(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 657 456**

(51) Int. CI.:

C08J 3/00 (2006.01)
C04B 35/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.06.2009 E 11195704 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.11.2017 EP 2439226**

(54) Título: **Material y método para producirlo**

(30) Prioridad:

12.06.2008 US 61066 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.03.2018

(73) Titular/es:

AVERY DENNISON CORPORATION (100.0%)
Law Department Mail Station 3200 150 North Orange Grove Blvd.
Pasadena, California 91103, US

(72) Inventor/es:

MEHRABI, ALI, R;
MEHRABI, REZA;
DE SANTOS AVILA, JUAN, M;
HSIAO, JANET y
CHICA, FRANCK

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

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).

DESCRIPCIÓN

Material y método para producirlo

El presente objeto inventivo se refiere en general al material y/o las técnicas de producción de material. Se encuentra particular relevancia en conexión con materiales poliméricos compuestos y/o microestructurados y, en consecuencia, la presente memoria hace referencia específica a ellos. Sin embargo, debe apreciarse que aspectos del presente objeto inventivo son también igualmente algunos transferibles a otras aplicaciones similares.

Los materiales y películas poliméricos se utilizan ampliamente para diversos productos y/o aplicaciones y tienen un amplio rango de propiedades que pueden proporcionar a costes relativamente bajos. En particular, las superficies poliméricas pueden funcionalizarse a fin de exhibir propiedades deseadas para una aplicación específica. Por ejemplo, una superficie polimérica puede alterarse física y/o químicamente a fin de mejorar su imprimibilidad, prestaciones de filtración, adhesión, humectabilidad, resistencia al clima, permeabilidad, propiedades ópticas o incorporar grupos funcionales específicos.

Se han desarrollado previamente varias técnicas para crear microestructuras sobre y/o en materiales poliméricos. En particular, se han desarrollado previamente técnicas para crear material polimérico poroso o estructurado por la formación de poros u otras estructuras similares en el mismo. Véanse, por ejemplo, la patente U.S. No. 3.679.538 de Druin et al., la patente U.S. No. 4.863.604 de Lo et al., la patente U.S. No. 4.487.731 de Kobayashi, y la publicación de solicitud de patente U.S. No. 2004/0026811 de Murphy et al.

Sin embargo, muchas técnicas anteriormente desarrolladas están generalmente limitadas de una u otra manera. Por ejemplo, algunas pueden trabajar solamente para hacer estructuras porosas a través de todo el polímero. Es decir, hay una falta de control con respecto a la extensión de la formación de microestructuras y/o poros y/o a la conectividad entre ellos. Adicionalmente, las técnicas anteriormente desarrolladas pueden consumir tiempo, ser complicadas y/o no adecuarse bien a procesos de producción comerciales convencionales (por ejemplo, tal como la producción de película de polímero rollo a rollo) que se puedan desear utilizar.

El microgofrado, la fotolitografía, la corrosión y la perforación por láser son, entre otros, métodos previamente desarrollados para generar textura y microestructuras en o sobre la superficie de polímeros. Aunque algunos de estos métodos son ventajosos debido a cuestiones económicas y tecnológicas, les falta generalmente la capacidad de producir eficiente y/o eficazmente ciertas estructuras de bucle ramificadas y/o cerradas. Adicionalmente, en general, pueden no ser muy adecuados para la producción de redes internas de poros interconectados.

El documento US 2007/275863 A1 describe un procedimiento para hacer un material compuesto de carbono vítreo que comprende cocer, en atmósfera inerte, carbono vitrificado en partículas en una composición que contiene (i) una resina precursora curable y pirolizable para formar carbono vítreo y, opcionalmente, (ii) un lubricante sólido.

El documento WO 2007/090131 A describe un artículo revestido que comprende un sustrato de conglomerado de fibrocemento y un sistema de revestimiento curable por radiación aplicado al sustrato, en donde el sistema de revestimiento comprende una dispersión acuosa de partículas de polímero y uno o más compuestos olefínicos, y en donde el sistema de revestimiento incluye una o más composiciones de revestimiento que pueden aplicarse en una o más capas.

El documento WO 03/080119 A describe un sistema polimérico responsivo que comprende un componente polimérico responsivo capaz de experimentar una transición que da como resultado un incremento brusco de la viscosidad en respuesta a un disparo efectuado en un lugar del cuerpo predeterminado, un componente de refuerzo sólido no cerámico que refuerza el componente de polímero en un lugar del cuerpo predeterminado, y un disolvente de base acuosa, en donde la viscosidad de dicho componente polimérico responsivo aumenta en al menos alrededor de 2 veces tras la exposición a un disparador predeterminado.

El documento WO 2004/082333 A describe una unidad de calentamiento en forma de lámina que comprende (a) un complejo de calentamiento en el que nanomateriales de carbono anisotrópico del diámetro de varios nm a cientos de nm y de la longitud de varios µm a cientos de µm se dispersan en una resina de matriz eléctricamente aislante en una cantidad de 2 a 40% en peso, basado en el peso total del complejo de calentamiento, estando los nanomateriales de carbono en contacto eléctrico uno con otro, y (b) electrodos porosos planos sujetos a ambos planos del complejo de calentamiento.

El documento US 2004/138058 A1 describe un material compuesto que comprende un sustrato metálico, una película de aluminofosfato sustancialmente amorfa y sustancialmente no porosa y un componente entre ellos, comprendiendo dicho componente un grupo fosfato en interacción vinculada con un óxido de un componente metálico de dicho sustrato.

El documento WO 03/074227 A describe un procedimiento para hacer almohadillas de pulido para uso en el pulido químico mecánico (CMP) de sustratos, teniendo cada una de dichas almohadillas de pulido una superficie de pulido

amolada y que consta de una matriz fibrosa porosa de fibras papeleras, una carga y un aglutinante para fijar dicha matriz fibrosa, consistiendo dicho aglutinante en resina termoendurecible, formando dicha matriz y dicho aglutinante una estructura porosa, consistiendo dicha superficie amolada en una superficie amolada a fin de que dicha matriz de la misma sea de construcción de poros abiertos y defina asperezas superficiales, comprendiendo dicho procedimiento (a) hacer dichas almohadillas de pulido utilizando un proceso de fabricación de papel por tendido en húmedo, (b) comprendiendo dicho paso (a) formar una papilla de al menos agua, fibras papeleras y látex, (c) mezclar dicha papilla de dicho paso (b) a fin de dispersar las fibras, (d) suministrar dicha papilla mezclada a un aparato de fabricación de papel, y formar una lámina tendida en húmedo, (e) secar la lámina tendida en húmedo de dicho paso (d), (f) añadir y curar aglutinante de resina termoendurecible, (g) comprendiendo dicho paso (f) al menos uno de entre añadir la resina termoendurecible durante dicho paso (b) y después dicho paso (e), (h) cortar la lámina para formar almohadillas de pulido de tamaño deseado, (i) amolar al menos una cara superficial de cada almohadilla de pulido mencionada para formar dichas asperezas y para abrir la matriz porosa para el transporte de papilla de pulido durante un proceso CMP, y (j) añadir partículas de carga de acondicionamiento-refuerzo de tamaño nanométrico de modo que cada una dichas superficies de pulido amoladas se refuerce para mejorar la resistencia al desgaste durante el acondicionamiento de dicha superficie de pulido amolada por un disco de acondicionamiento, para que dicha superficie de pulido requiera un acondicionamiento menos frecuente y menos vigoroso después de un uso repetitivo.

El documento WO 2004/020362 A describe un método para fabricar fibras cerámicas huecas de polvos de nanoescala a) preparando una masa cerámica por reacción de un polvo de óxido, carburo, nitruro o sulfuro metálico de nanoescala con un ácido oxicarboxílico, combinando el producto de reacción con una mezcla de al menos un disolvente y al menos un aglutinante polimérico para obtener una masa cerámica, b) extruyendo o hilando la masa cerámica a fin de obtener fibras huecas en bruto, y c) sinterizando las fibras hueca en bruto con métodos de sinterizado usuales.

El documento WO 02/068373 A describe un método para hacer un cuerpo de material compuesto, que comprende proporcionar una masa o preforma porosa que comprende al menos una fuente de carbono distinta del carburo de boro, y al menos un material de carga que comprende carburo de boro, proporcionar un infiltrante fundido que comprende silicio que tiene disuelto en él al menos una sustancia que comprende boro, luego, en una atmósfera al vacío o inerte, contactar dicho infiltrante fundido con al menos una de dicha masa o preforma porosa, infiltrar dicho infiltrante fundido en dicha masa o preforma porosa, y hacer reaccionar dicho silicio con dicha fuerza de carbono para formar carburo de silicio, y continuar dicha infiltración y hacer reaccionar al menos hasta que dicho carburo de silicio formado conforma una estructura al menos parcialmente interconectada.

El documento US 6.183.873 B1 describe un procedimiento para hacer un producto de material compuesto de matriz de sílice reforzada de fibra que contiene fibras refractarias y que está sustancialmente libre de vidrio negro, que comprende los pasos de (a) aplicar a fibras refractarias un agente lubricante de partículas de nitruro de boro submicrónicos y una composición de resina de polisiloxano por (A) un proceso de dos pasos para (1) revestir las fibras refractarias directamente con nitruro de boro en forma de un revestimiento de resina de polisiloxano delgado que es menor que alrededor de 1% del peso de fibra y que contiene alrededor de 5 a 10% en peso de partículas de nitruro de boro de tamaño submicrónicas, y (2) impregnar las fibras revestidas con una composición de resina de polisiloxano básica que comprende (i) una cantidad sustancial de una resina de silicona sólida disuelta en al menos una resina de siloxano líquida de peso molecular inferior, (ii) un aditivo refractario, y (iii) un agente de curado, o (B) un proceso de un solo paso para impregnar las fibras refractarias con una composición de resina de polisiloxano básica que contiene además un agente lubricante y que comprende una cantidad sustancial de una resina de silicona sólida disuelta en al menos una resina de siloxano líquida de peso molecular inferior, (ii) un aditivo refractario y (iii) un agente de curado, y dicha composición de resina de polisiloxano básica contiene además (iv) un agente lubricante que contiene partículas de nitruro de boro con un tamaño de partícula de alrededor de 1 micrón o menos, de modo que la fibra se lubrique con las partículas de nitruro de boro cuando la fibra se carga con la resina, y (b) calentar la mezcla resultante de (A) o (B) bajo un plan de calentamiento controlado lento para minimizar la formación de vidrio negro.

El documento WO 99/64361 A describe un procedimiento para fabricar dispositivos HTFRC de densidad esencialmente uniforme, siendo dicho procedimiento rápido y barato, comprendiendo dicho procedimiento los pasos de seleccionar una combinación de material de fibra/matriz, proporcionando una preforma de fibra de una forma y colocación de fibras deseadas, teniendo dicha preforma de fibra dicho material de fibra en ella, seleccionar al menos un material monómero de precerámica o de precarbono de baja viscosidad que humedece las superficies de dicha preforma de fibra o preforma parcialmente densificada, seleccionar al menos un catalizador, colocar dicho al menos un catalizador en dicha preforma de fibra o en el monómero, impregnar dicha preforma de fibra con dicho al menos un monómero de baja viscosidad, polimerizar in situ el material monómero de precarbono o precerámica en un proceso de una sola fase para obtener un polímero de precarbono o precerámica del peso molecular deseado, pirolizar el material polimerizado de precarbono o precerámica para formar un material de matriz de carbono o de cerámica, repetir los pasos de impregnación, polimerización y pirolización para densificar aún más dicha preforma, y realizar procesos de fabricación adicionales hasta obtener la preforma, si fuera necesario.

El documento EP 0 714 869 A2 describe un método de producir un material compuesto, que comprende los pasos de dispersar polvo carbonáceo que tiene un diámetro de partícula medio de menos de 0,5 µm en una solución de disolvente orgánico que contiene una resina termoendurecible para obtener una suspensión que tiene una viscosidad de 5 a 50 cP a 25º C, impregnar fibra de carbono con dicha suspensión, alinear unidireccionalmente dichas fibras de carbono, moldear dichas fibras unidireccionalmente alineadas impregnadas con dicha dispersión a una temperatura suficiente para curar dicha resina termocurable y calcinar a continuación dicho producto moldeado.

El documento EP 0 512 401 A2 describe un material dieléctrico cargado que tiene una constante dieléctrica por debajo de 3,0 y que comprende al menos una resina de polímero y una carga de dimensión molecular.

En consecuencia, se describen un material o materiales microestructurados y/o compuestos nuevos y/o mejorados y/o un método o métodos para producir los mismos que abordan el problema o los problemas antes mencionados y/u otros.

Según una realización de ejemplo, se proporciona un método para crear materiales compuestos.

Según otro ejemplo de realización aquí descrito, se proporciona un método para crear materiales poliméricos microestructurados. Adecuadamente, las microestructuras incluyen microestructuras en bucle ramificadas o cerradas en superficies poliméricas, o en toda una película de polímero.

Según otro ejemplo de realización aquí descrito, se proporciona un método que permite una flexibilidad sustancial en el diseño de las microestructuras y que simplifica la eliminación de una estructura reticular usada para formas esas microestructuras.

Según otro ejemplo de realización aquí descrito, se proporciona un método que permite un control adecuado de la creación de poros en un material, incluyendo el control del tamaño del poro, la distribución del tamaño del poro y/o la conectividad de los poros. Adecuadamente, la distribución del tamaño del poro puede ser estrecha o ancha, unimodal o multimodal. Opcionalmente, los poros pueden ser uniformes o estar graduados en distribución en la sección transversal y/o en la cara de la película. Además, cada capa definida por el tamaño de poro puede ser uniforme o estar graduada.

Una realización aquí descrita se refiere a un nuevo método para crear materiales compuestos que utiliza el concepto de flujo de fluido y desplazamiento de fluido en una construcción reticular. La construcción reticular puede estar consolidada (es decir, las partículas de matriz están conectadas) o no consolidada (es decir, hecha de partículas individuales que pueden moverse libremente, pero mantenerse en su sitio por compactación o por otros medios, tal como tensión superficial de líquido). Adecuadamente, un fluido invasor, por ejemplo un material polimérico, se utiliza para desplazar los fluidos (por ejemplo, aire) en la construcción reticular. Dependiendo de la geometría de la red de la construcción reticular, las propiedades físicas del fluido existente en la construcción reticular y el fluido de desplazamiento, pueden conseguirse diversos patrones de flujo con diferente topología (véase la figura 43). Por ejemplo, en imbibición, en la que un fluido humectante desplaza un fluido no humectante, se genera un patrón de flujo tridimensional con bucles cerrados (denominado racimo de imbibición). Mientras que un drenaje, en el que un fluido no humectante desplaza un fluido humectante, genera una estructura de ramificación tridimensional totalmente diferente (llamada racimo de drenaje) sin bucles cerrados (figura 43).

Adecuadamente, el material fluido invasor puede solidificarse opcionalmente dentro de la construcción reticular por cualquier medio para formar un material compuesto. Por ejemplo, el material fluido invasor puede solidificarse por enfriamiento o curado. La construcción reticular original puede seguir siendo parte del material compuesto acabado a fin de proporcionar funciones específicas. Alternativamente, la construcción reticular puede ser un componente sacrificatorio que puede eliminarse después de que se forme la microestructura de polímero. Adecuadamente, el fluido opcionalmente desplazado y/u original en la construcción reticular puede ser cualquier fluido; por ejemplo, puede ser cualquier gas, incluyendo aire, o cualquier líquido que pueda solidificarse opcionalmente, o una mezcla de gas y líquido (es decir, espuma). En una realización adecuada, el fluido que existe originalmente en la construcción reticular se desplaza al menos parcialmente con el material fluido invasor. Cualquier parte restante del fluido original puede opcionalmente eliminarse o dejarse en el material compuesto final. En el último caso, el fluido original restante puede solidificarse opcionalmente por cualquier medio.

