios, se reduce el tamaño de poro para mejorar la eficacia aumentando el grosor de los medios de filtro. Cuando se emplean tales medios de filtro, sin embargo, la presión requerida para forzar el fluido (o bien líquido o bien gas) a través de los poros del filtro se hace bastante grande, limitando por tanto la utilidad del filtro. El uso de medios más gruesos y más pesados para mejorar la eficacia también tiene la desventaja relacionada de baja recuperación de componentes deseados atrapados dentro de los medios de filtro, lo que produce incrustaciones en los medios de filtro.

Una solución ha sido formar filtros de baja caída de presión, de alto rendimiento a partir de alambre de metal sinterizado, donde las fibras de metal, normalmente de composición de acero inoxidable, se construyen en una estructura o bien tejida o bien no tejida. Estos filtros se usan ampliamente como elementos de filtración fina final en aplicaciones de impresión por chorro de tinta, y generalmente se disponen adyacentes al cabezal de impresión. Se usan para prevenir que partículas de tamaño demasiado grande produzcan incrustaciones en el cabezal de impresión, lo que conduciría a obstrucción y fallos. La estructura de metal proporciona un beneficio adicional porque es muy resistente a la abrasión y puede soportar las fuerzas de rozamiento, de fricción y otras encontradas lo más comúnmente en las impresoras de chorro de tinta cuando el usuario instala, retira o cambia el cartucho de chorro de tinta.

Estos filtros de tinta finos, de acero inoxidable, tejidos o no tejidos se suministran normalmente en forma de lámina o rodillo y se cortan con troquel dando lugar a la conformación deseada para su instalación en o bien el cartucho de chorro de tinta o bien, en el caso de las impresoras que tienen el cabezal de impresión instalado en la impresora en lugar de en el cartucho, para instalarse en el conducto de tinta justo antes del cabezal de impresión. En ambos casos, el fabricante o bien del cartucho o bien de la propia impresora debe cortar con troquel este acero inoxidable duro, instalarlo en un alojamiento que lo más normalmente está compuesto por un plástico tal como polipropileno, y luego fijarlo al alojamiento de tal manera que se una permanentemente y no se someta a pérdida o aflojamiento. Para hacer esto, pueden emplearse metodologías de fabricación complejas para formar una unión entre el filtro de metal y el alojamiento de plástico. Hay deficiencias en esta metodología de fabricación porque las fuerzas requeridas para cortar con troquel el filtro de acero inoxidable pueden ser grandes y las tecnologías de instalación del filtro pueden ser complejas y caras.

El documento US 4650506 A da a conocer un medio de microfiltración que tiene una capa de sustrato de base, una capa de filtración fina, depositada sobre y adherida a la capa de sustrato, y una capa de cubierta protectora, que es autoadherente a la capa de fibras fina.

Por consiguiente, existe la necesidad de un filtro fino para aplicaciones de filtración fina en impresora de chorro de tinta, que tenga excelente capacidad de filtración de partículas finas, baja caída de presión, excelente resistencia a la abrasión, que pueda cortarse con troquel fácilmente y que pueda unirse por ultrasonidos (o térmicamente de otro modo) a los componentes de plástico encontrados normalmente en la construcción de impresoras de chorro de tinta.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona, en un aspecto particular, una estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, que comprende una primera capa de fibras que comprende una primera pluralidad de fibras poliméricas unidas entre sí en puntos de contacto separados. Las fibras poliméricas de la primera capa de fibras tienen diámetros mayores de un micrómetro y definen colectivamente una primera pluralidad de espacios intersticiales interconectados que proporcionan trayectorias de flujo de fluido sinuosas a través de la primera capa de fibras. La estructura comprende además una segunda capa de fibras adherida a la primera capa de fibras. La segunda capa de fibras comprende una segunda pluralidad de fibras poliméricas unidas entre sí en puntos de contacto separados. Las fibras poliméricas de la segunda capa de fibras tienen diámetros mayores de un micrómetro y definen

colectivamente una segunda pluralidad de espacios intersticiales interconectados que proporcionan trayectorias de flujo de fluido sinuosas a través de la segunda capa de fibras. La estructura de múltiples capas también comprende una pluralidad de nanofibras dispuestas de manera intermedia entre al menos una parte de la primera capa de fibras y al menos una parte de la segunda capa de fibras.

5 Ha de entenderse que tanto la descripción general anterior como la descripción detallada que sigue son a modo de ejemplo y a modo de explicación únicamente, y que no son restrictivas de la invención tal como se reivindica. Los dibujos adjuntos, que se incorporan en el presente documento como referencia y que constituyen una parte de la memoria descriptiva, ilustran determinadas realizaciones de la invención y, junto con la descripción detallada, sirven para explicar los principios de la invención.

Breve descripción de los dibujos

15 Con el fin de ayudar en la comprensión de la invención, ahora se hará referencia a los dibujos adjuntos, en los que los caracteres de referencia similares se refieren a elementos similares. Los dibujos son únicamente a modo de ejemplo y no deben interpretarse como limitativos de la invención.

20 La figura 1 es una vista en perspectiva de una estructura de filtración en la que una capa de nanofibras está reforzada por una capa aguas abajo de material de refuerzo.

La figura 2 es una vista en perspectiva de una estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según una realización de la invención.

25 La figura 3 es una vista en perspectiva de una estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según una realización de la invención.

La figura 4 es una vista en perspectiva de una estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según una realización de la invención.

30 La figura 5 es una micrografía de SEM que muestra el tamaño relativo y la colocación de microfibras y nanofibras tal como se encontrarían en diversas realizaciones de la invención.

35 La figura 6 es una micrografía de SEM que muestra el tamaño relativo y la colocación de microfibras y nanofibras tal como se encontrarían en diversas realizaciones de la invención.

La figura 7 es una vista en perspectiva de una estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según una realización de la invención.

Descripción detallada de la invención

40 Ahora se hará referencia en detalle a las realizaciones de la invención, cuyos ejemplos se ilustran en los dibujos adjuntos.

45 La presente invención proporciona estructuras de fibras unidas de múltiples capas que pueden usarse para aplicaciones de filtración de alta eficacia. Estas estructuras hacen uso de nanofibras para potenciar la eficacia de filtración sin incurrir en una caída de presión inaceptable.

50 Tal como se usa en el presente documento, el término "nanofibra" se refiere a cualquier fibra que tiene un diámetro inferior o igual a un micrómetro (1000 nanómetros). Utilizando técnicas de electrohilatura bien conocidas por los expertos en la técnica, pueden producirse nanofibras que tienen diámetros por debajo de 500 nanómetros.

55 Cuando los filtros se construyen utilizando nanofibras como medios de filtración, puede afectarse positivamente a la razón entre la eficacia de filtración y la caída de presión. Por ejemplo, si se comparan medios de filtro de la misma porosidad durante la filtración de fluidos con partículas dimensionadas de manera similar, en el que un medio está constituido por nanofibras con diámetros de fibra del orden de 100-500 nanómetros, y en el que el otro está constituido por microfibras (el término usado en el presente documento para referirse a fibras que tienen diámetros en un intervalo de un micrómetro a 100 micrómetros), los medios constituidos por nanofibras tendrán mejor eficacia de filtración y menor caída de presión.

60 Las nanofibras, sin embargo, tienen integridad estructural limitada debido a su tamaño muy pequeño y, como resultado, se someten a fuerzas de rasgado y abrasión. Puede conferirse algo de integridad mecánica a una capa de nanofibras reforzando esta capa con un material de sustrato. En aplicaciones de filtración, un sustrato de este tipo sería por sí mismo un material poroso. Por ejemplo, en la aplicación de filtración mostrada en la figura 1, una capa de nanofibras 10 está reforzada por una capa aguas abajo de un material 20 de refuerzo no tejido. El refuerzo 20 sirve para contrarrestar la presión aplicada por un fluido durante el procedimiento de filtración. Las estructuras de este tipo normalmente están plegadas y están encontrando un uso cada vez mayor en aplicaciones de filtración de

gases de alto rendimiento, tales como filtros HEPA, aspiradoras de alto rendimiento, filtros de aire industriales de alto rendimiento, y similares.

Las nanofibras se obtienen lo más a menudo a través de técnicas de electrohilatura y normalmente se obtienen hilando fibras dando lugar a un refuerzo que comprende uno o más de papel, película y materiales textiles no tejidos compuestos por fibras convencionales. Por ejemplo la patente estadounidense 6.743.273 (Chung, *et. al.*) describe tales estructuras y su uso en la construcción de medios de filtro. Tal como se describe en esta patente y en otra bibliografía, los medios de filtro de nanofibras tal como se conocen en la técnica pueden formarse como una capa o banda de nanofibras dispuesta sobre un refuerzo poroso, que comprende preferiblemente una estructura fibrosa no tejida, en el que dicha estructura no tejida puede estar constituida por fibras con diámetros del orden de 10 a 100 micrómetros, o superior. Los medios de filtro resultantes son esencialmente estructuras de dos capas en las que el material no tejido sirve como soporte estructural y la capa de nanofibras sirve como medio de filtración de alta eficacia.

La estructura de dos capas tal como se describió anteriormente y se representa en la figura 1 puede tener desventajas. En la aplicación de filtración de chorro de tinta, los filtros de fibras de metal usados en la actualidad normalmente se cortan con troquel y en uso se someten a fuerzas de rozamiento, de fricción y otras encontradas cuando el usuario instala, retira o cambia el cartucho de chorro de tinta. Si se considera la sustitución del filtro de fibras de metal por una estructura de dos capas tal como se representa en la figura 1, se prevería que el acto de cortar con troquel y las fuerzas de fricción o rozamiento encontradas en esas aplicaciones dañarían o interferirían de otro modo con la capa de nanofibras expuesta (10 en la figura 1). Se desea tener un filtro que pueda cortarse con troquel y que también proteja el componente de nanofibras sensible de las fuerzas de fricción o rozamiento.

La presente invención proporciona estructuras de fibras unidas, de material compuesto, autoportantes, que incorporan y se aprovechan de las características de filtración de nanofibras. Estas estructuras proporcionan capas de fibras porosas que se forman normalmente de microfibras. Estas capas exteriores definen una superficie de entrada a través de la cual entra un fluido de exposición en la estructura y una superficie de salida a través de la cual sale el fluido de exposición de la estructura. La estructura también incluye una pluralidad de nanofibras dispuestas en el interior de la estructura. En algunas realizaciones, estas nanofibras pueden formar una tercera capa de fibras intermedia entre las dos capas exteriores, que se unen a ella para formar la estructura de material compuesto de múltiples capas. En otras realizaciones, las capas exteriores pueden unirse entre sí con las nanofibras dispuestas alrededor de y entre las fibras de la capa exterior en las proximidades de la superficie de contacto de unión.

Ahora se comentarán las realizaciones de la invención en más detalle. Con referencia a la figura 2, una estructura 100 de material compuesto de múltiples capas según una realización de la invención tiene capas 110, 120 y 130 de fibras primera, segunda y tercera unidas entre sí. Las capas 110, 120 de fibras primera y segunda son estructuras de fibras unidas que definen una superficie 112 de exposición y una superficie 122 de salida. La tercera capa 130 de fibras es una matriz de nanofibras. En una aplicación de filtración típica, la primera capa 110 proporcionaría un prefiltro de lado de exposición resistente a la abrasión, la tercera capa 130 proporcionaría un filtro fino de baja caída de presión, y la segunda capa 120 proporcionaría material de refuerzo estructural poroso.

Las estructuras de fibras unidas de las capas 110, 120 de fibras primera y segunda pueden formarse de bandas de material fibroso termoplástico que comprende una red de interconexión de fibras cortadas y/o continuas altamente dispersas unidas entre sí en puntos de contacto separados. Tal como se describe en las patentes estadounidenses n.ºs 5.607.766, 5.620.641, 5.633.082, 6.103.181, 6.330.883 y 6.840.692 (colectivamente, "patentes de estructura de fibras unidas"), que se incorpora cada una de ellas en el presente documento como referencia en su totalidad, tales estructuras de fibras unidas pueden formarse usando una amplia variedad de tipos de fibras y métodos de fabricación. De particular utilidad son las estructuras compuestas de bandas de macrofibras o microfibras que se forman dando lugar a componentes porosos tridimensionales, sustancialmente autoportante. Las fibras unidas dispersas de estas estructuras definen pasos sinuosos a través de la estructura que pueden proporcionar porosidad y áreas superficiales muy altas, y pueden formarse en una variedad de tamaños y conformaciones. Los materiales de polímero que pueden usarse para formar las fibras puede incluir pero sin limitarse a poliolefinas, poliésteres, poliuretanos y poliamidas, y copolímeros de los mismos. Los materiales particulares incluyen polietileno, polietileno de baja densidad, polipropileno, poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de butileno) y nailon.

Las capas 110, 120 de fibras primera y segunda pueden comprender, en particular, un material de microfibras no tejido, que puede estar cardado, depositado por aire, depositado por vía húmeda, ablandado por soplado u otra construcción no tejida. Las fibras pueden ser de naturaleza monocomponente o multicomponente y pueden unirse entre sí mediante medios térmicos o químicos para conferir resistencia a la estructura no tejida. En una realización particular, una o ambas de las capas primera y segunda puede(n) ser una estructura no tejida cardada, a través de consolidación por chorro de aire que comprende fibras bicomponentes de funda-alma. Tal como se usa en el presente documento, el término "fibra bicomponente" se refiere al uso de dos polímeros de naturaleza química diferente colocadas en áreas de corte transversal diferenciadas de la fibra. Aunque son posibles otras formas de fibras bicomponentes, las técnicas más comunes producen o bien relaciones de "lado con lado" o bien de "funda-alma" entre los dos polímeros. Por ejemplo, las fibras bicomponentes que comprenden un alma de un polímero y un recubrimiento o funda de un polímero diferente son particularmente deseables para muchas aplicaciones puesto que

el material de alma puede ser relativamente económico, dotando a la fibra de volumen y resistencia, mientras que un recubrimiento relativamente fino de un material de funda más caro o menos robusto puede dotar a la fibra de propiedades únicas. Los materiales de funda a menudo se seleccionan por su capacidad de unión relativa en comparación con los materiales de alma más robustos estructuralmente.

5 Una fibra bicomponente a modo de ejemplo que puede usarse en las estructuras de la invención es una que tiene un material de funda de polietileno y un material de alma de polipropileno. Pueden usarse otros polímeros de funda y alma que conocerían bien los expertos en la técnica. En algunas realizaciones, las capas 110, 120 primera y segunda pueden formarse como una banda ablandada por soplado de fibras bicomponentes, que pueden calandrarse o no. También pueden emplearse materiales textiles tejidos, películas articuladas y otros medios porosos.