Según todavía otro ejemplo de realización aquí descrito, la construcción reticular se forma empaquetando sólidos granulares que son al menos parcialmente solubles en ciertos disolventes. Opcionalmente, los sólidos pueden ser una mezcla de partículas sólidas de diferente naturaleza química, tamaño y/o forma. Adecuadamente, los sólidos pueden molerse (triturarse) en un primer líquido no disolvente. Puede utilizarse un proceso de filtrado opcional después de la molienda para estrechar el tamaño de partícula de los sólidos. Opcionalmente, el líquido de molienda puede evaporarse y/o desecarse en este punto. Adecuadamente, puede introducirse un segundo líquido para redispersar las partículas sólidas a fin de formar una suspensión sólida homogénea. Este segundo líquido de suspensión puede ser o no ser el mismo que el primer líquido de molienda. Adecuadamente, la suspensión sólida se aplica entonces como revestimiento sobre un sustrato o superficie, por ejemplo a través de revestimiento de troquel o patrón, pulverización, serigrafía, grabado o impresión por chorro de tinta u otros métodos de aplicación o

deposición similares. Opcionalmente, el líquido de suspensión puede desecarse a continuación para dejar una torta de sólidos granuladores sobre el sustrato. La torta de sólidos granulares funciona como la construcción reticular en los pasos posteriores. En otro método, los sólidos pueden ser molidos en seco en un ambiente controlado (por ejemplo, temperatura y humedad controladas) y, posteriormente, compactados para formar la torta.

En una realización descrita, el material fluido invasor, por ejemplo un polímero, se pone en contacto con la construcción reticular de modo que el fluido invada los intersticios, huecos y/o espacios entre las partículas de la construcción reticular. Adecuadamente, el material fluido invasor es una solución polimérica que puede secarse posteriormente o precipitarse por otro líquido, o puede estar en formas líquidas que pueden curarse posteriormente, o depositarse en forma de vapor o solidificarse por enfriamiento. El material fluido invasor se solidifica entonces y se separa opcionalmente de la construcción reticular. Los sólidos residuales de la construcción reticular que permanecen sobre el material invasor solidificado pueden luego lavarse o dejarse detrás, dejando un material con una estructura porosa o un material compuesto estructurado.

En realizaciones alternativas, el procedimiento aquí descrito puede utilizarse para crear estructuras de material compuesto y/o porosas en un lado o en ambos lados de un material, o en todo el espesor del material. Además, la extensión de la capa de material compuesto sobre la superficie de película puede ser parcial o completa y el tamaño y la extensión de la cobertura pueden ser regulares o aleatorios.

De acuerdo con realizaciones alternativas aquí descritas, el material polímero invasor puede ser una película preformada o un líquido. Opcionalmente, la película puede estar estirada uniaxial o biaxialmente o puede no estar estirada; la película de polímero puede extruirse; la película de polímero puede ser de una capa única o de multicapa; puede crearse una película multicapa por laminación o coextrusión; y/o la película de polímero puede tener una o más cargas en ella.

En cualquier caso, numerosas ventajas y beneficios del objeto inventivo aquí descrito serán evidentes para los expertos ordinarios en la materia tras la lectura y comprensión de la presente memoria.

El objeto inventivo aquí descrito puede adoptar la forma de diversos componentes y disposiciones de componentes y de diversos pasos y disposiciones de pasos. Los dibujos son solamente para fines de ilustrar realizaciones preferidas y no deben interpretarse como limitativos. Además, debe apreciarse que los dibujos pueden no estar a escala.

La figura 1 es un diagrama de flujo que ilustra un ejemplo de procedimiento para producir material compuesto y/o estructurado/poroso de acuerdo con aspectos del presente objetivo inventivo.
La figura 2 es un diagrama esquemático que muestra diferentes materiales, construcciones y similares formados en diversos pasos en el procedimiento aquí descrito.
La figura 3 es un diagrama esquemático que muestra una correspondiente construcción reticular, material compuesto y material estructurado/poroso final formados en conjunción con el procedimiento actualmente descrito.
La figura 4 es un diagrama esquemático que muestra un ejemplo de procedimiento más específico para producir material compuesto y/o estructurado/poroso de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo.
La figura 5 es una imagen SEM (microscopio electrónico de exploración) que muestra en sección transversal un material producido de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo, siendo dicho material un material compuesto poroso que encapsula una partícula funcional, a saber, una perla de vidrio revestida de plata.
La figura 6 es un diagrama esquemático que muestra un ejemplo de aparato para llevar a cabo un ejemplo de procedimiento de producción de material como el que aquí se describe.
La figura 7 es un gráfico que ilustra un ejemplo de distribución de tamaño de partículas de una papilla utilizada para preparar construcciones reticulares de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo.
La figura 8 es un diagrama esquemático que muestra un ejemplo de organización utilizado en experimentos para preparar materiales de muestra de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo.
La figura 9 es una tabla que muestra parámetros de procesamiento utilizados para varios experimentos en los cuales se prepararon materiales de muestra de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo.
Las figuras 10-39 son imágenes SEM que muestran vistas en planta y en sección transversal de diversos materiales de muestra preparados de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo.
La figura 40 es un gráfico que ilustra el porcentaje de transmisión de luz de un material en función del espesor de una capa porosa formada en él de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo.
La figura 41 es un gráfico que ilustra la claridad de un material en función del espesor de una capa porosa formada en él de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo.
La figura 42 es un gráfico que ilustra la turbiedad de un material en función del espesor de una capa porosa formada en él de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo.
La figura 43 representa los diversos tipos de racimos que pueden formarse durante el proceso de invasión (imbibición o drenaje) [Tomado de J. Phys: Conden.Matter. 2, SA79,(1990)].
La figura 44 muestra las variaciones del procedimiento para hacer estructuras estratificadas, patronizadas y gradientes.

En lo que sigue, las realizaciones y ejemplos en los que la primera construcción reticular no es de óxido de zinc y en los que el primer material fluido no contiene ácido poliacrílico son únicamente realizaciones y ejemplos comparativos.

Para fines de claridad y simplicidad, la presente memoria se referirá a elementos estructurales y/o funcionales, estándares y/o protocolos relevantes y otros componentes que se conocen comúnmente en la técnica, sin explicación detallada adicional en relación con su configuración o funcionamiento, excepto en la extensión en la que se han modificado o alterado de acuerdo con la realización o realizaciones preferidas aquí presentadas y/o para acomodarse a ellas. Adicionalmente, a menos que se especifique de otra manera, tal como aquí se utilizan: los términos micro, microdimensionado y similares se refieren a elementos o características que tienen dimensiones del orden de micrómetros; el término fluido o similar se refiere a un líquido o gas fluyente u otro material fluyente; el término material compuesto o similar se refiere a un material que está hecho de dos o más materiales componentes que difieren en propiedades químicas y/o físicas (por ejemplo, un material compuesto puede estar hecho de un material polimérico y un sólido o un fluido (incluyendo el aire)); el término superhidrófobo, cuando se utiliza con referencia a materiales y/o superficies, significa materiales y/o superficies que son extremadamente difíciles de humedecer, es decir, que tienen ángulos de contacto con agua de más de 150º; el término superoleófobo, cuando se utiliza con referencia a materiales y/o superficies, significa materiales y/o superficies que representan ángulos de contacto mayores de 150º con respecto a líquidos orgánicos; el estado Cassie Baxter se refiere al caso en que una gotita o líquido está reposando parcialmente sobre la característica o características o asperezas elevadas de un material sólido y puenteando el intersticio o intersticios entre ellas; y, el término ensuciamiento o similares se refiere a la acumulación y/o deposición de organismos vivos y ciertos materiales no vivos sobre superficies duras (por ejemplo, filtros y membranas). Adicionalmente, los valores numéricos u otros valores, cantidades, rangos, dimensiones, temperaturas, periodos de tiempo, pesos, porcentajes, relaciones y similares aquí mencionados están destinados a ser aproximados, a menos que se indique otra cosa.

En general, la presente memoria describe diversas realizaciones de un material, por ejemplo un material al menos parcialmente polimérico. En un ejemplo de realización, el material descrito es opcionalmente un material compuesto que incluye una pluralidad de diferentes materiales componentes, por ejemplo que incluye al menos un componente polimérico. En otro ejemplo de realización, el material descrito tiene selectivamente una o más estructuras microdimensionadas formadas en él y/o sobre éste. Adecuadamente, las estructuras microdimensionadas son poroso u otros espacios, intersticios o huecos similares formados dentro del material. En ejemplos de realización seleccionados, los poros están opcionalmente en comunicación de fluido uno con otro para formar una red interconectada de poros dentro del material. La presente memoria describe también un método o métodos inventivos para la fabricación de los materiales antes mencionados. En un procedimiento adecuado, se forma primero un material compuesto como material intermedio. Seguidamente, se elimina al menos una porción de al menos uno de los materiales componentes que constituyen el material compuesto para formar el material estructurado final, por ejemplo con poros remanentes en donde residía previamente el material eliminado.

Con referencia ahora a las figuras 1 y 2, se describe ahora un ejemplo de procedimiento para hacer un material compuesto y/o un material que contiene microestructuras según aspectos del presente objeto inventivo. En particular, la figura 1 representa un diagrama de flujo que ilustra un ejemplo de ejemplo para hacer el material o materiales antes mencionados, y la figura 2 ilustra los materiales y/o las construcciones intermedias formados en diversos puntos o etapas dentro del procedimiento.

En un primer paso 100 (véase la figura 1), se prepara una construcción reticular 10 (por ejemplo, como se ve en la figura 2). En particular, la construcción 10 es adecuadamente una celosía o armazón unidimensional, bidimensional o tridimensional de partículas sólidas 10a (es decir, granos de material). Como se muestra en la figura 2, la celosía incluye una disposición geométrica irregular de las partículas 10a, pero alternativamente las partículas 10a pueden tener una disposición geométrica regular dentro de la celosía. Adecuadamente, como se muestra en la figura 2, ciertas partículas 10a hacen tope, contactan o se tocan de otra forma con una o más de sus partículas vecinas 10a mientras forman uno o más huecos, intersticios o espacios entre las respectivas partículas 10a (es decir, regiones en las que las partículas 10a no existen o residen).

Como se muestra en la figura 2, durante, en o después de su formación, la construcción reticular 10 se infiltra de forma parcial o completa por un primer material fluido 12. Es decir, el primer material fluido 12 llena al menos parcialmente los espacios, huecos y/o intersticios entre las partículas 10a.

En un segundo paso 200 (véase la figura 1), la construcción reticular 10 es invadida completa o parcialmente por un segundo material fluido 14. Es decir, el fluido invasor 14 llena al menos parcialmente los espacios, huecos y/o intersticios entre las partículas 10a. Adecuadamente, cuando la construcción reticular 10 ha sido infiltrada previamente por el fluido 12, opcionalmente el fluido 14 desplaza la totalidad o parte del fluido 12. Además del desplazamiento parcial o completo antes mencionado y/o en lugar de éste, el fluido 14 puede mezclarse opcionalmente o combinarse de otra manera con la totalidad o parte del fluido 12. Opcionalmente, el fluido invasor 14 es, por ejemplo, un polímero fundido, un monómero, una solución polimérica o similar.

En un tercer paso 300 (véase la figura 1), el material 14 se solidifica así adecuadamente formando un material compuesto intermedio 16 que incluye, por ejemplo, el material solidificado 14, la construcción reticular 10 y cualquier cantidad restante del material 12. Opcionalmente, se consigue la solidificación antes mencionada, por ejemplo, por enfriamiento del material 14, curado del material 14 utilizando calor, luz o de otra manera, reacción del material 14 con el material 12 y/o el material utilizado para crear la construcción reticular 10, etc. Opcionalmente, al formar el material compuesto, cualquier material fluido restante 12 puede solidificarse también.

En un cuarto paso opcional 400 (véase la figura 1), la totalidad o parte del material que constituye la construcción reticular 10 y/o cualquier primer fluido restante 12 se eliminan del material compuesto intermedio 16 para crear el material estructurado final 18. En particular, las porciones eliminadas de la construcción reticular 10 y/o cualquier primer fluido restante 12 forman en efecto o dejan detrás una o más microestructuras (por ejemplo, una red de poros interconectados) en el material estructurado final 18. Opcionalmente, el proceso de eliminación antes mencionado puede realizarse, por ejemplo, por disolución, lavado, corrosión, vaporización o volatización de las porciones eliminadas o por otras técnicas similares.

Con referencia adicional ahora a la figura 2, se muestran diversos materiales, construcciones y/o materiales compuestos intermedios en una pluralidad de etapas en el procedimiento de fabricación antes mencionado. Se hace notar que en la figura 2 se representan diversas realizaciones y/o escenarios opcionales. En particular, las etapas etiquetadas con caracteres de referencia que tienen valores numéricos iguales representan etapas idénticas en el procedimiento de producción, mientras que las etapas iguales numéricamente referenciadas que tienen valores alfabéticos diferentes representan diferentes opciones, escenarios y/o realizaciones alternativos.

En las etapas etiquetadas 102a y 102b, está presente una construcción reticular adecuada 10 hecha de partículas sólidas 10a. Como se muestra en la etapa 102a, la región o regiones blancas o sin sombreado representan los espacios, huecos o intersticios entre las partículas 10a. En general, como se muestra en la figura 2, la región o regiones blancas o sin sombreado representan la ausencia de partículas 10a, material 12 y/o material 14. Como se representa en la etapa 102b en comparación con la etapa 102a, la construcción reticular 10 se muestra opcionalmente infiltrada con el material fluido 12 indicado generalmente en la figura 2 por la región o regiones con sombreado gris claro. En las etapas etiquetadas 202a y 202b, se muestra la invasión del material fluido 14, indicado generalmente en la figura 2 por la región o regiones con sombreado gris oscuro.

Las etapas etiquetadas 302a, 302b y 302c muestran realizaciones del material compuesto intermedio 16. Adecuadamente, como se muestra en la etapa etiquetada 302a, el material 14 invade sólo parcialmente la construcción reticular 10 (véanse, por ejemplo, las regiones blancas o sin sombreado restantes en el material compuesto 16). Como se muestra en la etapa etiquetada 302b, el material 14 invade de nuevo sólo parcialmente la construcción reticular 10, dejando así una porción del material 12 sin desplazar (véanse, por ejemplo, las regiones restantes con sombreado gris claro en el material compuesto 16). Alternativamente, como se muestra en la etapa etiquetada 302c, el material 14 ha invadido sustancialmente de forma completa la construcción reticular 10, llenando así esencialmente todos los huecos, espacios y/o intersticios entre las partículas 10a y/o desplazando esencialmente todo el material fluido 12. Sin embargo, en los tres casos, el material compuesto intermedio 16 se forma ahora, por ejemplo, por solidificación del material 14.

Finalmente, las etapas etiquetadas 402a, 402b y 402c muestran el material final 18 estructurado (es decir, poroso) resultante de la eliminación de la construcción reticular 10 de los materiales compuestos intermedios 16 representados en cada una de las etapas 302a, 302b y 302c, respectivamente.

Con referencia ahora a la figura 3, se muestran ejemplos correspondientes de una construcción reticular 10 formada de partículas 10a, un material intermedio compuesto 16 transformado por la invasión de material 14 en la construcción reticular 10, y el material estructurado/poroso final resultante 18 obtenido por la eliminación de la construcción reticular 10. En la figura 3 puede apreciarse que la distribución del tamaño de poro y la conectividad de los poros en el material estructurado final 18 pueden ser controladas ampliamente de forma selectiva por la distribución del tamaño de los sólidos o particulares granulares 10a, sus formas y la manera en que están empaquetadas y/o dispuestas en la construcción reticular 10. Como se muestra en la figura 3, el espacio de poro del material 18 es generalmente divisible en cuerpos de poro 18a y gargantas de poro 18b. Los cuerpos 18a están representados por los huecos o espacios o volúmenes relativamente grandes que se crean o se forman generalmente, por ejemplo, eliminando los sólidos o partículas granulares 10a, mientras que los canales o gargantas relativamente estrechos 18b, que proporcionan comunicación de fluido y/o conectividad entre los cuerpos de poro 18a, se crean o se forman generalmente donde las partículas 10a contactaron una con otra y/o por cualquier espacio hueco alrededor de las áreas de contacto que no fue penetrado por el material fluido 14. En su mayor parte, la porosidad en general del material final 18 depende de la distribución del tamaño y/o la cantidad de cuerpos de poro 18a, mientras que las propiedades de flujo de fluido del material final 18 son controladas por las gargantas 18b.