15 Los materiales de fibra específicos de las capas 110, 120 primera y segunda pueden elegirse para permitir corte con troquel fácil, capacidad de unión ultrasónica o térmica y/o para proporcionar una porosidad y tamaño de poro relativamente grandes. Los materiales de construcción son preferiblemente resistentes química y mecánicamente al fluido particular que está filtrándose. Tal como se comentará, las características estructurales y materiales de la primera capa 110 pueden ser diferentes de las de la segunda capa 120 y las características de ambas pueden adaptarse a aplicaciones particulares.

20 La tercera capa de fibras 130 es una banda o matriz de nanofibras a la que se unen las capas de fibras primera y segunda. Estas nanofibras pueden producirse usando cualquier método conocido en la técnica, pero normalmente serán electrohiladas o ablandadas por soplado. Tales nanofibras pueden tener un diámetro en un intervalo de 50 a 500 nm. En una realización particular, las nanofibras tienen un diámetro en un intervalo de 100 a 400 nm, y, en una realización particularmente eficaz, están en un intervalo de 150 a 250 nm. La banda de nanofibras puede tener tamaños de poro que oscilan entre 0,1 y 15 micrómetros, y más preferiblemente entre 1 y 6 micrómetros tal como se mide durante la fabricación de la estructura 100. Las nanofibras de la banda pueden formarse de cualquier material adecuado incluyendo poli(fluoruro de vinilideno) (PVDF), poliamidas, poliésteres, poliolefinas, poliuretanos, policarbonatos, poliestireno u otros sistemas poliméricos. Los materiales de la tercera capa 130 preferiblemente son resistentes química y mecánicamente al fluido particular que está filtrándose.

30 El grosor de la tercera capa 130 estará normalmente en un intervalo de 50-5000 nm. En realizaciones particulares, el grosor estará en un intervalo de 150-1500 nm.

35 En una realización particular, la tercera capa 130 de la estructura 100 de material compuesto puede ser una banda de nanofibras de PVDF con diámetros en un intervalo de 150-250 nm que proporcionan tamaños de poro en un intervalo de 1 a 6 micrómetros.

40 Las estructuras de fibras de múltiples capas del tipo descrito anteriormente no se limitan a tres ni a cualquier otro número particular de capas siempre que la capa de nanofibras esté rodeada por microfibras de capas de macrofibras. Con referencia a la figura 3, por ejemplo, una estructura 200 de material compuesto según una realización de la invención tiene tres capas 210, 220, 240 sin nanofibras que soportan dos capas 230, 250 de nanofibras. Las capas 210, 220, 240 de soporte pueden ser cualquier forma de material de fibra unida tal como se describió anteriormente para las capas 110, 120 de fibras exteriores de la estructura 100 ilustrada en la figura 2. Una, algunas o todas las capas 210, 220, 240 de soporte pueden ser materiales de fibra no tejidos unidos. Las capas 210, 220, 240 de soporte pueden usar materiales de fibra iguales o diferentes y/o pueden tener características estructurales y de flujo de fluido iguales o diferentes.

50 Las capas 230, 250 de nanofibras pueden ser cada una, una banda o matriz de nanofibras a la que se unen las capas 210, 220, 240 de soporte. Las propias nanofibras pueden producirse usando cualquier método conocido en la técnica, pero normalmente serán electrohiladas o ablandadas por soplado. Su tamaño, material y otras características pueden ser sustancialmente iguales que las descritas anteriormente en relación con la capa 130 de nanofibras de la estructura 100 ilustrada en la figura 2.

55 No hay límite para el número de capas que pueden usarse en las estructuras de múltiples capas de la invención. En aplicaciones particulares, pueden establecerse las características de estas capas para proporcionar un perfil de eficacia deseado dentro del filtro. Por ejemplo, puede configurarse una estructura particular de modo que las capas de nanofibras aumenten la eficacia de filtración en el sentido de flujo a través de la estructura. Las estructuras de múltiples capas también pueden incluir capas sin nanofibras adyacentes sin capa de nanofibras entre ellas.

60 Con el fin de proporcionar una estructura autoportante, cohesiva, las estructuras de fibras de múltiples capas descritas anteriormente requieren que las capas de soporte (es decir, sin nanofibras) se unan a la(s) capa(s) de nanofibras, normalmente mediante unión térmica. Dependiendo de los materiales, sin embargo, puede ser difícil o poco práctico unir estructuralmente las capas de soporte a la(s) capa(s) de nanofibras. Además, la falta de integridad estructural de las propias capas de nanofibras puede reducir significativamente la integridad de la estructura de material compuesto global.

65

Para abordar estos posibles inconvenientes, la invención proporciona estructuras de fibras unidas de múltiples capas, autoportantes, que incorporan y se aprovechan de las características de filtración de las nanofibras sin requerir el uso de capas de nanofibras diferenciadas a las que deben unirse otras capas. Con referencia a la figura 4, una estructura 300 de material compuesto de múltiples capas según una realización de la invención tiene una primera capa 310 de fibras unida a una segunda capa 320 de fibras. Tal como se comentará en más detalle más adelante en el presente documento, la estructura 300 de material compuesto comprende además una pluralidad de nanofibras intercaladas entre las fibras de las capas 310, 320 primera y segunda en la región 315 en la que las capas 310, 320 primera y segunda están unidas entre sí.

Las capas 310, 320 de fibras primera y segunda pueden formarse de una variedad de materiales porosos, incluyendo materiales poliméricos tejidos, no tejidos y sinterizados. Como en las realizaciones anteriores, las capas 310, 320 de fibras primera y segunda pueden formarse de bandas de material fibroso termoplástico que comprenden una red de interconexión de fibras cortadas y/o continuas altamente dispersas unidas entre sí en puntos de contacto separados. De particular utilidad son estructuras compuestas de bandas de macrofibras o microfibras que se forman dando lugar a componentes porosos tridimensionales, sustancialmente autoportantes. Las fibras unidas dispersas de estas estructuras definen pasos sinuosos a través de la estructura que pueden proporcionar porosidad y áreas superficiales muy altas, y pueden formarse en una variedad de tamaños y conformaciones. Las fibras usadas para formar estas estructuras pueden ser de naturaleza monocomponente o multicomponente y pueden unirse entre sí mediante medios térmicos o químicos para conferir resistencia a la estructura. Pueden usarse fibras cortadas y/o continuas.

Las capas 310, 320 de fibras primera y segunda pueden formarse cada una de más de un tipo de fibras, confiriendo cada tipo características diferentes a la capa de fibras. En algunas realizaciones, por ejemplo, algunas de las fibras pueden seleccionarse principalmente por sus características de unión.

En una realización particular, una o ambas de las capas primera y segunda pueden ser una estructura no tejida cardada, a través de consolidación por chorro de aire que comprende fibras bicomponentes de funda-alma. Una fibra bicomponente a modo de ejemplo que puede usarse en las estructuras de la invención es una que tiene un material de funda de polietileno y un material de alma de polipropileno. Pueden usarse otros polímeros de funda y alma que conocerían bien los expertos en la técnica. En algunas realizaciones, las capas 310, 320 primera y segunda pueden formarse como una banda ablandada por soplado de fibras bicomponentes, que pueden calandrarse o no. También pueden emplearse materiales textiles tejidos, películas articuladas y otros medios porosos.

Como en realizaciones anteriores, los materiales de fibra específicos de las capas 310, 320 primera y segunda pueden elegirse para permitir corte con troquel fácil, capacidad de unión ultrasónica o térmica y/o para proporcionar una porosidad y tamaño de poro relativamente grandes. Los materiales de construcción son preferiblemente resistentes química y mecánicamente al fluido particular que está filtrándose. Las características estructurales y de material de la primera capa 310 pueden ser diferentes de las de la segunda capa 320 y las características de ambas pueden adaptarse a aplicaciones particulares.

Los expertos en la técnica entenderán que las estructuras fibrosas del tipo descrito anteriormente se unen entre sí de modo que las fibras de una estructura de fibras se unen a las fibras de la otra estructura. Esto se lleva a cabo en general calentando las superficies de las estructuras y presionándolas juntas de modo que las fibras de cada capa se unen a las fibras de la otra capa. Esto da como resultado una zona de superficie de contacto porosa que comprende fibras de ambas estructuras y conecta los pasos sinuosos de una estructura a los de la otra estructura para permitir que el fluido pase de una a otra.

En la estructura 300 de múltiples capas, la primera capa 310 de fibras se une a la segunda capa 320 de fibras en una zona 315 de superficie de contacto. Una pluralidad de nanofibras se dispone dentro de la estructura de múltiples capas en la zona 315 de superficie de contacto. La pluralidad de nanofibras se dispone de modo que algunas o todas las nanofibras se colocan dentro de los intersticios entre las fibras de la primera capa 310, las fibras de la segunda capa 320 o las fibras de ambas capas 310, 320 de fibras primera y segunda. Al menos una parte de las nanofibras se dispone dentro de la propia zona 315 de superficie de contacto.

Las figuras 5 y 6 son micrografías tomadas durante la fabricación de una estructura de múltiples capas similar a la estructura 300. Aunque estas micrografías no ilustran la estructura de múltiples capas final, sí sirven para demostrar el tamaño y la colocación de las nanofibras en relación con las microfibras de una capa de soporte.

Al igual que en las realizaciones anteriores, la estructura 300 de múltiples capas proporciona tres regiones distintas a través de las cuales puede fluir un fluido de exposición. La primera región se define por las características flujo de la primera capa 310 de fibras, la segunda región se define por las características de flujo de la zona 315 de superficie de contacto dentro de la cual se disponen nanofibras, y la tercera región se define por las características de flujo de la segunda capa 320. A diferencia de las realizaciones anteriores, sin embargo, las capas 310, 320 primera y segunda se unen directamente entre sí a través de la zona 315 de superficie de contacto que contiene nanofibras, proporcionando de ese modo una estructura robusta, autoportante.

Las estructuras de múltiples capas que tienen nanofibras embebidas dentro de capas de fibras unidas no se limitan a las dos capas de soporte de la estructura 300 de la figura 4. Puede usarse cualquier número de capas de soporte y pueden disponerse nanofibras en la superficie de contacto entre dos capas de soporte cualesquiera. Con referencia a la figura 7, por ejemplo, una estructura 400 de material compuesto según una realización de la invención tiene una primera capa 410 sin nanofibras unida a una segunda capa 420 sin nanofibras en una primera zona 415 de superficie de contacto. La segunda capa 420, a su vez, se une a una tercera capa 430 sin nanofibras en una zona 425 de superficie de contacto. Las capas 410, 420, 430 primera, segunda y tercera pueden ser de cualquier forma de material de fibra tal como se describió anteriormente para las capas 110, 120 de fibras exteriores de la estructura 100 ilustrada en la figura 2 o las capas 310, 320 de soporte de la estructura 300 ilustrada en la figura 4. Una, algunas o todas las capas 410, 420, 430 de soporte pueden ser materiales de fibra no tejidos unidos. Las capas 410, 420, 430 de soporte pueden usar materiales de fibra iguales o diferentes y/o pueden tener características estructurales y de flujo de fluido iguales o diferentes.

Se dispone una primera pluralidad de nanofibras dentro de la estructura de múltiples capas en la primera zona 415 de superficie de contacto y se dispone una segunda pluralidad de nanofibras dentro de la estructura en la segunda zona 425 de superficie de contacto. Las nanofibras de la primera pluralidad se disponen de modo que algunas o todas las nanofibras se colocan dentro de los intersticios entre las fibras de la primera capa 410, las fibras de la segunda capa 420 o las fibras de ambas capas 410, 420 de fibras primera y segunda. Al menos una parte de las nanofibras se dispone dentro de la propia zona 415 de superficie de contacto. La segunda pluralidad de nanofibras se dispone de manera similar con respecto a las fibras de las capas 420, 430 segunda y tercera en la segunda zona 425 de superficie de contacto. Las propias nanofibras pueden producirse usando cualquier método conocido en la técnica, pero normalmente serán electrohiladas o ablandadas por soplado. Su tamaño, material y otras características pueden ser sustancialmente iguales que las descritas anteriormente en relación con las realizaciones anteriores. Los dos conjuntos de nanofibras pueden tener características de flujo, tamaño y materiales diferentes.

De nuevo, no hay límite para el número de capas que pueden usarse en este tipo de estructura de múltiples capas. En aplicaciones particulares, pueden establecerse las características de estas capas para proporcionar un perfil de eficacia deseado dentro del filtro. Por ejemplo, puede configurarse una estructura particular de modo que las capas de nanofibras aumenten la eficacia de filtración en el sentido de flujo a través de la estructura. Las estructuras de múltiples capas también pueden incluir capas sin nanofibras adyacentes sin capas de nanofibras entre ellas.

Las estructuras de múltiples capas de la invención pueden formarse usando cualquiera de varios enfoques de fabricación. Pueden fabricarse capas sin nanofibras individuales por separado usando cualquiera de las técnicas descritas en las patentes de estructuras de fibras unidas o mediante cualquier otro método conocido en la técnica. Estas capas pueden suministrarse entonces para su uso en la formación de materiales laminados de múltiples capas de la invención.

Un método ilustrativo de formación de las estructuras de fibras de múltiples capas de la invención comprende proporcionar un primer material fibroso (sin nanofibras), que actuará como una capa de base porosa para la estructura de material compuesto de múltiples capas. Se deposita una banda de nanofibras, formada por electrohilatura o ablandado por soplado, sobre la capa de base. La banda de nanofibras puede laminarse en caliente opcionalmente para adherir mejor la banda a la capa de base. Entonces se coloca un segundo material fibroso (sin nanofibras), que actúa como una capa de cubierta, sobre la banda de nanofibras. Pueden añadirse capas adicionales tratando las capas ensambladas como una capa de base y repitiendo las etapas de capa de nanofibra y de cubierta.

En una alternativa a depositar directamente sobre la capa de base, la banda de nanofibras puede hilarse o ablandarse por soplado sobre papel de refuerzo u otro sustrato desechable para la retirada posterior y colocación sobre la capa de base.