Como ya se ha puntualizado, la distribución del tamaño y/o la cantidad de los cuerpos de poro 18a están relacionadas con la distribución del tamaño y/o la cantidad de sólidos y/o partículas granulares 10a en la construcción reticular original 10, mientras que la distribución de tamaño de las gargantas de poro 18b está análogamente relacionada con las áreas de contacto entre las partículas 10a. Puesto que la distribución de tamaño

de las partículas 10a puede ser controlada y/o medida fácilmente antes de que se fabrique la construcción reticular 10, esta información a priori son datos conocidos. En consecuencia, a partir de estos datos previos, la distribución de tamaño de los cuerpos de poro 18a (y así la porosidad efectiva del material 18) puede también conocerse, calcularse o estimarse estrechamente a priori, es decir, antes de la formación real del material final 18. Asimismo, la distribución de tamaño de las áreas de contacto entre los sólidos o partículas granulares 10a depende del grado de compactación de las partículas 10a y la redondez alrededor de sus esquinas, así como de sus formas. Dada la distribución del tamaño de las partículas 10a, el grado de compactación, sus formas, etc., se puede determinar la distribución de tamaño de las áreas de contacto entre las partículas 10a (por ejemplo, por simulación informática o de otra forma) y, por tanto, la distribución del tamaño de las gargantas de poro resultantes 18b. Así, la información relevante sobre la morfología del espacio de poro resultante en el material final 18 puede conocerse a priori, es decir, incluso antes de que se fabrique el material 18.

Con referencia ahora a la figura 4, se describirá ahora un ejemplo de realización para fabricar un material de acuerdo con aspectos del presente objeto inventivo. En relación con el procedimiento de nivel más alto descrito con referencia a la figura 1, debe hacerse notar que: los pasos 110-118 ilustrados en la figura 4 son subpasos correspondientes al paso global 100 ilustrado en la figura 1; los pasos 210 y 212 ilustrados en la figura 4 son subpasos correspondientes al paso global 200 ilustrado en la figura 1; el paso 310 ilustrado en la figura 4 es un subpaso correspondiente al paso global 300 ilustrado en la figura 1; y los pasos opcionales 410 y 412 ilustrados en la figura 4 son subpasos correspondientes al paso global 400 ilustrado en la figura 1.

Como se ilustra en la figura 4, el procedimiento comienza en el paso 110 con un material sólido granular. En el paso 112, el material granular del paso 110 es molido o triturado de otra forma para conseguir partículas 10a de un tamaño y/o forma deseados. Opcionalmente, los sólidos pueden ser molidos en seco o molidos en un líquido no disolvente. Si se realiza una molienda en húmedo, opcionalmente una vez que se completa la molienda en húmedo, puede realizarse un secado u otro paso similar para evaporar o eliminar de otra manera el líquido de molienda de las partículas producidas 10a. Alternativamente, pueden utilizarse otros métodos para producir las partículas deseadas 10a. Por ejemplo, éstas pueden formarse por precipitación a partir de una solución o por recristalización. En este caso, el tamaño y/o la forma de las partículas 10a son controlados opcionalmente por las condiciones de procesamiento (por ejemplo, temperatura, condiciones de mezclado, etc.) en las que se realizan la precipitación y/o la recristalinización. Adicionalmente, en cualquier caso, la distribución del tamaño de partícula puede controlarse adicionalmente, por ejemplo por filtrado o tamizado.

Opcionalmente, una o más formas y/o tamaños de partículas 10a pueden emplearse opcionalmente para conseguir una distribución del tamaño de partícula deseado. El tamaño o tamaños, la forma o formas dependen del material compuesto intermedio y/o del material final estructurado/poroso que se desea finalmente. En general, el sólido granular puede ser una mezcla de partículas sólidas de diferente tamaño y forma.

En el paso 114, el medio granular del paso 112 se mezcla en un líquido de suspensión que puede o puede no ser el mismo que el líquido de molienda. Por ejemplo, los fluidos de molienda y/o suspensión adecuados incluyen, pero no se limitan a, alcoholes (IPA, propilenglicol, etilenglicol, glicerina, etc.), ésteres, cetonas, aromáticas, alifáticas y polímeros líquidos, etc. Adecuadamente, en el líquido de suspensión, las partículas sólidas 10a se dispersan para formar una suspensión sólida sustancialmente homogénea.

En el paso 116, el líquido que lleva el medio granular se imprime entonces opcionalmente, se pone como revestimiento, se deposita o se aplica de otra forma a una superficie o sustrato. Por ejemplo, pueden utilizarse opcionalmente métodos tales como revestimiento de troquel o patrón, pulverización, serigrafía, grabado o impresión por chorro de tinta, etc. En particular, el uso de un proceso de impresión o de revestimiento de patrón tiene la ventaja de que el líquido que lleva el medio granular puede depositarse o aplicarse selectivamente en un patrón deseado sobre el sustrato y, en consecuencia, la construcción reticular 10 se forma así solamente en los lugares correspondientes al patrón de deposición o aplicación. En consecuencia, el material compuesto intermedio 16 y/o el material estructurado/poroso final 18 reflejarán también el patrón. Es decir, el material compuesto intermedio 16 tendrá la construcción reticular 10 formada en él de acuerdo con el patrón en el que se depositó el líquido que lleva el medio granular. Asimismo, el material estructurado final 18 tendrá una porosidad patronizada correspondiente al patrón en el que se depositó el líquido que lleva el medio granular. En particular, el material estructurado final 18 se hará poroso en las áreas correspondientes a aquellas en las que se depositó el líquido que lleva el medio granular sobre la superficie o sustrato, mientras que permanece no poroso en las áreas correspondientes a aquellas en las que no se depositó el líquido que lleva el medio granular sobre la superficie o sustrato (figura 44).

En el paso 118, el revestimiento es secado opcionalmente, por ejemplo, para evaporar o eliminar de otra manera el líquido de suspensión, dejando así detrás una celosía del medio granular en forma de una torta u otra construcción similar 10 con espacios, huecos y/o intersticios definidos entre los respectivos granos o partículas 10a. Opcionalmente, en un ejemplo alternativo, la construcción reticular 10 puede formarse por cualquier otra técnica conocida para las personas expertas en la materia. Un ejemplo de este tipo es depositar los gránulos o partículas sólidos 10a capa a capa o de otra manera en una disposición deseada sin el uso de ningún líquido. En cualquier caso, la construcción reticular 10 formada del sólido granular puede tener adecuadamente cualquier forma o configuración deseada. Por ejemplo, la construcción reticular 10 puede aplicarse a la superficie o al sustrato de

manera uniforme o parcial. En el último caso, la cobertura parcial puede ser aleatoria o patronizada. En resumen, se contempla cualquiera de las diversas combinaciones espaciales de sólidos granulares.

En el paso 210, el fluido invasor 14 se aplica o se pone en contacto de otra manera con la construcción reticular 10. Opcionalmente, el fluido invasor 14, es decir, el fluido que entra en los huecos, espacios y/o intersticios entre las partículas 10a, puede hacerse de cualquier material. En un ejemplo de realización, el fluido invasor 14 está hecho de materiales que pueden ser al menos parcialmente solidificados por métodos físicos y/o químicos adecuados. Por ejemplo, el fluido invasor 14 puede ser un polímero fundido, un monómero, una solución polimérica, etc. Opcionalmente, el polímero puede depositarse a partir de la fase de vapor. El polímero puede fundirse con calentamiento conductor, calentamiento por microondas, calentamiento por infrarrojos o cualquier otro método de calentamiento adecuado. Adecuadamente, el polímero se introduce como una película preformada o se le extruye sobre la construcción reticular 10. Los polímeros utilizados para el material invasor 14 incluyen uno cualquiera o más tipos de material que son adecuados para el proceso. Por ejemplo, pueden utilizarse cualesquiera termoplásticos, termoendurecibles, películas monocapa, películas multicapa laminadas o coextruidas. Los polímeros pueden contener también opcionalmente cargas. Ejemplos de polímeros adecuados incluyen PETG, polipropileno (PP), KRATON-G 2832 cargado de TiO2 (de Kraton Polymers, Houston, TX), elastómero termoplástico de poliuretano, ionómero SURLYN de DuPont (DuPont, Wilmington, Delaware), polietileno (PE), poliestireno (PS), TPX (polimetilpenteno, de Mitsui, Japón), y poliolefinas, películas de altas prestaciones tales como polisulfona, polietersulfona, Teflón de etileno-propileno fluorado (DuPont, Wilmington, Delaware).

En la etapa 212, la figura 4 muestra la invasión del material fluido 14 en la construcción reticular. Es decir, el fluido invasor 14 llena al menos parcialmente los espacios, huecos y/o intersticios entre las partículas 10a. Opcionalmente, la construcción reticular 10 puede contener ya otro fluido 12; por ejemplo, puede contener cualquier gas, incluyendo aire u otros líquidos, o puede mantenerse bajo vacío. Por supuesto, si la construcción reticular 10 ya contiene otro fluido 12, el fluido invasor 14 entra en los espacios o intersticios de la construcción reticular 10 y desplaza opcionalmente el fluido 12. Varios parámetros controlan el proceso de invasión y la microestructura final de diferentes componentes (10, 12 y 14), incluyendo la presión diferencial, la presión capilar, la temperatura, las fuerzas gravitacionales, la humectabilidad, la tensión superficial de diversos componentes, la miscibilidad de fluidos (12 y 14), la reactividad, el cambio de fase, etc. Adecuadamente, se utilizan rodillos calentados, laminadores, prensas calientes y/o similares para proporcionar la presión y/o temperatura apropiadas que se desean para facilitar la invasión del material 14 en la construcción reticular 10. Opcionalmente, el fluido invasor 14 puede recubrir también la construcción reticular 10 a través de un revestimiento de troquel de ranura.

Como se muestra en el paso 310 de la figura 4, durante el proceso de invasión o tras su finalización, diversos componentes, incluyendo el fluido invasor 14 y/o cualquier fluido restante 12, se solidifican al menos parcialmente. Dependiendo de la composición del fluido invasor 14 y/o el fluido 12, el proceso de solidificación incluye opcionalmente la aplicación de calor, luz o enfriamiento. Por ejemplo, el proceso de enfriamiento se realiza opcionalmente aplicando agua fría o vapor. Adecuadamente, el agua o vapor de enfriamiento se recicla utilizando osmosis inversa, seguida por evaporación. Por ejemplo, la solidificación de un material polímero 14 se consigue opcionalmente: a través del enfriamiento aplicando agua a temperaturas por debajo del punto de fusión (por ejemplo, en el rango de aproximadamente 32-100ºF); a través del curado por radiación ultravioleta (UV); a través del calentamiento por otras fuentes de radiación (por ejemplo, tal como infrarrojo (IR) o IR cercano); a través del curado por aplicación de vapor; etc.

Según la presente invención, la construcción reticular 10 está hecha de óxido de zinc y el fluido 12 y, opcionalmente, el fluido 14, o ambos, contienen ácido poliacrílico, de tal modo que la reacción entre ellos dé como resultado una sal de ácido y zinc poliacrílica insoluble.

En cualquier caso, tras la finalización del paso 310, se ha conseguido el material compuesto intermedio 16. Adecuadamente, el proceso puede terminar aquí si el material compuesto intermedio 16 es el rendimiento de producción deseado. Sin embargo, alternativamente, los pasos adicionales 410 y 412 pueden llevarse a cabo opcionalmente para eliminar al menos una porción de al menos uno de los componentes del material compuesto según se desee, por ejemplo para obtener un material final microestructurado y/o poroso 18.

La construcción reticular 10 se elimina al menos parcialmente del material compuesto 16 producido en el paso 310. Por supuesto, en una realización adecuada, la construcción reticular 10 se elimina sustancialmente en su totalidad. Adecuadamente, el proceso de eliminación (por ejemplo, pasos 410 y 412) implica la disolución, lavado, corrosión, vaporización y/o volatilización de la porción no deseada de la construcción reticular 10. Alternativamente, puede utilizarse otro método conocido para retirar o eliminar la porción no deseada de la construcción reticular 10.

Si la construcción reticular 10 se eliminada sólo parcialmente, la parte restante puede tener opcionalmente una función específica en el material compuesto final.

En cualquier caso, como se muestra en la figura 4, en el paso 410 el material compuesto 16 se lava en un disolvente u otro líquido o material fluido similar para eliminar la porción no deseada de la construcción reticular 10 del mismo.

Finalmente, se ejecuta opcionalmente un paso seco (es decir, el paso 412) para evaporar o eliminar o retirar de otra manera cualquier fluido de lavado restante, dejando así el material estructurado/poroso final 18.

Con referencia ahora a la figura 6, se ilustra un diagrama esquemático de un ejemplo de aparato para llevar a cabo el procedimiento de producción aquí descrito. Como se ilustra, un extrusor 50 produce una película de polímero fundido (es decir, el material fluido 14) que se encamina entre dos rodillos de presión 62 de una prensa 60. Adecuadamente, cada rodillo de presión 62 tiene formada sobre una superficie exterior del mismo una construcción reticular 10. Como se muestra, para formar la construcción reticular 10 en cada rodillo de presión 62, un rodillo de revestimiento 64 reviste el rodillo de presión 62 con un líquido o fluido 66 que contiene una suspensión sólida del material granular que debe formar la construcción reticular 10. Después de que el líquido o fluido 66 que contiene la suspensión sólida se aplica como revestimiento sobre el rodillo de presión, se evapora, se seca o se elimina de otra forma el líquido o fluido para dejar detrás la construcción reticular 10 sobre la superficie exterior del rodillo de presión 62.

Tras pasar entre los rodillos de presión 62, el polímero fundido (es decir, material fluido 14) se presiona y/o se hace fluir hacia las construcciones reticulares 10 sobre la superficie de cada rodillo de presión 62. Es decir, el material 14 invade las construcciones reticulares 10, por ejemplo como se describe previamente. Cuando la película avanza hacia fuera entre los rodillos de presión 62, las construcciones reticulares 10 son llevadas con ellos, habiendo sido invadidas por el polímero fundido y/o incrustadas en él. En consecuencia, tras la salida de la prensa 60, se forma una banda de material compuesto 16 que incluye el material polímero 14, por ejemplo, que se solidifica adecuadamente y que contiene ahora las construcciones reticulares 10 recogidas de los rodillos de presión 62.

Como se muestra en la figura 6, la banda del material compuesto 16 se encamina a continuación a través de una estación de lavado 70, en donde se la rocía, lava y/o trata de otra forma para eliminar alguna porción de la construcción reticular 10 o sustancialmente su totalidad. En particular, el líquido o fluido de lavado 72 aplicado en la estación de lavado 70 es opcionalmente un disolvente que disuelve la porción no deseada de la construcción reticular 10. Adecuadamente, después de pasar a través de la estación de lavado 70, la banda se encamina entonces a través de una estación u horno de secado 80 que seca la banda y/o evapora cualquier fluido de lavado restante, dejando así una banda de material estructurado/poroso 18. Finalmente, la banda de material estructurado/poroso 18 es enrollada entonces sobre un rodillo 90. Por supuesto, cuando el material compuesto 16 es el rendimiento de producción deseado, la estación de lavado 70 y/o el horno 80 pueden omitirse o eludirse opcionalmente.

Como puede apreciarse por el ejemplo anterior, la película extruida fue procesada en ambos lados de la misma, dando como resultado un material compuesto intermedio 16 con construcciones reticulares en ambos lados del mismo y un material de película estructurada final 18 con poros formados en ambos lados del mismo. Alternativamente, sólo un lado de la película puede procesarse consecuentemente así, dando como resultado un material compuesto 16, con solamente un lado conteniendo la construcción reticular 10, y/o un material estructurado final 18 que tienen solamente un lado poroso. Adicionalmente, como se menciona previamente, el líquido o fluido de suspensión 66 (es decir, que contiene la suspensión sólida de material granular que debe constituir la construcción reticular 10) es opcionalmente puesto como revestimiento, impreso o aplicado selectivamente de otra manera según un patrón sobre la superficie de los rodillos de presión 62, de modo que la construcción reticular 10 se forma de acuerdo con el patrón y el material compuesto 16 y/o el material estructurado 18 resultantes reflejan ese mismo patrón. Adicionalmente, debe apreciarse que la construcción reticular 10 puede permanecer y/o que pueden crearse poros de diversas profundidades dentro de la película; por ejemplo, estos pueden oscilar en cualquier sitio desde esencialmente meras características superficiales o pueden penetrar en el espesor total de la película. Por ejemplo, controlando la presión entre los rodillos 62 y/o el peso y/o el espesor del revestimiento sobre los rodillos 62 (y, por tanto, la altura de la construcción reticular formada 10) se pueden controlar también la profundidad a la que la construcción reticular 10 penetra en la película y/o la profundidad a la que se forman los poros.

En un ejemplo de realización, la construcción reticular 10 se forma o se dispone de otra manera opcionalmente de modo que el tamaño de gránulo o partícula o la distribución del tamaño o similar varíe progresivamente con respecto a la profundidad o la altura de la construcción reticular 10. Por ejemplo, puede conseguirse tal gradiente aplicando una pluralidad de revestimientos sucesivos al rodillo de presión 62 para producir la construcción reticular 10, en donde cada revestimiento sucesivo contiene una suspensión sólida de gránulos o partículas que tienen un tamaño o distribución de tamaño algo mayor o menor en comparación con el revestimiento anterior. A su vez, tal construcción reticular 10 produce una película o material 18 que tiene un gradiente correspondiente de porosidad a través de su espesor.

En cualquier caso, como se describe anteriormente, cuando se emplean las técnicas aquí descritas para producir el material poroso 18, la información relevante sobre la morfología del espacio de poro puede conocerse a priori, es decir, antes incluso de que el material poroso 18 se fabrique. Eso conduce a algunos resultados significativos. Por ejemplo, debido a que se tiene información sustancialmente completa sobre la morfología del espacio de poro, no se tienen que utilizar métodos tales como la adsorción de nitrógeno (BET), la porosimetría de mercurio, la permporometría de flujo, etc., a fin de determinar lo que se denomina clásicamente la distribución del tamaño de poro, que es, en efecto, la distribución del tamaño de los canales estrechos. Esto es ventajoso en tanto que tales

métodos no proporcionan información completa ni se limitan a ciertos rangos de tamaño. Adicionalmente, las presentes técnicas ofrecen una flexibilidad considerable. Es decir, se puede diseñar cualquier distribución de tamaño deseada seleccionando la forma y la distribución de tamaño de partículas apropiadas. Tal control es particularmente valioso para aplicaciones que implican el paso de un fluido a través del material poroso 18. El tamaño de los sólidos granulares – es decir, el tamaño de los cuerpos de poro – puede controlarse, de modo que se obtenga la distribución del tamaño de partícula deseada. Como ya se ha manifestado, puede prepararse un sólido granular que tenga una distribución de tamaño y formas de partículas deseadas por precipitación o recristalización. Por ejemplo, si en primer lugar se disuelve una sal en agua para hacer una solución salina y luego la solución se añade a un no disolvente (tal como acetona), la sal comienza a precipitarse. Controlando la cantidad de solución salina, la temperatura y otros factores termodinámicos, así como las condiciones de mezclado, se puede obtener un amplio rango de tamaños para los cristales de sal. El tamaño de las gargantas de poro puede controlarse y/o modificarse también selectivamente. Por ejemplo, añadiendo al disolvente una pequeña cantidad de un líquido no volátil (punto de ebullición alto) (tal como propilenglicol, glicerina, etc.), o un polímero soluble en agua (tal como polietilenglicol, óxido de polietileno, etc.), entonces, tras el secado, el líquido o polímero soluble en agua añadido formará puentes en el área de contacto entre las partículas y expandirá el tamaño de las gargantas de poro. Después de la imbibición por el fluido 14 y su solidificación, los sólidos granulares y el líquido no volátil, o el polímero soluble en agua, son lixiviados, dejando detrás las gargantas de poro mayores. Pueden generarse también gargantas mucho más anchas y largas en el material poroso si la solución es mezclada con fibras solubles o cristales similares a varillas. Después de que se laven éstas, se dejan detrás canales grandes. Alternativamente, si las fibras son insolubles, éstas refuerzan la matriz final. Notablemente, un control tan preciso sobre la morfología del espacio de poro del material no puede lograrse por métodos convencionales tales como precipitación de polímero a través del enfriamiento o por evaporación de disolvente. En el caso anterior, el volumen de poro del material es controlado por la composición inicial de la solución, mientras que la distribución espacial y el tamaño de los poros son determinados por la tasa de enfriamiento. En el último método, la estructura de poro es controlada por la tasa de evaporación. Sin embargo, incluso un control preciso de tales factores no proporciona generalmente ningún conocimiento sobre las distribuciones del tamaño de los cuerpos de poro y las gargantas de poro; en consecuencia, éstas tienen que medirse todavía con posterioridad.

Experimentos/ejemplos

Se han realizado diversos experimentos para demostrar las técnicas aquí descritas para producir materiales compuestos y/o materiales estructurados o porosos. Los experimentos demuestran también la flexibilidad de las técnicas descritas para producir diversos materiales diferentes. Se presenta a continuación una descripción de los experimentos y sus hallazgos. Todos los experimentos incluyen: un paso de hacer la construcción reticular 10 (también denominada “torta”) e invadir la construcción 10 con un material fluido 14. Opcionalmente, al menos una porción de la construcción reticular 10 es eliminada posteriormente por disolución o lavado. Las construcciones 10 en estos ejemplos se prepararon a partir de partículas adquiridas o procesadas adicionalmente (por ejemplo, molidas, tamizadas, recristalizadas, etc.) a fin de tener el tamaño de partículas y/o la distribución del tamaño de partícula deseados. Los materiales utilizados en estos experimentos se listan en la Tabla 1 siguiente.

TABLA 1

Nombre corto	Nombre completo	Grado/ No. de parte	Proveedor/fabricante	Dirección de Proveedor/Fabricante	Notas
LLDEPE1	Polietileno de baja densidad	Dowlex 3010	Dow Chemical	2030 Dow Center Midland, MI 48674	
TPX	Polimetilpenteno	1481T11	McMaster Carr Supply Co.	9630 Norwalk Blvd. Santa Fe Springs, CA 90670-2932	
Nilón	Nilón	Calibre 0,48	Honeywell	Pottsville, PA 17901	
FEP	Etileno-Propileno fluorado	85905K64	McMaster Carr Supply Co.	9630 Norwalk Blvd. Santa Fe Springs, CA 90670-2932	
PSF	Polisulfona	Thermalux	Westlake Plastics Company	P.O. Box 127, Lenni, Pensilvania	
Sal	Cloruro de sodio	Sal de mesa	Brand Chef's Review/Smart & Final	3299 E. Colorado Blvd., Pasadena, CA 91107	
Sal Morton	Cloruro de sodio	Sal EX FN 200	Morton Salt Consumer Products	123 North Wacker Drive, Chicago, Il 60606-1743	
Fibra Ryan	Fibra natural Ryon Flock	RCEB2-0240-55D	Claremeont Flock Corp	107 Scott Drive, Leominster, MA 01453	
Vidrio Ag @	Esfera de vidrio revestida de plata	Silglass 30-711	Technic Engineered Powders Division	300 Park East Drive, Woonsocket, Rhode Island 02895	
Ag @ Cu	Partículas de cobre revestidas de plata	Lot. No. 92549	Umicore Canada Inc.	P.O. Box 3538, Fort Saskatchewan AB T8L 2T4	Partícula promedio ~ 3 µm
Fe	Ferronil-hierro	1140150	International Specialty Products	1361 Alps Road, Wayne, New Jersey 07470	
Cemento	Cemento	VersaBond Flex Mortero fraguado delgado fortificado	Custom Building Products	13001 Seal Beach Blvd., Seal Beach, CA 90740	Molido en seco~35 um
SiC(g)	Polvo de carburo de silicio verde	Lot. No. 3233	Electro Abrasives Corp.	701 Willet Road, Buffalo, NY 14218	Malla 280
IPA	Isopropanol	20290	Ashland Inc.	Los Ángeles, CA 90074-3192	99% de pureza
PG	Propilenglicol	9402-03	J.T.Baker/Mallinckrodt Baker, Inc	222 Red School Lane, Philipsburg NJ 08865	
¿Malla de nilón?	Malla de nilón				
Malla de cobre	Malla de cobre	9224T816	McMaster Carr Suply Co.	9630 Norwalk Blvd. Santa Fe Springs, CA 90670-2932	Malla 100
PP	Polipropileno				
Surlyn	Ionómero		E. I. duPont de Nemours & Co.	Wilmington, DE 19898	
HCl	Ácido hidroclórico				1 N
Epoxi	Epoxi de dos partes	Devcon 5-Epoxi diminuto	McMaster Carr Supply Co.	9630 Norwalk Blvd. Santa Fe Springs, CA 90670-2932	

Materiales utilizados para la preparación de torta de sal:

1. Sal de mesa común granulada al vacío de Chef's Review con el agente antiaglomerante Prusiato de Soda Amarillo (tamaño de cubo ~ 350 µm) (Los Ángeles, CA)

2. Alcohol isopropílico al 99%
3. Propilenglicol de JT Baker (Phillipsburg, NJ)
4. Cilindro extremo de ½ pulgada de radio con medios de molienda de alúmina cerámica cilíndrica Burundum, de US Stoneware (East Palestine, OH)
5. Jarra Roalox 775-0 de US Stoneware (volumen: 1,8 L) (East Palestine, OH)
6. Prensa hidráulica automática Carver Auto Series (Wabash, IN)
7. Aplicador de película húmeda de 8 trayectos #25 y #14 de Paul N. Gardner Co. (Pompano Beach, FL)
8. Bolsa de filtro de fieltro de poliéster de McMaster-Carr, 25 µm (Elmhurt, IL)
9. Tornillo de 2,5 pulgadas de diámetro Davis Standard; longitud/diámetro: 20 (Pawcatuck, CT)

Preparación de papilla a partir de polvo o mezcla de polvos
Se dispersaron polvos, tal como se recibieron, en un medio líquido (normalmente, IPA) a razón de aproximadamente 25 a 45 por ciento de sólidos (base en volumen) y se mezclaron a fondo y se almacenaron en jarras de vidrio selladas antes de su uso.

Preparación de papilla de sal por molienda con bolas
Se colocaron medios de trituración (bolas cerámicas) en un molino de jarra para llenar un 45-55% de la capacidad de la jarra. Se vertió alrededor de 1 kg de sal en la jarra junto con IPA suficiente para cubrir los medios en aproximadamente 1 pulgada. La jarra se colocó sobre rodillos a 235 rpm y la sal se molió durante 7 días. La papilla de sal formada se diluyó entonces con IPA adicional y se filtró a través de un filtro de 25 µm. Se permitió a continuación que las partículas de sal filtradas se sedimentaran y se decantó el IPA. Se añadió propilenglicol a la sal dando como resultado una papilla de sal con 60% de sólidos.

Preparación de papilla utilizando un molino de atrición
Se preparó también la papilla moliendo los polvos, tal como fueron recibidos, en un medio líquido utilizando un molino de atrición (Union Process, Modelo 1S). En un ejemplo de formulación, se añadió 1 kg de sal seca (NaCl) a 0,538 kg de IPA y se molió utilizando bolas de cerámica de 1/4'' durante 15 minutos a 250 rpm. Las bolas de cerámica de 1/4'' se sustituyeron por bolas de cerámica de 1/8'' y la papilla se molió durante otros 15 minutos. La papilla se drenó y se almacenó en una jarra de vidrio sellada para su uso posterior. La figura 7 muestra una distribución de tamaño de partícula típica de la papilla de sal medida por dispersión de luz utilizando un Analizador de Distribución de Tamaño de Partícula por Dispersión de Láser Horiba, Modelo LA910.

Preparación de partículas finas utilizando molienda en seco
Se prepararon también partículas de sal finas utilizando molienda de atrición en seco. El molino de atrición se calentó utilizando agua caliente (150ºF) y se mantuvo a 140ºF para eliminar la humedad de la sal. Se añadió 1 kg de sal seca y se molió utilizando bolas de cerámica de 1/4'' durante 30 minutos a 250 rpm. Un tamiz de acero inoxidable (malla 4, W.S. Tyler Corporation) se utilizó para separar las bolas de cerámica del polvo de sal seco. Esto dio como resultado un polvo de sal seco fino con un tamaño de partícula medio de 18 micrones medido por dispersión de luz utilizando un Analizador de Distribución de Tamaño de Partícula por Dispersión de Láser Horiba, Modelo LA910. El polvo seco se almacenó en una jarra de vidrio sellada. Este polvo se dispersó en IPA para su uso adicional, como se describe anteriormente.

Preparación de mezclas de papilla
Se mezcló una papilla, tal como fue preparada, con diferentes clases de polvos y se homogeneizó a fondo y se almacenó en una jarra de vidrio para un uso posterior. Los experimentos/ejemplos Nos. 11 y 12 son ejemplos de este proceso.

Preparación de una construcción reticular/torta a partir de la papilla
Se preparó una construcción reticular/torta aplicando un revestimiento de la papilla (<1000 centipoise a 200 l/s) sobre un papel siliconizado de 0,0045'' de grosor (Loparex Co.) o una lámina de aluminio de 4 milésimas de pulgada utilizando una barra Byrd (aplicador de película húmeda Gardco) a diversos espesores en húmedo y se secó en un horno a 70º C durante 1-10 minutos.

Se preparó también una construcción reticular/torta aplicando directamente un revestimiento del polvo seco sobre un papel siliconizado (Loparex Co.) y se compactó utilizando un rodillo.

Invasión de la construcción reticular/torta con un polímero fundido
La figura 8 muestra un esquema de una organización típica utilizada para ejecutar el paso de invasión en experimentos con masas fundidas de polímero. Como se muestra, una película polimérica (es decir, el material 14) se emparedó entre uno o dos construcciones reticulares o tortas 10 y se prensó con una temperatura, presión (o fuerza) y tiempos de permanencia prescritos utilizando una prensa calentada (en particular, una prensa Carver Press Auto Series – Auto Four/30 – Modelo 3895). Se utilizó papel siliconizado para facilitar el manejo de las construcciones reticulares. Una cuña de acero inoxidable combinada con caucho de silicona se utilizó opcionalmente para reducir el agrietamiento que pueda ocurrir durante el proceso. Las condiciones experimentales para diversos experimentos/ejemplos se proporcionan en la tabla mostrada en la figura 9. Después del prensado, se enfriaron las muestras de material compuesto resultantes (es decir, correspondientes a los materiales compuestos 16). En los

casos en los que las construcciones reticulares/tortas 10 contenían sal, las muestras de material compuesto se sumergieron en un tanque de agua grande para eliminar la mayor parte de las partículas de sal y, seguidamente, se sumergieron en un segundo vaso picudo de agua (para lavado). La temperatura del agua en el segundo vaso picudo se controló a 50º C y el agua se agitó constantemente con una barra de agitar magnética durante 5 min. La muestra se mantuvo perpendicular a la circulación del agua por medio de un peine de plástico. Esto permitiría la disolución sustancialmente completa de partículas de sal en su interior. Las figuras 10 y 11 (de los ejemplos 1 y 2) muestran los resultados experimentales con un lavado pobre y relativamente completo, respectivamente.