Se hacen pasar entonces los materiales estratificados a través de un dispositivo de termoformación como rodillos de calandria calentados. Se calientan los rodillos hasta una temperatura suficiente para unir permanentemente las tres capas entre sí para obtener una estructura individual que puede usarse como elemento de filtro. Alternativamente, pueden hacerse pasar los materiales a través de un troquel de formación calentado. El troquel de formación calentado puede usar vapor o aire caliente para calentar los materiales y puede usarse para formar estructuras que tienen una densidad inferior y un grosor superior de los que pueden crearse en rodillos de calandria. Los troqueles calentados también pueden usarse para formar la estructura en conformaciones deseadas. En ambos métodos de troquel calentado y rodillo de calandria, se aplican calor y presión de modo que las fibras de cada capa sin nanofibras se unen a las nanofibras de la banda y/o a las fibras de una o más de otras capas sin nanofibras.

El método descrito anteriormente puede usarse para producir estructuras de múltiples capas en las que las capas exteriores se unen entre sí con las nanofibras dispuestas en la zona de superficie de contacto entre las capas exteriores unidas. Las estructuras se producen usando bandas dispersas, relativamente finas (por ejemplo, bandas que tienen una eficacia DOP independiente inferior al 50%) que se presionan fácilmente en los intersticios entre las fibras de la capa exterior y permiten que las fibras de la capa de base se unan a las fibras de la capa de cubierta. Tal como se usa en el presente documento, "eficacia DOP" se refiere a un porcentaje de partículas de ftalato de dioftilo

(DOP) de 0,3 micrómetros bloqueadas por el filtro. Las pruebas de filtración de DOP usan una partícula monodispersa de partículas de DOP de 0,3 micrómetros de diámetro para evaluar la eficacia de filtros de profundidad, filtros de membrana y otros dispositivos de recogida de partículas. Se usa 0,3 micrómetros ya que es próximo al tamaño de partícula más penetrante (es decir, más difícil de filtrar).

Ejemplos

Se hiló una banda de nanofibras de PVDF electrohilada dando lugar a un refuerzo de un material no tejido cardado, a través de consolidación por chorro de aire formado de microfibras bicomponentes de funda/alma de 4 dtex. El polímero de funda fue polietileno de baja densidad y el polímero de alma fue polipropileno. El peso base del material no tejido (denominado "Alfa") fue 75 gramos por metro cuadrado. Las nanofibras tenían diámetros en un intervalo de 180 a 200 nm. Se construyeron las muestras usando dos porosidades de banda de nanofibras: una banda con una porosidad de 1,5 µm y una banda con una porosidad de 5,5 µm. En cada una de estas estructuras, se colocó una segunda banda Alfa no tejida. Entonces se hicieron pasar los materiales a través de rodillos de calandria calentados, que en ambos casos proporcionaron una estructura porosa, bien unida.

Entonces se sometieron las estructuras de porosidad de 1,5 y 5,5 µm a pruebas de filtración. También se sometió a prueba una estructura de control. Esta estructura de control estaba constituida por microfibras bicomponentes ablandadas por soplado con un alma de polipropileno y una funda de copolímero de polietilenglicol/nailon, con un tamaño de fibra de 15-20 µm y una porosidad de 0,8 µm.

Se realizaron dos pruebas de filtración: La primera fue "permeabilidad a aire limpio según la norma ISO 4022 (1987)", en la que se colocaron los materiales laminados en una cámara de prueba y se hizo pasar aire a una velocidad de flujo de 3 litros por minuto/cm² a través de una zona de prueba de 9,44 cm². Se registró la presión diferencial en mm de agua. Los resultados se encuentran en la tabla 1.

Tabla 1. Permeabilidad a aire limpio según la norma ISO 4022 (1987)

| Medios sometidos a prueba | Presión diferencial (mm H ₂ O) |
|----------------------------------|---|
| Material nanocompuesto de 1,5 µm | 95 |
| Material nanocompuesto de 5,5 µm | 60 |
| Material no tejido de 0,8 µm | 250 |

La segunda prueba fue una prueba de retirada de material particulado de tinta simulada, titulada "eficacia de retención inicial según la norma ASTM F795-88". El fluido sometido a prueba fue una disolución de glicerina y agua con una viscosidad de 2 cps. Se registró el flujo a una presión diferencial de 110 ± 10 mm de agua. El material contaminante fue un polvo de prueba fino de PTF 12013-1 A2, midiendo las partículas 3-4, 4-5, 5-8, 8-10 y >10 micrómetros. Se cortaron láminas de material laminado en discos de 90 mm de diámetro, que se colocaron en el elemento de fijación de prueba y se sometieron a prueba. Los resultados se encuentran en la tabla 2.

Tabla 2. Eficacia de retención inicial según la norma ASTM F795-88

| Medios sometidos a prueba | Flujo a pres. dif. de 110 mm de H ₂ O | Eficacia de filtración de partículas (%) | | | | |
|----------------------------------|--|--|--------|--------|---------|--------|
| | | 3-4 µm | 4-5 µm | 5-8 µm | 8-10 µm | >10 µm |
| Material nanocompuesto de 1,5 µm | 29 l/h | 99,2% | 99,2% | 99,3% | 99,5% | 99,5% |
| Material nanocompuesto de 5,5 µm | 29 l/h | 99,6% | 99,7% | 99,7% | 99,7% | 99,8% |
| Material no tejido de 0,8 µm | 26 l/h | 19% | 27% | 40% | 66% | 85% |

Los datos en las tablas 1 y 2 muestran que los materiales laminados que contienen el material de nanofibra tienen una eficacia de filtración significativamente mejor, menor caída de presión y características de flujo mejoradas con respecto a una lámina no tejida convencional, que tienen una clasificación de porosidad inferior que cualquiera de los materiales laminados de nanofibra sometidos a prueba.

En otro ejemplo, se hilaron bandas de nanofibras de PVDF electrohiladas dando lugar a un material no tejido cardado, a través de consolidación por chorro de aire formadas de fibras cortadas que tenían una longitud promedio de 40 mm y un denier de 4 dpf a un peso base de 75 gsm. Las fibras cortadas eran fibras bicomponentes con una funda de polietileno de baja densidad (LDPE) y un alma de polipropileno. Se cubrió la capa de nanofibras con una segunda capa no tejida sustancialmente similar a la primera. Entonces se hicieron pasar los materiales a través de rodillos de calandria calentados para formar la estructura de fibras unidas final.

Se formaron muestras usando seis pesos base de capa de nanofibras diferentes. Cuatro de ellos (identificados como pesos base 1-4 en la tabla 3) se usaron para producir estructuras en las que las capas sin nanofibras se unían entre sí mientras que dos (identificados como pesos base 5 y 6 en la tabla 3) se usaron para producir estructuras en las que las capas sin nanofibras estaban separadas por la capa de nanofibras. En todos los casos, las nanofibras tenían

diámetros en un intervalo de 180 a 200 nm. Se realizaron pruebas de eficacia de filtración de DOP y permeabilidad al aire en todas las muestras para evaluar el rendimiento relativo usando diversas cantidades de nanofibras. Los resultados se muestran en la tabla 3.