Los ejemplos 3 y 4 representan el caso en que la construcción reticular original (sal) se combinó con nilón y mallas de cobre. Las construcciones reticulares combinadas (sal y malla) fueron invadidas con una masa fundida de polímero en la organización anteriormente descrita. Las muestras de material compuesto se lavaron después a fin de eliminar las partículas de sal. Las figuras 12 y 13 son imágenes SEM del material resultante en sección transversal.

Los ejemplos 5 a 8 ilustran diferentes casos en los que la construcción reticular 10 se hizo de diversos materiales en partículas tales como polvos de metal (hierro y cobre revestido de plata) y materiales inorgánicos tales como carburo de silicio y cemento (mostrados en las figuras 14-17).

Los ejemplos 9, 13, 14 y 15 demuestran diversos ejemplos en los que se procesaron polímeros de altas prestaciones (TPX, nilón, FEP y PSF) según el método aquí descrito y la sal se extrajo completamente para formar una matriz porosa (mostrada en las figuras 18, 22, 23 y 24).

En el ejemplo 10, se prensó una película polimérica TPX entre dos construcciones reticulares disimilares; una se hizo de sal molida, mientras que la otra se hizo de papilla de sal Morton en IPA. La figura 19 muestra las diferentes estructuras de poro resultantes en cada lado de la película.

En los ejemplos 11 y 12, se incorporaron cargas activas (fibra Ryan y vidrio revestido de plata) en la matriz porosa final. Las imágenes SEM de los materiales resultantes se muestran en las figuras 20 y 21 en sección transversal. Como se muestra en la figura 21, las esferas de vidrio revestidas de plata se atraparon dentro de la matriz porosa pero sus superficies (completa o parcialmente) quedaron expuestas al volumen de poro.

Los ejemplos 16 a 20 muestran los resultados de los experimentos de tamizado de sal. La papilla molida se tamizó secuencialmente a través de diferentes tamaños de malla (de grande a pequeño) a fin de fraccionar las partículas de sal en los rangos (>100, 80-100, 45-80, 25-45, <25 µm). Las papillas fraccionadas se utilizaron para formar las construcciones reticulares 10 y se invadieron adicionalmente con polímero fundido. Las figuras 25 a 29 muestran las imágenes de SEM en sección transversal de algunas de las muestras finales después de la extracción de las partículas de sal.

En el ejemplo 21, la construcción reticular se preparó a partir de una papilla de sal que contenía 5% de propilenglicol y se secó a 70º C durante 1 min. La figura 30 muestra una imagen SEM en sección transversal de la muestra final después de la extracción de las partículas de sal.

Ejemplos 22 y 23: Preparación de polipropileno poroso (PP)
Se procesó una película de polipropileno comercialmente disponible de 2 milésimas de pulgada. La figura 31 muestra una superficie PP modificada. La superficie es claramente porosa. Para la invasión de polipropileno en sal, las temperaturas a 300-400F (en un lado) y las presiones a > 50 psi son condiciones suficientes para el proceso de invasión.

Ejemplo 24: Preparación de ionómero poroso SURLYN de DuPont
Pelets de ionómero SURLYN de DuPont (DuPont, Wilmington, Delaware) se extruyeron a 440ºF, a 2,5 milésimas de pulgada, con el rodillo de respaldo a 150ºF y la velocidad lineal de 30 pies/min. Se aplicó un revestimiento de papilla de sal húmeda de 10 milésimas de pulgada sobre papel siliconizado y se secó durante 7,5 minutos a 70º C. Dos tortas de sal secas sobre el papel siliconizado se insertaron entonces en la parte frontal y trasera de la línea de agarre (intersticio de 8 milésimas de pulgada) de los rodillos de respaldo para emparedar el ionómero extruido al pasar éste a través de la línea de agarre de los rodillos. La película se lavó a continuación y se la dejó fraguar hasta secarse. La figura 32 muestra una superficie de ionómero modificada. Se observa claramente la estructura porosa.

Ejemplo 25: demuestra el caso en que la construcción reticular 10 se forma haciendo primero papilla de carbonato de calcio en agua y aplicando un revestimiento de la papilla sobre un papel siliconizado. El revestimiento se secó en un horno a 100º C durante 5 min y se invadió con polímero fundido (LLDPE1) utilizando la misma organización anteriormente descrita. El polvo de carbonato de calcio se lixivió utilizando HCl 1N durante 15 min y la muestra se secó al aire. Las imágenes SEM en vista superior y en sección transversal de esta muestra se representan en la figura 33.

Ejemplo 26: demuestra el caso en el que la construcción reticular 10 se formó a partir del polvo de sal seco. El polvo de sal seco se obtuvo moliendo en húmedo la sal y, seguidamente, secándola a temperatura ambiente durante la

noche. Los terrones obtenidos se volvieron a triturar en seco y se extendieron sobre un papel siliconizado y se compactaron para formar una torta. La película de LLDEP1 se prensó entre dos capas de sal secas según las condiciones mostradas en la figura 9. Después del lavado se obtuvo la muestra porosa (véase la figura 34).

Ejemplo 27: este ejemplo demuestra el caso en el que se utilizó un material de epoxi de dos componentes para invadir la torta de sal. Se permitió que la muestra se curara y se la lavó a fin de eliminar el material de sal (véase la figura 35).

Ejemplo 28: demuestra el caso en el que la construcción reticular 10 se formó serigrafiando una pasta de sal (85% de sal molida + 15% de propilenglicol) sobre un papel siliconizado. Se lavó la sal a fin de crear las regiones porosas (véanse las figuras 36 y 37).

Ejemplo 29: Preparación de tereftalato de polietileno poroso modificado con glicol (PETG)

Se emparedó una pieza de película de tereftalato de polietileno modificado con glicol (PETG) extruido entre dos tortas de sal en una prensa hidráulica. Las placas se ajustaron a 400º F (en un lado) y el emparedado total se prensó durante 60 segundos a 60 psi. El emparedado se retiró de la prensa para enfriarlo durante ~ 1 minuto y la película se lavó con agua para eliminar la sal y, finalmente, se la dejó fraguar hasta secarse al aire. La figura 38 muestra la vista superior del PETG después de modificarlo utilizando el proceso anteriormente descrito. La superficie es claramente porosa. La figura 39 es la vista en sección transversal del PETG después de tratarlo en ambas superficies. Los poros están claramente conectados.

Debe apreciarse que los métodos propuestos aquí descritos tienen varias ventajas singulares con respecto a métodos previos, incluyendo los siguientes pero sin limitarse a ellas:

(1) Puesto que el material poroso se prepara invadiendo la capa de sal o construcción reticular, el lavado de eliminación de la sal es fácil, ya que todos los cristales son accesibles por medio de su contacto uno con otro. Esto contrasta con métodos de mezclar sal y polímero conjuntamente, lo que deja muchos de los cristales de sal atrapados en la estructura de polímero.

(2) Seleccionando la forma y la distribución del tamaño de partícula apropiados para la construcción reticular, puede conseguirse un control preciso de la morfología del poro.

(3) Puede producirse fácilmente una estructura porosa graduada, en la que hay un cierto gradiente en los tamaños medios de los poros en una dirección dada, lo que es ventajoso para controlar la filtración de flujo transversal. Por ejemplo, esto puede hacerse utilizando varias capas de sales, hechas cada una de ellas de una distribución de tamaño de cristal diferente. La estructura de sal graduada puede producirse también por secado controlado de la capa. Generalmente, los métodos de la técnica anterior no pueden producir tales estructuras de poro en gradiente.

(4) Una estructura de poro bimodal, trimodal o incluso multimodal (es decir, que tiene dos o tres o más tamaños de poro bien distintos) puede generarse directamente hacia delante, por ejemplo mezclando diferentes sólidos granulares que tengan diferentes distribuciones de tamaño de partícula.

(5) Puesto que las formas de los cuerpos de poro y las gargantas de poro son controladas por las de los cristales y su área de contacto, puede generarse una gran variedad de formas de poro utilizando las formas de cristal apropiadas y utilizando materiales fácilmente lavables cuya estructura cristalina tiene la forma deseada.

(6) Si la aplicación pretendida del material poroso es la de utilizarse como una membrana, se puede generar una membrana para el filtrado activo incrustando las partículas de superficie activa (SAPs) en la sal. Por ejemplo, las SAPs pueden ser agentes antibacterianos, partículas de catalizador (para inducir una reacción), etc. Una vez que se lava y elimina la sal, las SAPs permanecen en el medio poroso.

(7) Se puede generar un patrón poroso dado sobre la superficie y en la masa del material, por ejemplo patronizando la capa de sal. Por ejemplo, el patrón poroso puede funcionarse como una unidad de separación en un dispositivo microfluídico polimérico. Tales patrones pueden ser altamente útiles para la filtración de flujo transversal, ya que generan turbulencias locales en un fluido que está fluyendo sobre la superficie.

(8) Dependiendo de la aplicación, pueden producirse muchos patrones microestructurales en la masa del material.

(9) La superficie porosa puede hacerse de tal manera que sea resistente al ensuciamiento o la acumulación y deposición de organismos vivos o material no vivo sobre la superficie del material poroso.

(10) La humectabilidad de la superficie puede controlarse y alterarse utilizando una variedad de técnicas que implican un tratamiento superficial. Es altamente deseable la modificación de la estructura de la superficie, especialmente su aspereza, para controlar su humectabilidad. Cambiando la estructura de una superficie pueden crearse superficies superhidrófobas y superoleófobas (superficies con ángulos de contacto mayores que 150º e histéresis de ángulo de contacto mínima) que no absorben agua y aceite, así como superficies que reducen la resistencia al arrastre. La aspereza a escala micrométrica en superficies hidrófobas incrementa el ángulo de contacto aparente y seguidamente retiene una capa microscópica de aire entre el agua y la superficie – usualmente denominado el estado Cassie-Baxter para crear una superficie superhidrófoba y superoleófoba. Las gotas de agua sobre tales superficies superhidrófobas se mueven con mínima resistencia.

(11) Si la fijación o no fijación a la superficie porosa es importante (por ejemplo, en la purificación de proteínas), entonces la superficie puede crearse con una carga eléctrica permanente de un signo dado. Esto puede realizarse añadiendo especies iónicas a la construcción reticular 10, al fluido invasor 14 y/a otro fluido 12.

De manera interesante, el material poroso resultante 18 fabricado según el método o métodos actualmente descritos puede adquirir opcionalmente propiedades ventajosas o deseables de otra forma para aplicaciones particulares. Por ejemplo, en una realización, el material polimérico 14 puede comenzar como una película transparente, y, con tratamiento, llega a ser un material opaco debido a los huecos creados como resultado de los procesos actualmente descritos. Además, la película polimérica llega a ser más gruesa con tratamiento como resultado de la creación de huecos que hacen que el material se expanda. En un ejemplo, la película aumenta de espesor desde 55 µm hasta 138 µm.

El porcentaje de transmitancia de luz a través de la película se modifica también por el proceso anterior. Esto puede verse en la figura 40 en la que el porcentaje de transmitancia de luz se midió por un Haze-Gard Plus de Sheen Instruments. Notablemente, el porcentaje de transmitancia disminuye con un incremento en el espesor de capa porosa del material poroso modificado. Este efecto se incrementa con un tamaño de partícula reducido de la plantilla o construcción reticular sólida. Este efecto se ve análogamente en la claridad del material poroso, como se muestra en la figura 41. Cuando aumenta el espesor de capa porosa, la claridad del material poroso disminuye también. El tratamiento de la película incrementó la turbiedad del material poroso, pero permaneció sustancialmente constante con un incremento en el espesor de capa porosa, como se ve en la figura 42. Se midieron tanto la turbiedad como la claridad utilizando el antes mencionado Haze-Gard Plus.

Comparando la opacidad de la película que contiene TiO2 con la película tratada porosa producida de acuerdo con los métodos actualmente descritos, el coeficiente de absorción se calculó utilizando la ley Lambert-Beer a partir de los datos de transmisión porcentuales. Se encontró que el coeficiente de absorción es sólo ligeramente más alto que en la película que contiene TiO2 para una película que se trata con un tamaño de poro aproximado de <5 µm.

La textura del material polimérico puede modificarse también opcionalmente con tratamiento de la película como se describe actualmente. Cuanto más pequeño es el tamaño de la partícula de la plantilla o construcción reticular sólida, más lisa y blanda llega a ser la película modificada.

Adicionalmente, puede modificarse un material no tratado polimérico para que tenga propiedades hidrófilas o hidrófobas incrementadas dependiendo de sus propiedades de material. Con la estructura porosa conseguida a través del tratamiento actualmente descrito, la película modificada puede aumentar su afinidad o repulsión del agua. Por ejemplo, cuando el ángulo de contacto con agua era de alrededor de 90 grados en la película no porosa no tratada y el ángulo de contacto con agua era de no más de 150 grados como resultado de la estructura porosa creada utilizando los métodos aquí descritos.

Dowlex 3010 LLDPE de Dow en Midland, MI muestra también una disminución en la elasticidad y una deformación inferior a baja tensión después de hacerse porosa de acuerdo con el proceso actualmente descrito. En este experimento, las curvas de esfuerzo-tensión se midieron utilizando un Instron Modelo 5542.

En cualquier caso, debe apreciarse que, en conexión con el ejemplo o ejemplos de realización particulares aquí presentados, se describen ciertos pasos y características estructurales o funcionales como incorporados en elementos y/o componentes definidos. Sin embargo, se contempla que estas características, con los mismos beneficios o beneficios similares, pueden incorporarse también en otros elementos y/o componentes cuando sea apropiado. Debe apreciarse también que diferentes aspectos de los ejemplos de realización pueden emplearse selectivamente como apropiados para conseguir otras realizaciones alternativas adecuadas para aplicaciones deseadas, materializando así las otras realizaciones alternativas las respectivas ventajas de los aspectos incorporados en ellas. Adicionalmente, aunque aquí se describen en un cierto orden, debe apreciarse que puede alterarse el orden de los pasos cuando sea apropiado.

Además, debe apreciarse que ciertos elementos aquí descritos como incorporados conjuntamente pueden ser elementos autónomos en circunstancias adecuadas o estar divididos de otra manera. Análogamente, una pluralidad de funciones particulares descritas como siendo realizadas por un elemento particular pueden llevarse a cabo por una pluralidad de elementos singulares que actúen de manera independiente para llevar a cabo funciones individuales, o ciertas funciones individuales pueden dividirse y desarrollarse por una pluralidad de elementos distintos que actúen en sintonía. Alternativamente, algunos elementos o componentes descritos de otra manera y/o aquí mostrados como distintos uno de otro pueden combinarse física o funcionalmente cuando sea apropiado.

En resumen, la presente memoria se ha expuesto con referencia a realizaciones preferidas. Obviamente, se les ocurrirán modificaciones y alteraciones a otras personas tras la lectura y la comprensión de la presente memoria. Se pretende que la invención se interprete como incluyendo todas las modificaciones y alteraciones de este tipo en tanto que caigan dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas o de sus equivalentes.

REIVINDICACIONES

1. Un método de formar un material compuesto que comprende:

(a) formar una primera construcción reticular producida a partir de una pluralidad de partículas sólidas en una configuración geométrica regular o irregular, siendo dichas partículas una o más de cualquier material sólido inorgánico u orgánico seleccionado del grupo que consiste en sales, azúcares, polímeros y metales, siendo eliminable al menos una porción del material de la construcción reticular, comprendiendo dicha construcción uno o más intersticios, huecos o espacios entre las partículas, estando dichos intersticios, huecos o espacios llenos al menos parcialmente de un primer material fluido;
(b) desplazar parcialmente el primer material fluido con un material fluido invasor de tal manera que dicho material fluido invasor llene parcialmente los intersticios, huecos y/o espacios de la construcción reticular;
(c) solidificar al menos parcialmente el primer material fluido para formar un material compuesto; y
(d) eliminar al menos una porción de las partículas sólidas del material compuesto, formando así en la ubicación de la porción eliminada uno o más poros en el primer material solidificado,

y en donde la primera construcción reticular es de óxido de zinc y el primer material fluido contiene ácido poliacrílico, de tal manera que la reacción entre ellos dé como resultado una sal de ácido y zinc poliacrílica insoluble sólida.

2. El método según la reivindicación 1, que comprende además:

(e) eliminar al menos una porción del primer material fluido o del material fluido invasor.

3. El método según la reivindicación 1, en el que las partículas sólidas son una mezcla de partículas que varían en tamaño, forma o naturaleza química.

4. El método según la reivindicación 1, en el que el material fluido invasor es una mezcla de fluidos.

5. El método según la reivindicación 1, en el que el primer material fluido es una mezcla de fluidos.

6. El método según la reivindicación 1, en el que el primer material fluido es uno de entre humectante o no humectante con respecto a la construcción reticular.

7. El método según la reivindicación 1, en el que el material fluido invasor es uno de entre humectante o no humectante con respecto a la construcción reticular.

8. El método según la reivindicación 1, en el que el material fluido invasor y el primer material fluido no son miscibles.

9. El método según la reivindicación 1, en el que el material fluido invasor y el primer material fluido son al menos parcialmente miscibles.

10. El método según la reivindicación 1, en el que el material fluido invasor reacciona con la construcción reticular.

11. El método según la reivindicación 1, en el que el primer material fluido es uno de entre una solución, emulsión, suspensión o espuma.

12. El método según la reivindicación 1, en el que el material fluido invasor es uno de entre gas, solución, emulsión, suspensión o espuma.

13. El método según la reivindicación 1, en el que la construcción reticular contiene al menos uno de entre materiales activos o materiales de refuerzo.

14. El método según la reivindicación 13, en el que el material activo es químicamente activo.

15. El método según la reivindicación 14, en el que el material químicamente activo es plata antimicrobiana.

16. El método según la reivindicación 13, en el que el material activo es uno de entre polvo de metal conductor, fibra de metal conductora o malla de metal conductora.

17. El método según la reivindicación 13, en el que el material de refuerzo es uno de entre fibra, tejido, textil o malla.

18. El método según la reivindicación 1, en el que la construcción reticular tiene una porosidad, tamaño de poro y distribución de tamaño de poro prescritos de acuerdo con los intersticios definidos en ella.

19. El método según la reivindicación 18, en el que la porosidad, el tamaño de poro y la distribución del tamaño de poro de la construcción reticular se controlan controlando al menos uno de entre un tamaño o una distribución del tamaño de las partículas.

20. El método según la reivindicación 18, en el que una estructura de poro en la construcción reticular es heterogénea, estando definida dicha estructura de poro por la porosidad, tamaño de poro y distribución del tamaño de poro prescritos de la construcción reticular.

21. El método según la reivindicación 1, en el que el material fluido invasor se proporciona como una única capa o una película multicapa o un material formado por al menos uno de entre revestimiento, impresión, extrusión, fusión de una película o rociado.

22. El método según la reivindicación 1, en el que la construcción reticular es una construcción de capa única o multicapa formada por al menos uno de entre revestimiento en húmedo o en seco, rociado, impresión o separación de fases.

23. El método según la reivindicación 1, en el que dicho método comprende además:

controlar la extensión de penetración del material fluido invasor en la construcción reticular.

24. El método según la reivindicación 23, en el que una cantidad extra del material fluido que no penetra en la construcción reticular se solidifica sobre una superficie de la construcción reticular.

25. El método según la reivindicación 1, en el que dicho método comprende además:

formar una segunda construcción reticular a partir de una pluralidad de partículas sólidas, formándose dicha construcción de modo que tenga uno o más intersticios entre las partículas;
invadir la segunda construcción reticular con el material fluido invasor de tal manera que el material fluido invasor penetre al menos parcialmente en los intersticios de la segunda construcción reticular; y
solidificar al menos parcialmente el material invasor que ha invadido la segunda construcción reticular.

26. El método según la reivindicación 25, en el que al menos uno de entre un tamaño o distribución de tamaño de los intersticios en la segunda construcción reticular es diferente de los de la primera construcción reticular.

27. El método según la reivindicación 25, en el que el material fluido invasor se aplasta entre las construcciones reticulares primera y segunda.

28. El método según la reivindicación 27, en el que las construcciones reticulares primera y segunda se encuentran una con otra de modo que ningún fluido invasor extra se deje sin penetrar.

29. El método según la reivindicación 1, en el que la construcción reticular se forma sobre una superficie de sustrato en uno de entre un patrón regular o aleatorio.

30. El método según la reivindicación 1, en el que dicho método comprende además:

dimensionar las partículas por al menos uno de entre molienda en seco, molienda en húmedo, tamizado, filtrado, cristalización, aglomeración, granulación o peletización.

31. El método según la reivindicación 1, en el que el material fluido invasor forma al menos uno de entre un racimo de imbibición o un racimo de drenaje.

32. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho método se ejecuta al menos de una de las siguientes maneras: una manera de lotes, una manera semicontinua, una manera continua, utilizando un proceso de rollo a rollo o utilizando un proceso de pasos y repetición.

33. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material fluido invasor es material polimérico.

34. Un material compuesto formado por el método de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

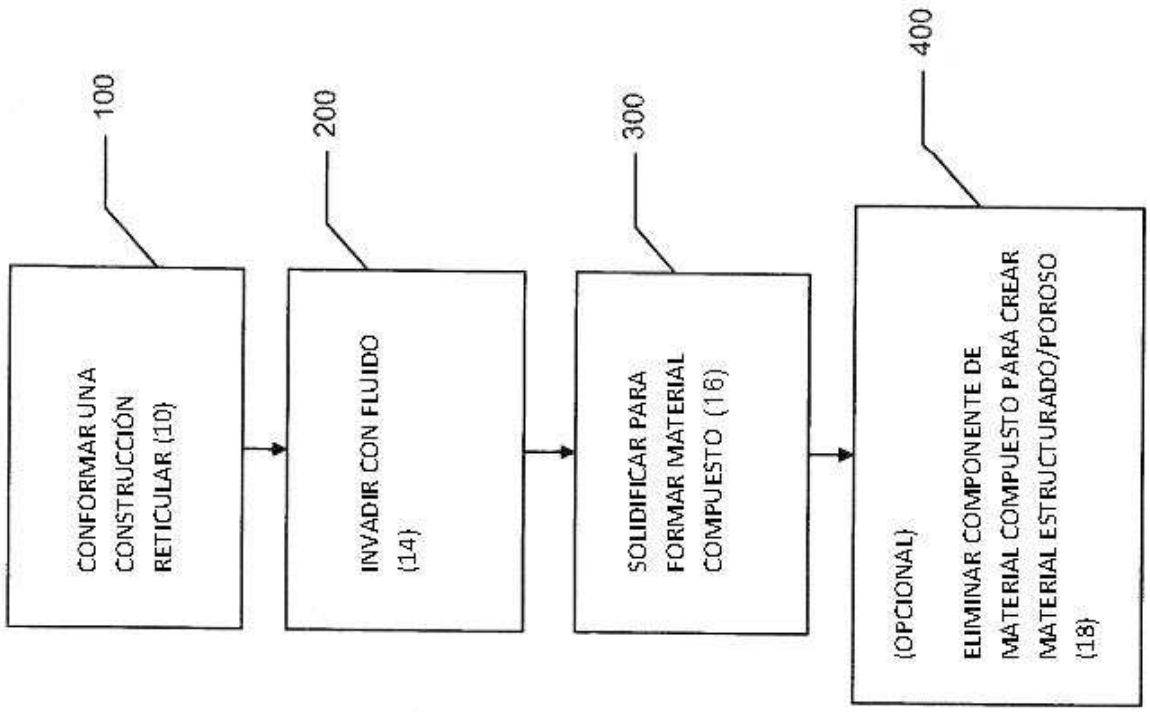

100
CONFORMAR UNA CONSTRUCCIÓN RETICULAR (10)
200
INVADIR CON FLUIDO (14)
300
SOLIDIFICAR PARA FORMAR MATERIAL COMPUESTO (16)
400
(OPCIONAL) ELIMINAR COMPONENTE DE MATERIAL COMPUESTO PARA CREAR MATERIAL ESTRUCTURADO/POROSO (18)

Fig. 1

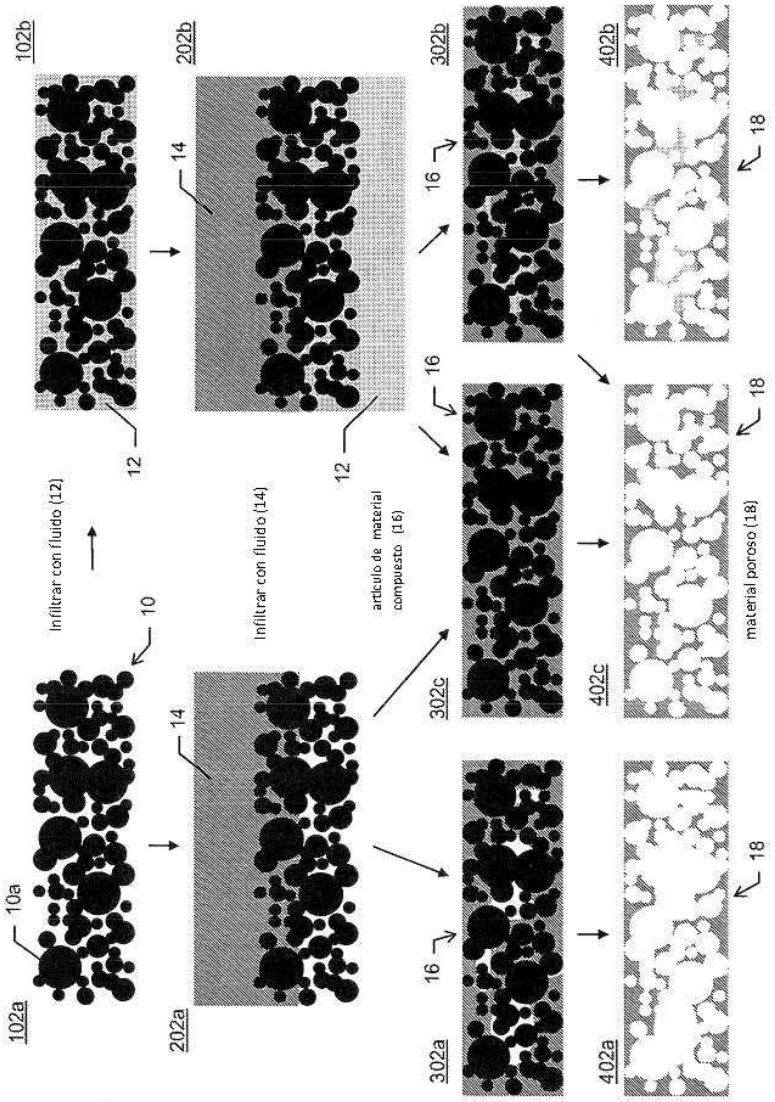

102b
202b
302b
402b
12
14
16
18
Infiltrar con fluido (12)
Infiltrar con fluido (14)
artículo de material compuesto (16)
material poroso (18)
10
10a
102a
202a
302a
302c
402a
402c

Fig. 2

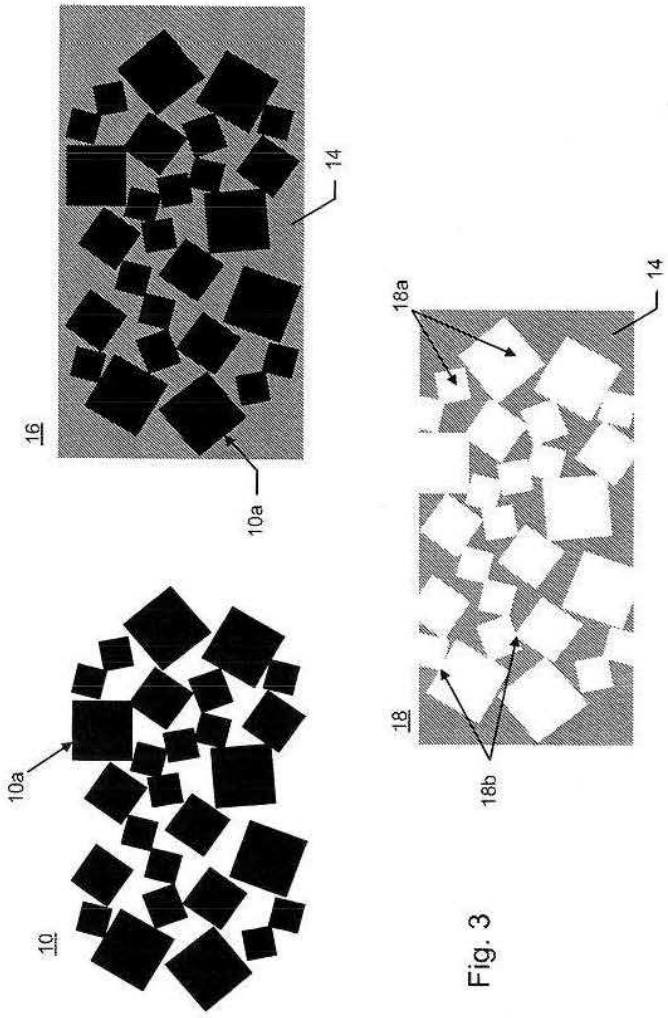


Fig. 3

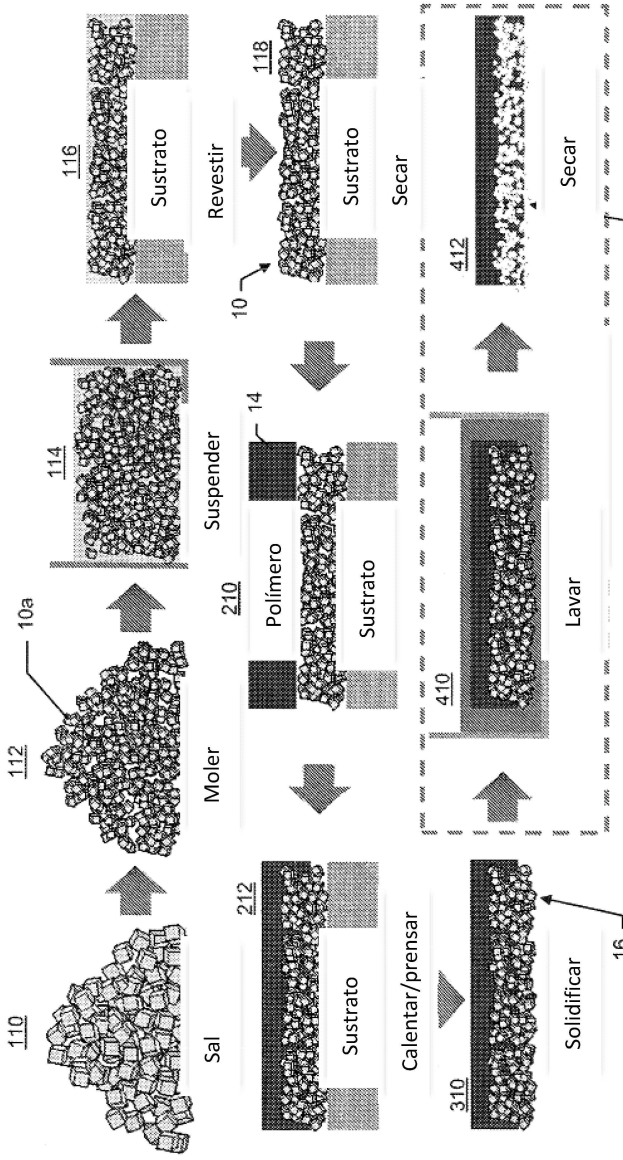

110
Sal
112
Moler
10a
212
Sustrato
Calentar/prensar
310
Solidificar
16
210
Polímero
Sustrato
14
114
Suspender
116
Sustrato
Revestir
118
Sustrato
Secar
10
410
Lavar
412
Secar
Pasos opcionales
18