5

Tabla 3. Rendimiento de estructura de material compuesto de nanofibras

| Muestra | Eficacia de filtración de DOP | Perm. al aire (a contrapresión de 125 Pa) |
|--|--------------------------------------|--|
| Peso base 1 | 36,4% | 154,8 cfm |
| Peso base 2 | 44,3% | 125,7 cfm |
| Peso base 3 | 68,1% | 70,2 cfm |
| Peso base 4 | 79,7% | 23,2 cfm |
| Peso base 5 (capa distinta de nanofibra) | 96,5% | 11,5 cfm |
| Peso base 6 (capa distinta de nanofibra) | 98,4% | 9,07 cfm |

REIVINDICACIONES

1. Estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, que comprende:
 - 5 una primera capa de fibras que comprende una primera pluralidad de fibras poliméricas unidas entre sí en puntos de contacto separados, teniendo las fibras poliméricas diámetros mayores de 1 μm y definiendo colectivamente una primera pluralidad de espacios intersticiales interconectados que proporcionan trayectorias de flujo de fluido sinuosas a través de la primera capa de fibras;
 - 10 una segunda capa de fibras adherida a la primera capa de fibras, comprendiendo la segunda capa de fibras una segunda pluralidad de fibras poliméricas unidas entre sí en puntos de contacto separados, teniendo las fibras poliméricas diámetros mayores de 1 μm y definiendo colectivamente una segunda pluralidad de espacios intersticiales interconectados que proporcionan trayectorias de flujo de fluido sinuosas a través de la segunda capa de fibras; y
 - 15 una pluralidad de nanofibras dispuestas de manera intermedia entre al menos una parte de la primera capa de fibras y al menos una parte de la segunda capa de fibras, caracterizada porque al menos una parte de la segunda pluralidad de fibras poliméricas se une a al menos una parte de la primera pluralidad de nanofibras poliméricas para formar una zona de superficie de contacto que comprende fibras de ambas capas de fibras primera y segunda y porque algunas o todas de la pluralidad de nanofibras se disponen dentro de los espacios intersticiales primero y segundo en la zona de superficie de contacto.
2. Estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según la reivindicación 1, en la que la pluralidad de nanofibras incluyen nanofibras que comprenden al menos un material de polímero seleccionado de poli(fluoruro de vinilideno), poliamidas, poliésteres, poliolefinas, poliuretanos, policarbonatos y poliestireno.
3. Estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según la reivindicación 1, en la que al menos una de las capas de fibras primera y segunda es una estructura de fibras no tejidas unidas que comprende una pluralidad de fibras bicomponentes de funda-alma.
4. Estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según la reivindicación 1, en la que la primera capa de fibras tiene una primera porosidad y la segunda capa de fibras tiene una segunda porosidad que es diferente de la primera porosidad.
- 35 5. Estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según la reivindicación 1, en la que las nanofibras dispuestas dentro de los espacios intersticiales primero y segundo en la zona de superficie de contacto definen colectivamente pasos sinuosos que establecen tamaños de poro en un intervalo de 1 a 6 μm .
- 40 6. Estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según la reivindicación 1, en la que una primera parte de la pluralidad de nanofibras se dispone dentro de los espacios intersticiales primero y segundo en la zona de superficie de contacto y una segunda parte de la pluralidad de nanofibras se dispone dentro de los espacios intersticiales primero y segundo adyacentes a la zona de superficie de contacto.
- 45 7. Estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, según la reivindicación 1, que comprende además:
 - 50 una tercera capa de fibras adherida a la segunda capa de fibras, comprendiendo la tercera capa de fibras una tercera pluralidad de fibras poliméricas unidas entre sí en puntos de contacto separados, teniendo las fibras poliméricas diámetros mayores de 1 μm y definiendo colectivamente una tercera pluralidad de espacios intersticiales interconectados que proporcionan trayectorias de flujo de fluido sinuosas a través de la tercera capa de fibras; y
 - una segunda pluralidad de nanofibras dispuestas de manera intermedia entre al menos una parte de la tercera capa de fibras y al menos una parte de la segunda capa de fibras.
- 55 8. Método de fabricación de una estructura de transmisión de fluidos, de múltiples capas, comprendiendo el método:
 - 60 proporcionar una primera capa de fibras que comprende una primera pluralidad de fibras poliméricas que tienen diámetros mayores de 1 μm ;
 - disponer una banda de nanofibras sobre la primera capa de fibras;
 - colocar una segunda capa de fibras sobre la banda de nanofibras, comprendiendo la segunda capa de fibras una segunda pluralidad de fibras poliméricas que tienen diámetros mayores de 1 μm ; y

- 5 aplicar calor y presión para adherir la segunda capa de fibras a la primera capa de fibras, mediante lo cual al menos una parte de la segunda pluralidad de fibras poliméricas se une a al menos una parte de la primera pluralidad de microfibras poliméricas para formar una zona de superficie de contacto que comprende fibras de ambas capas de fibras primera y segunda y en el que algunas o todas de la pluralidad de nanofibras se disponen dentro de espacios intersticiales formados por las capas de fibras primera y segunda dentro de la zona de superficie de contacto.
9. Método según la reivindicación 8, que comprende además:
- 10 adherir la banda de nanofibras a la primera capa de fibras antes de colocar la segunda capa de fibras sobre la banda de nanofibras.
10. Método según la reivindicación 8, en el que la acción de aplicar calor y presión comprende:
- 15 calandrar la primera capa de fibras, banda de nanofibras y segunda capa de fibras combinadas usando un rodillo de calandria calentado, o hacer pasar la primera capa de fibras, banda de nanofibras y segunda capa de fibras combinadas a través de un troquel calentado.
11. Método según la reivindicación 8, en el que la acción de disponer una banda de nanofibras sobre la primera
20 capa de fibras incluye:
- formar las nanofibras mediante uno del conjunto que consiste en un procedimiento de electrohilatura y un procedimiento de ablandado por soplado; y
- 25 formar la banda de nanofibras depositándolas sobre la primera capa de fibras inmediatamente después de haberse formado.
12. Método según la reivindicación 8, que comprende además:
- 30 disponer una segunda banda de nanofibras sobre la primera capa de fibras; y
- colocar una tercera capa de fibras sobre la segunda banda de nanofibras, comprendiendo la tercera capa de fibras una tercera pluralidad de fibras poliméricas que tienen diámetros mayores de $1 \mu\text{m}$, en el que la acción de aplicar calor y presión sirve para adherir la tercera capa de fibras a la segunda capa de fibras.
- 35