Fig. 4

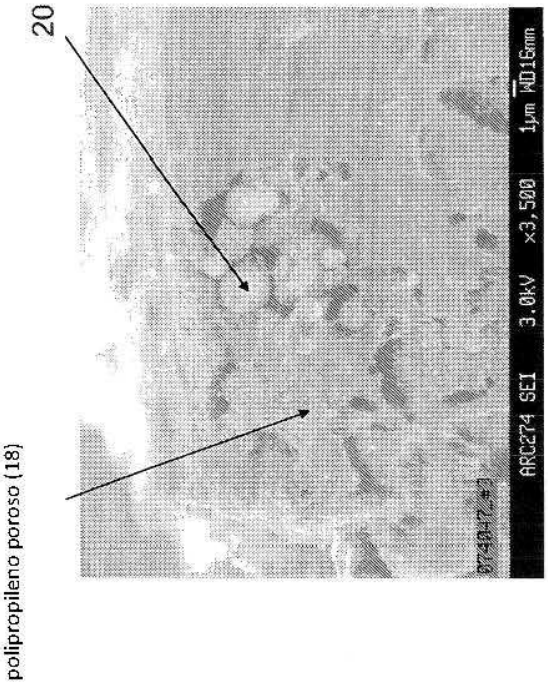


Fig. 5

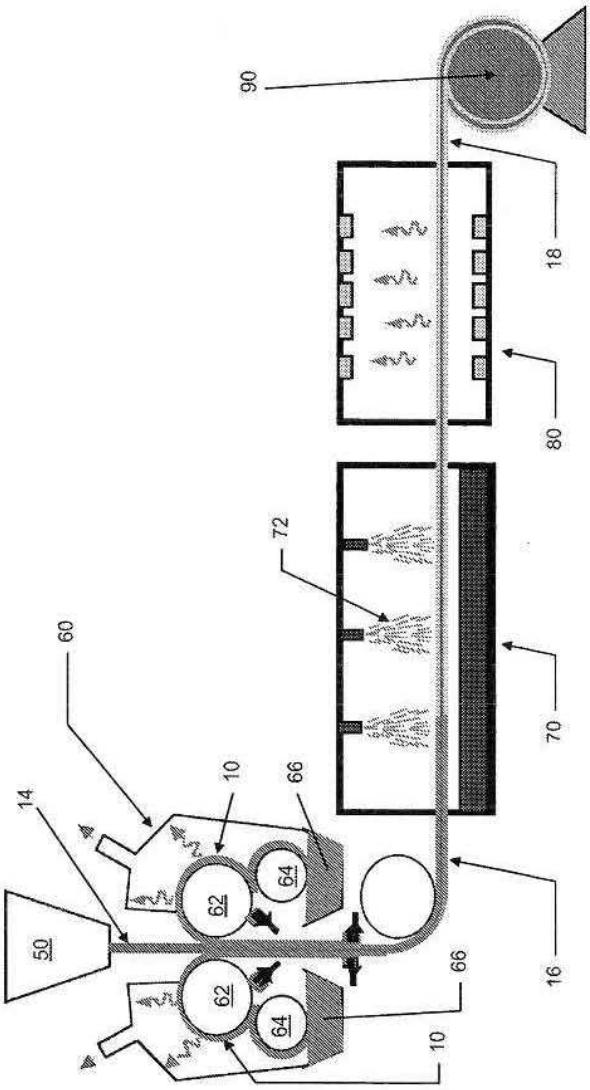


Fig. 6

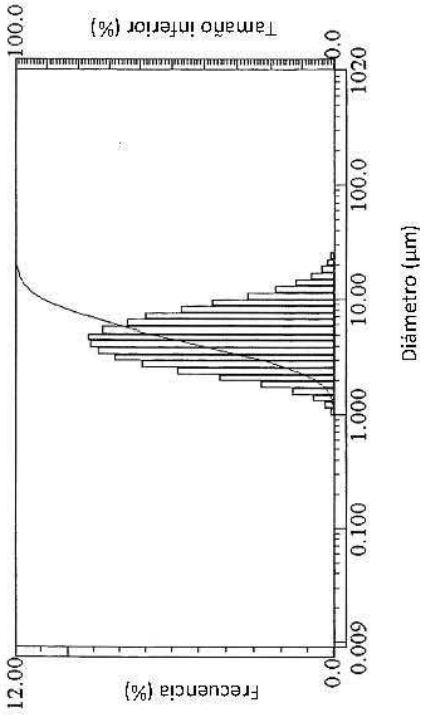

Tamaño inferior (%)
100.0
0.0
1020
100.0
10.00
1.000
0.100
0.009
Diámetro (µm)
12.00
0.0
Frecuencia (%)

Fig. 7

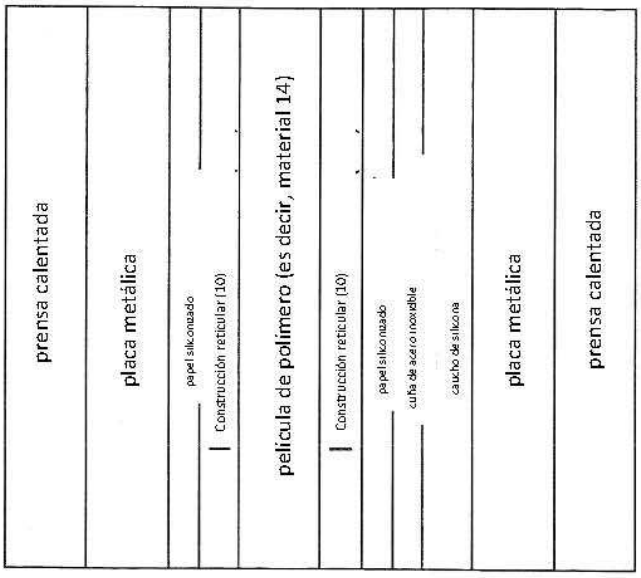

prensa calentada
placa metálica
papel siliconizado
Construcción reticular (10)
película de polímero (es decir, material 14)
Construcción reticular (10)
papel siliconizado
cuña de acero inoxidable
caucho de silicona
placa metálica
prensa calentada

Fig. 8

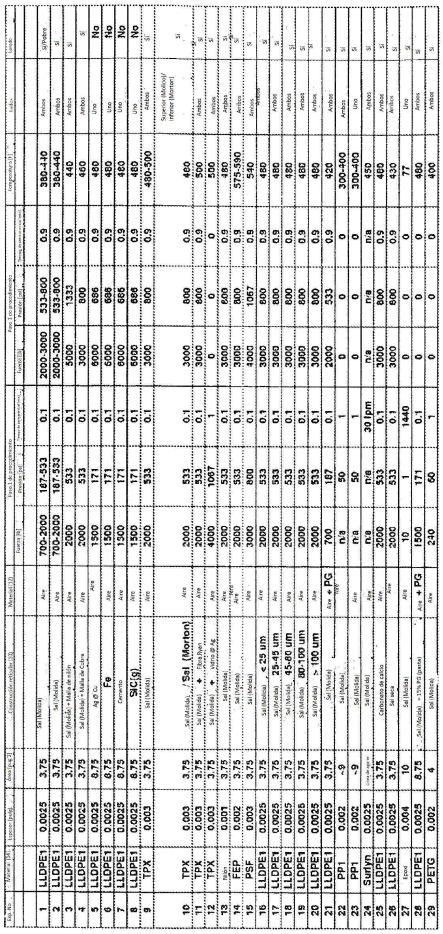


Fig. Nº	Material [0]	Espesor [mm]	Energía [J]	Composición adicional [0]		Metalizado [0]	Fuerza [N]	Fuerza de encogimiento		Fuerza de encogimiento		Temperatura [°C]		Color	
								Máquina [mN]	Dirección [mN]	Máquina [mN]	Dirección [mN]	Máquina [mN]	Dirección [mN]		
1	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo)	Ano		700-2000	167-533	0.1	2000-3000	533-800	0.9	380-440	Rosso	Opaco
2	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo)	Ano		700-2000	167-533	0.1	2000-3000	533-800	0.9	380-440	Arosso	Si
3	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + Mezcla antibl	Ano		2000	533	0.1	5000	1333	0.9	440	Arosso	Si
4	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + Mezcla de Color	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	460	Arosso	Si
5	LLDPE1	0.0025	6.75	Ag @ Cu	Ano	Ano	1500	171	0.1	6000	686	0.9	480	Uno	No
6	LLDPE1	0.0025	6.75	Fe	Ano		1500	171	0.1	6000	686	0.9	480	Uno	No
7	LLDPE1	0.0025	6.75	Cemento	Ano		1500	171	0.1	6000	686	0.9	480	Uno	No
8	LLDPE1	0.0025	6.75	SiC(g)	Ano		1500	171	0.1	5600	686	0.9	480	Uno	No
9	TPX	0.003	3.75	Sal (Modulo)	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	430-500	Arosso	Si
10	TPX	0.003	3.75	Sal (Modulo) + Sal (Monton)	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	460	Arosso	Si
11	TPX	0.003	3.75	Sal (Modulo) + Sal (Monton)	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	500	Arosso	Si
12	TPX	0.003	3.75	Sal (Modulo) + Sal (Monton)	Ano		4000	1067	0.1	5000	800	0.9	500	Arosso	Si
13	PP	0.001	3.75	Sal (Modulo)	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	460	Arosso	Si
14	FEP	0.002	3.75	Sal (Modulo)	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	375-590	Arosso	Si
15	PSF	0.003	3.75	Sal (Modulo)	Ano		3000	800	0.1	4000	1067	0.8	540	Arosso	Si
16	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + < 25 um	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	480	Arosso	Si
17	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + 25-45 um	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	480	Arosso	Si
18	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + 45-80 um	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	480	Arosso	Si
19	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + 80-100 um	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	480	Arosso	Si
20	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + > 100 um	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	460	Arosso	Si
21	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + PG	Ano + PG		700	187	0.1	2000	533	0.9	420	Arosso	Si
22	PP1	0.002	~9	Sal (Modulo)	n.a		90	1	0	0	0	300-400	Arosso	Si	
23	PP1	0.002	~9	Sal (Modulo)	Ano		n.a	90	1	0	0	0	300-400	Uno	Si
24	Surlyn	0.0025	3.75	Sal (Modulo)	Ano		n.a	90	1	0	0	0	300-400	Uno	Si
25	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo) + Mezcla antibl	Ano		n.a	n.a	30 lpm	n.a	n.a	n.a	450	Arosso	Si
26	LLDPE1	0.0025	3.75	Sal (Modulo)	Ano		2000	533	0.1	3000	800	0.9	460	Arosso	Si
27	Kevlar	0.004	10	Sal (Modulo)	Ano		10	1	1440	0	0	0	77	Uno	Si
28	LLDPE1	0.0025	6.75	Sal (Modulo) + 175 PG (perla)	+ Ano + PG		1500	171	0.1	0	0	0	460	Arosso	Si
29	PETG	0.002	4	Sal (Modulo)	Ano		240	60	1	0	0	0	400	Arosso	Si

Fig. 9

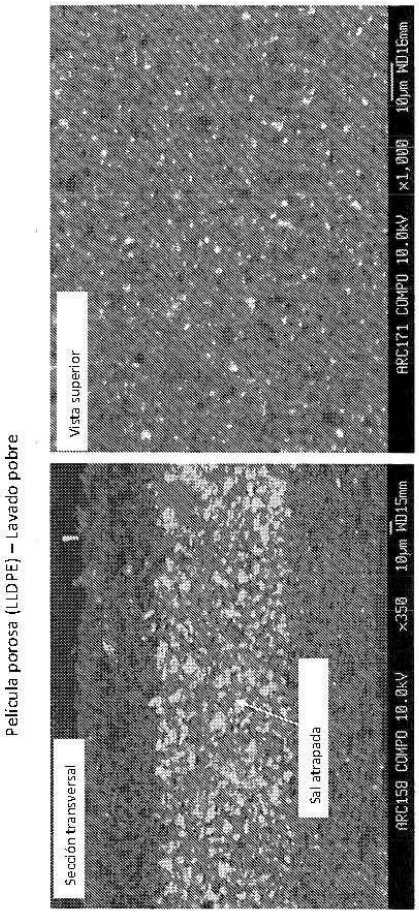

Película porosa (LLDPE) – Lavado pobre
Sección transversal
Sal atrapada
ARC159 COMPO 10.0kV ×350 10μm WD15mm
Vista superior
ARC171 COMPO 10.0kV ×1,000 10μm WD16mm

Fig. 10

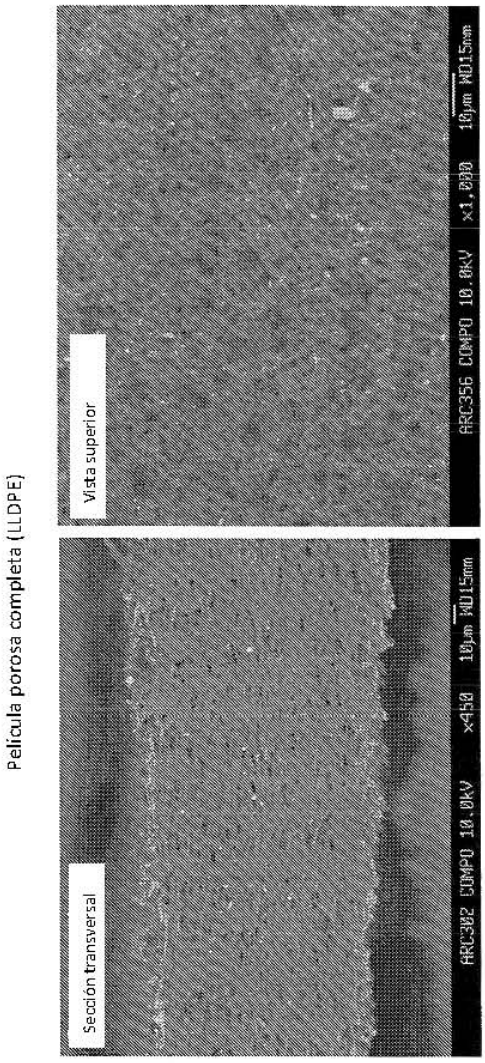

Película porosa completa (LLDPE)
Sección transversal
ARC302 COMPO 10.0kV x450 10μm WD15mm
Vista superior
ARC356 COMPO 10.0kV x1,000 10μm WD15mm