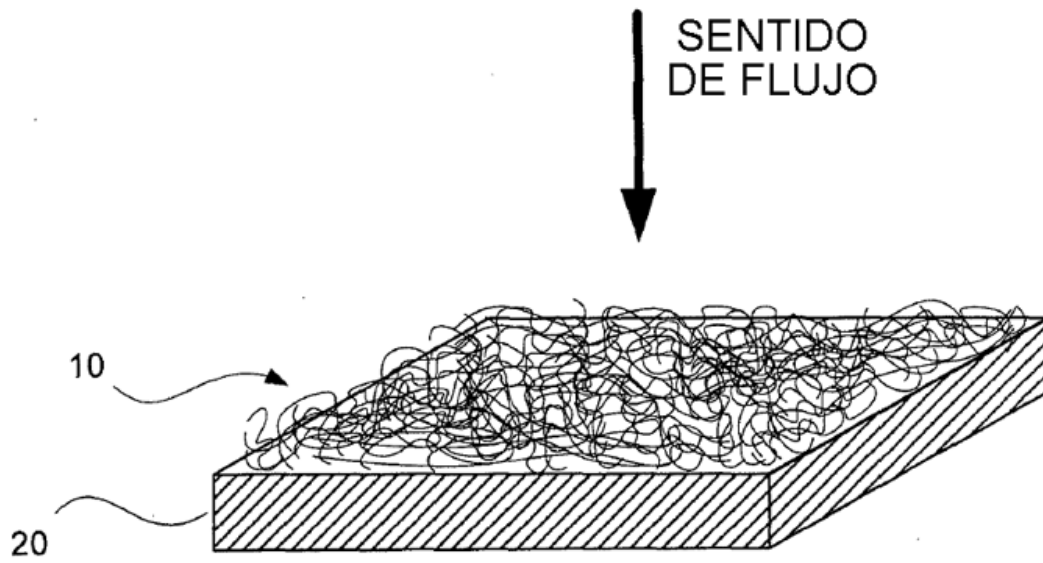


FIG. 1

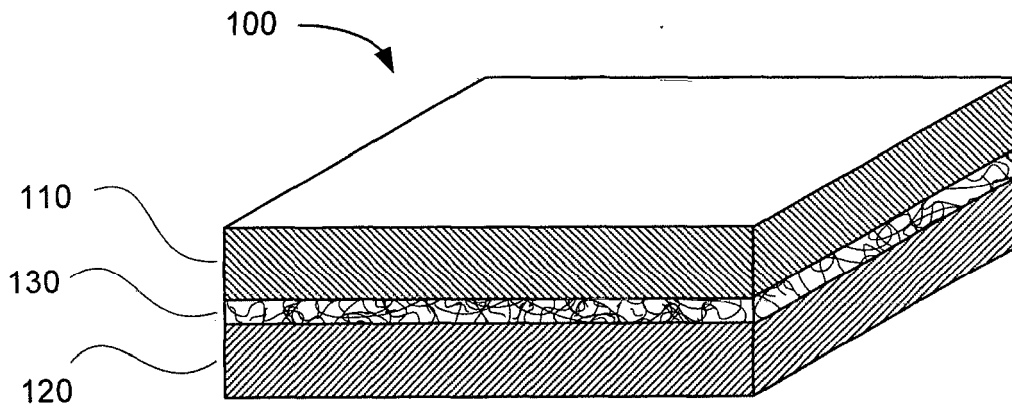


FIG. 2

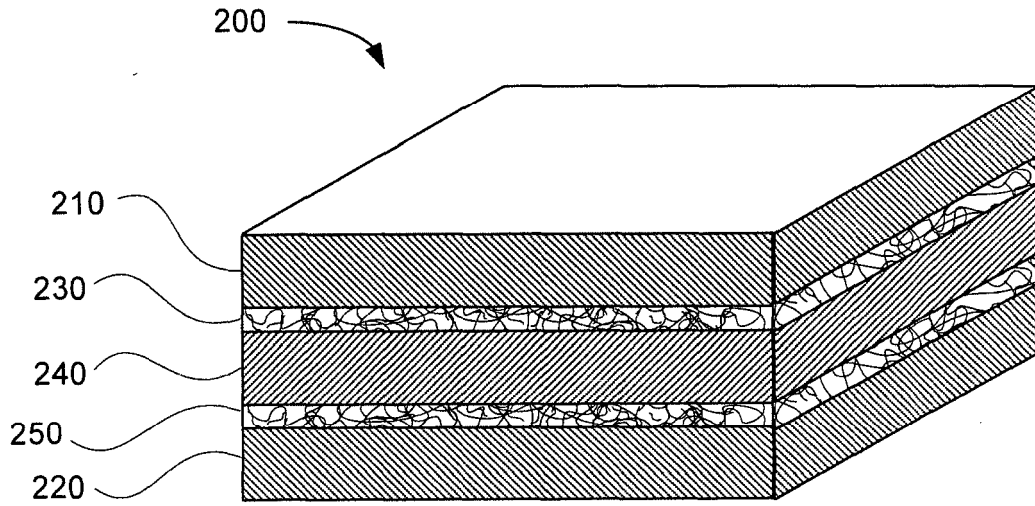


FIG. 3

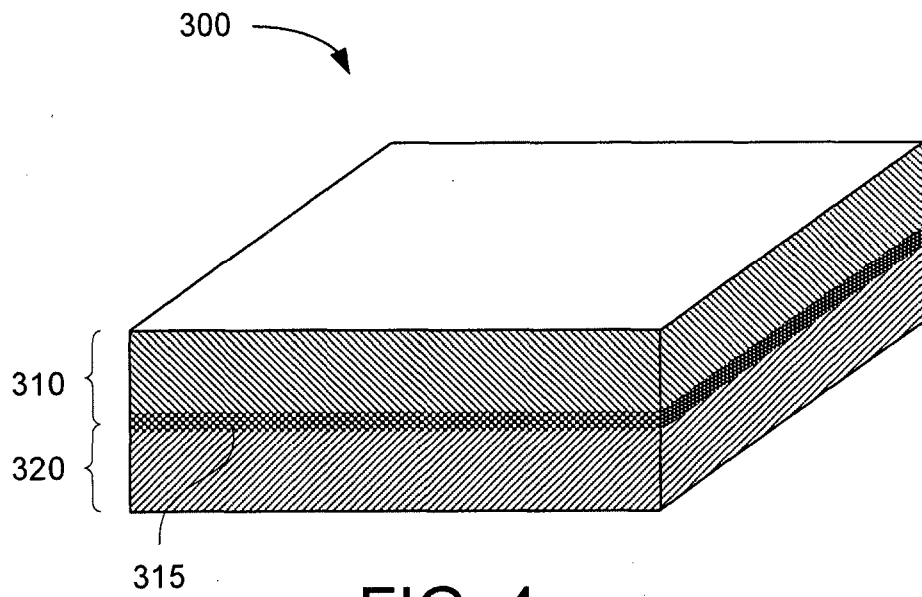


FIG. 4

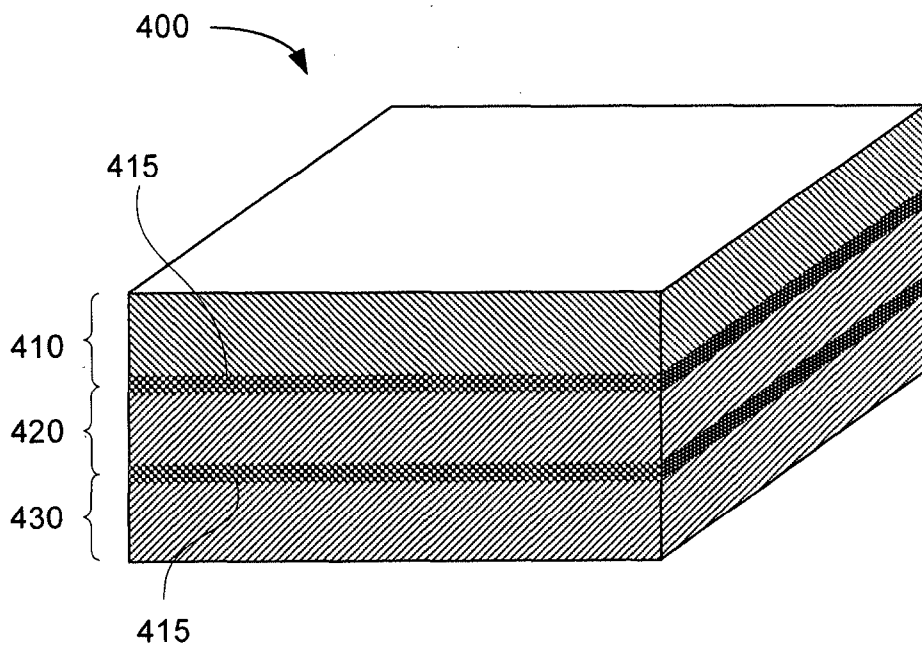


FIG. 7

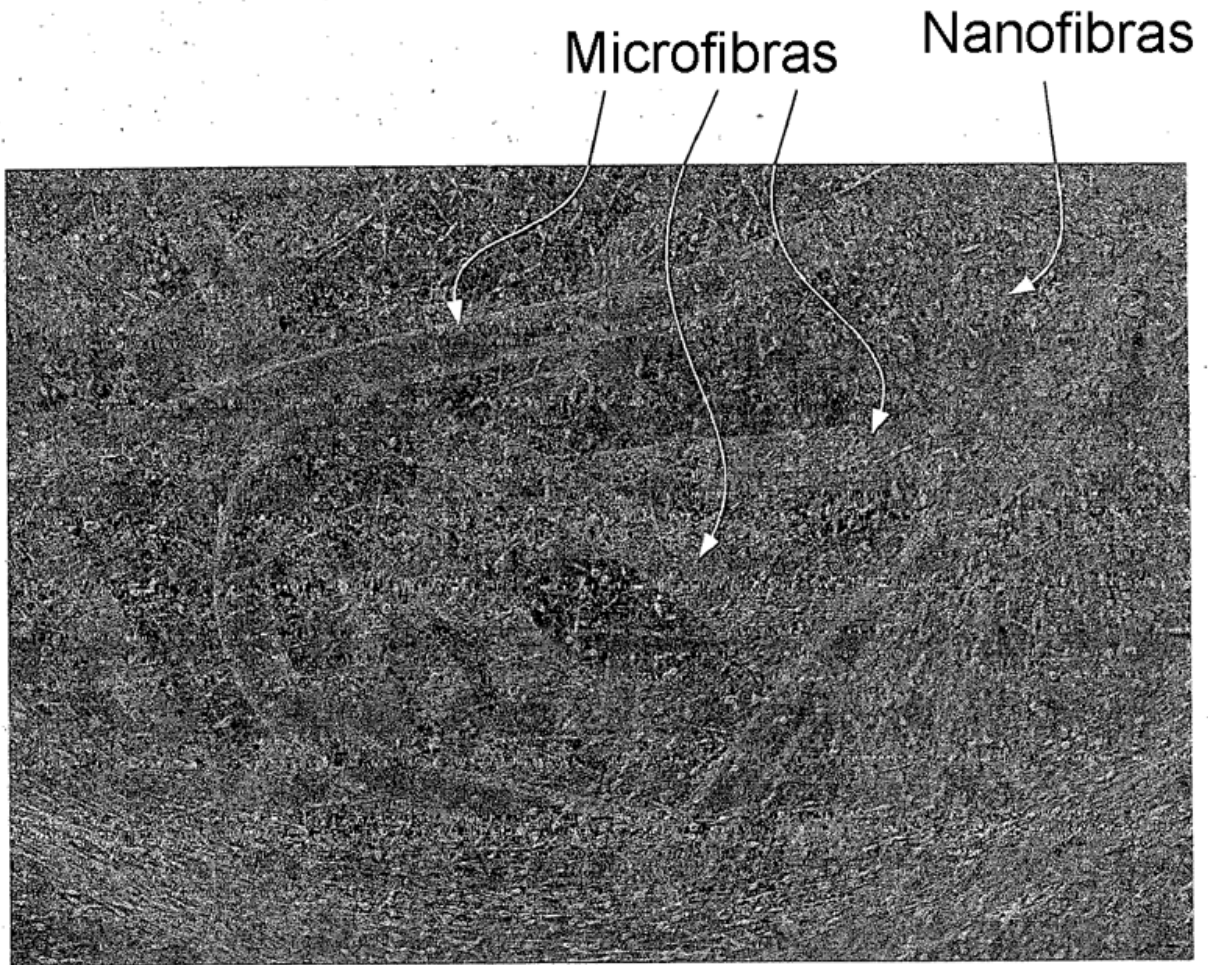


FIG. 5

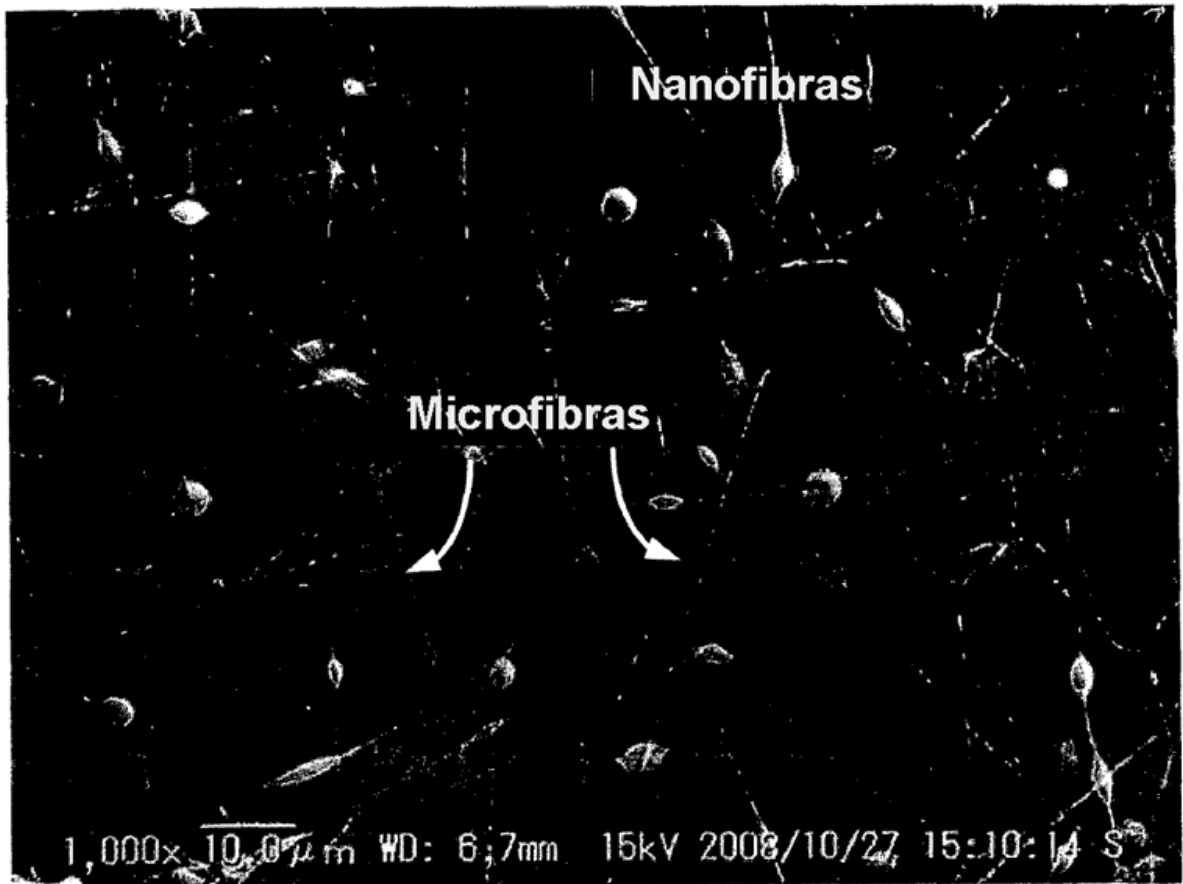


FIG. 6