Fig. 11

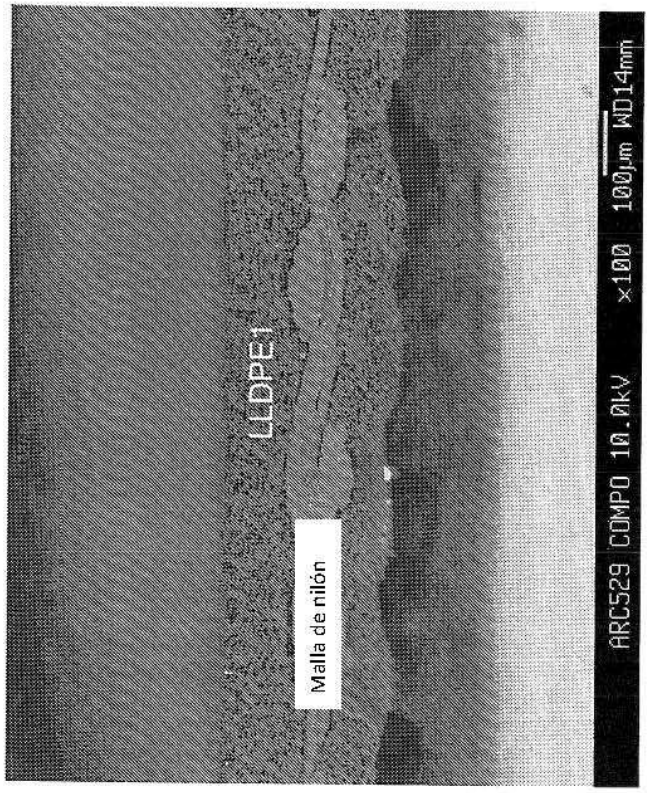


Fig. 12

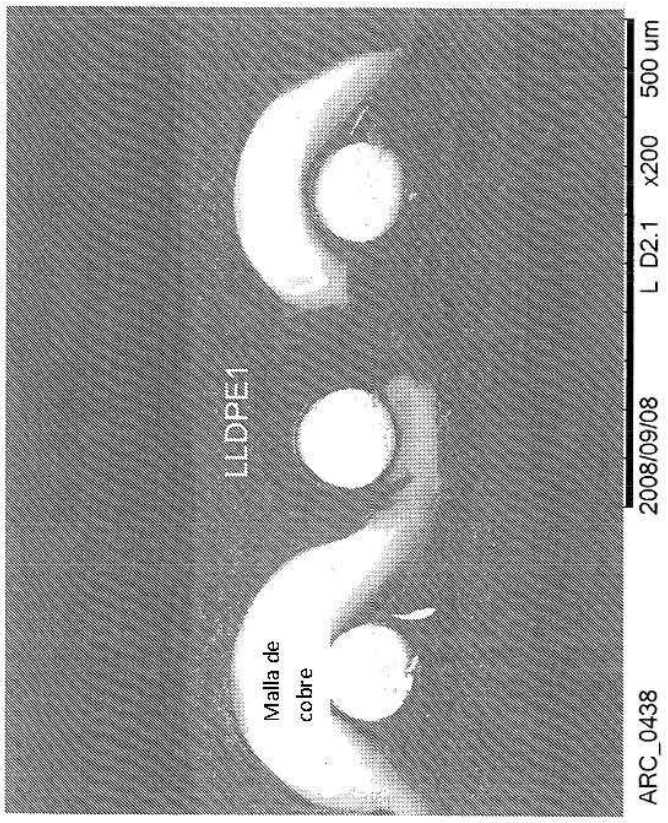


Fig. 13

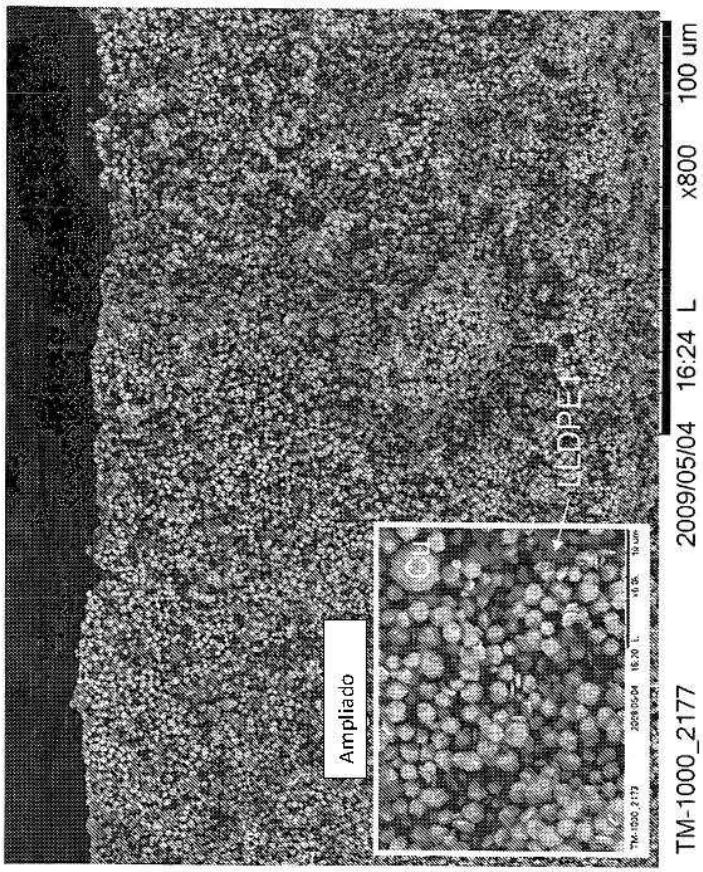


Fig. 14

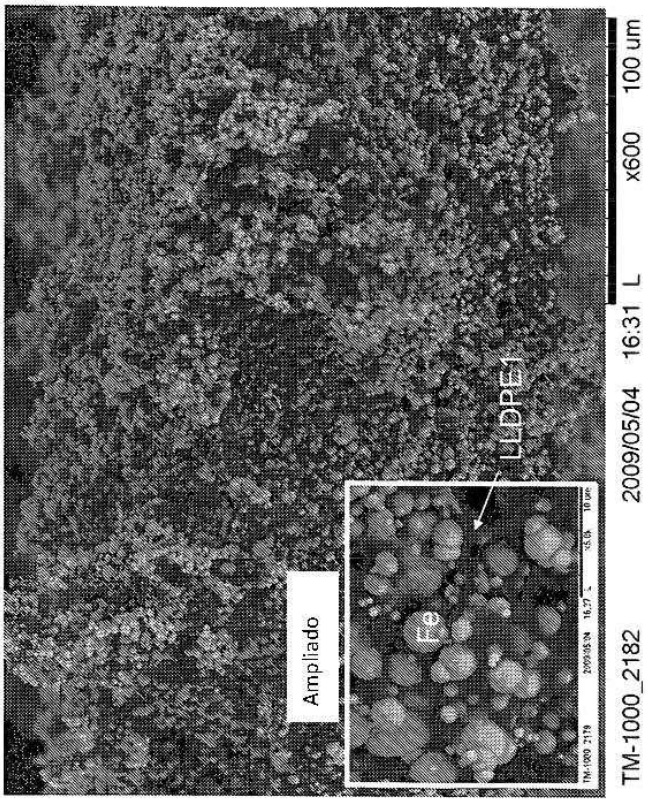


Fig. 15

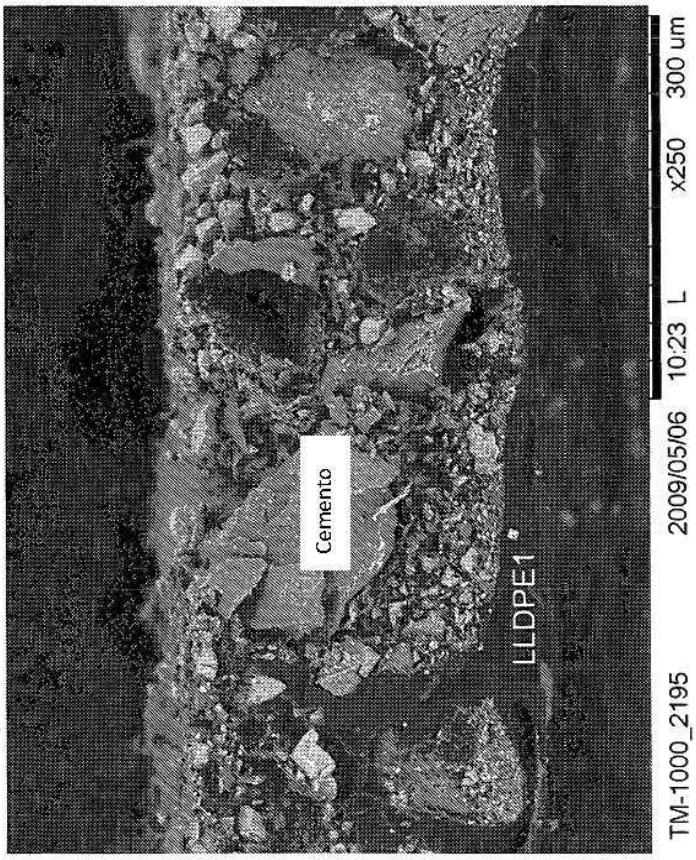


Fig. 16

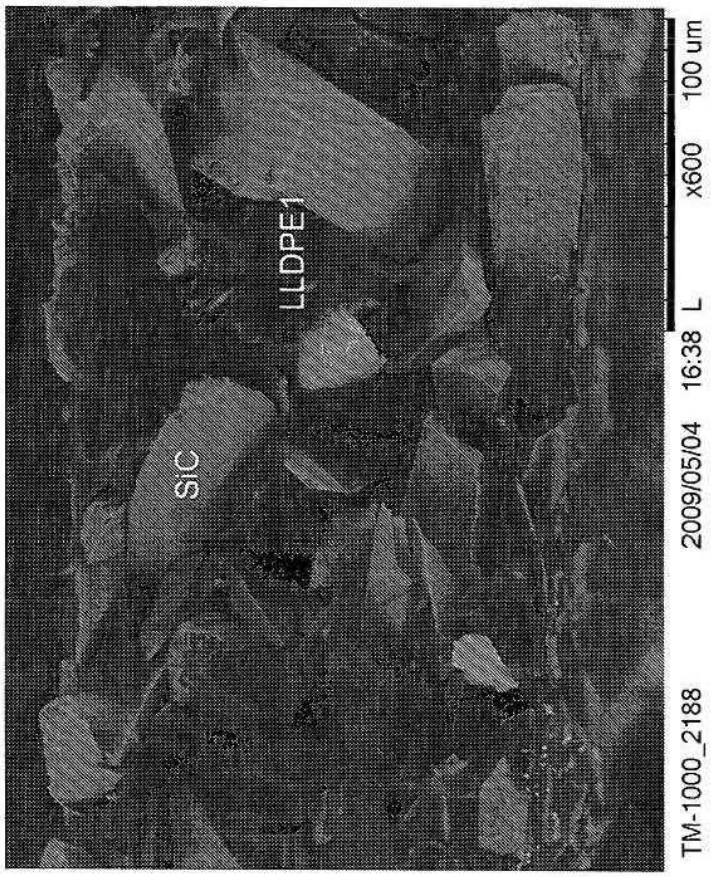


Fig. 17

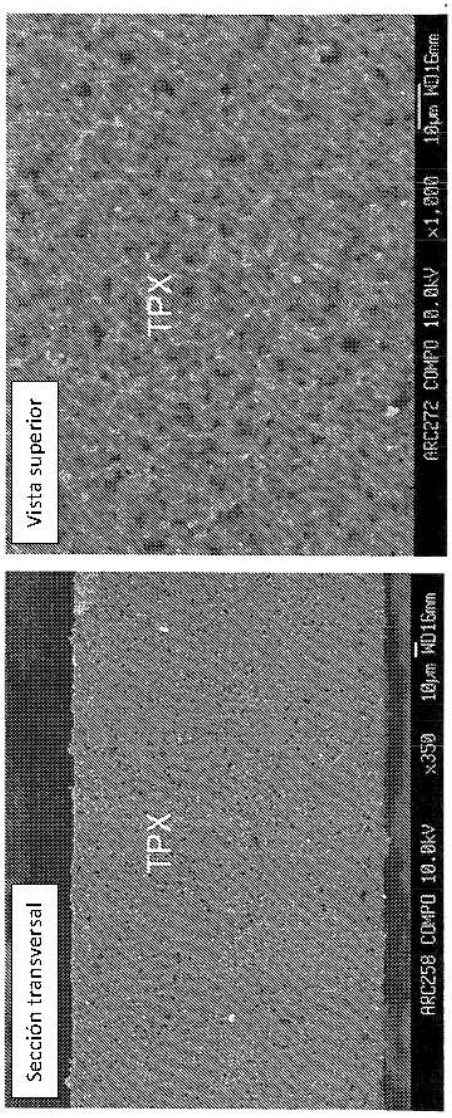

Sección transversal
TPX
ARC258 COMPO 10.0kV x350 10μm WD16mm
Vista superior
TPX
ARC272 COMPO 10.0kV x1,000 10μm WD16mm

Fig. 18

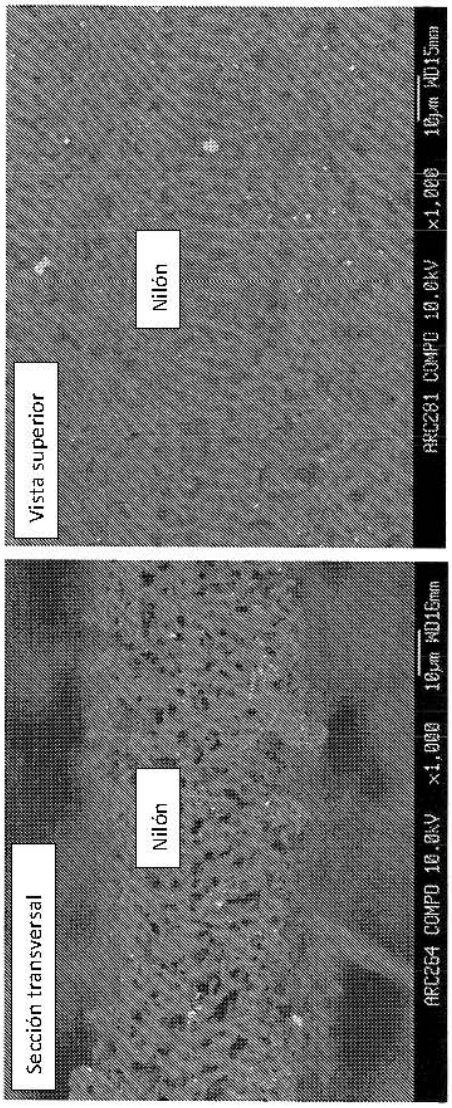

Sección transversal
Nilón
ARC264 COMPO 10.0kV ×1,000 10μm WD15mm
Vista superior
Nilón
ARC281 COMPO 10.0kV ×1,000 10μm WD15mm

Fig. 19

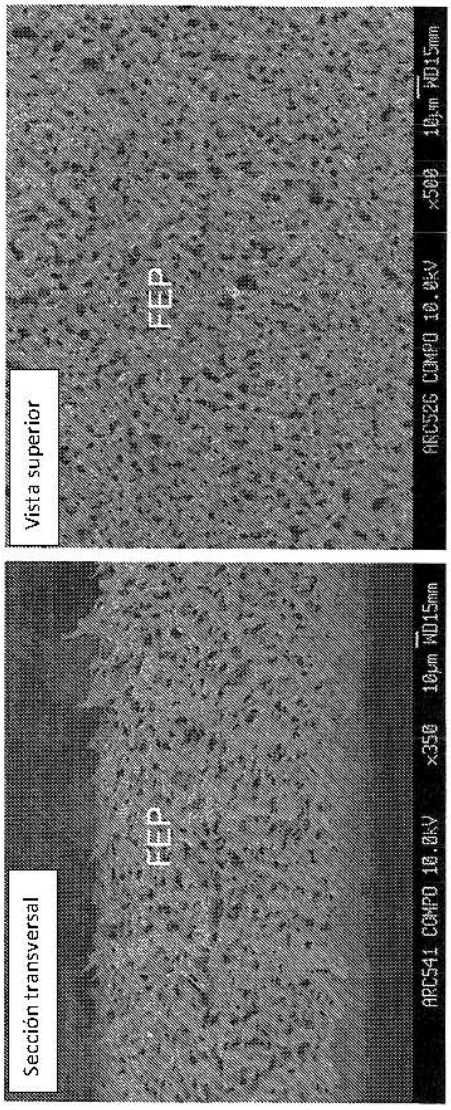

Vista superior
FEP
ARC526 COMPO 10.0kV ×500 10μm WD15mm
Sección transversal
FEP
ARC541 COMPO 10.0kV ×350 10μm WD15mm

Fig. 20

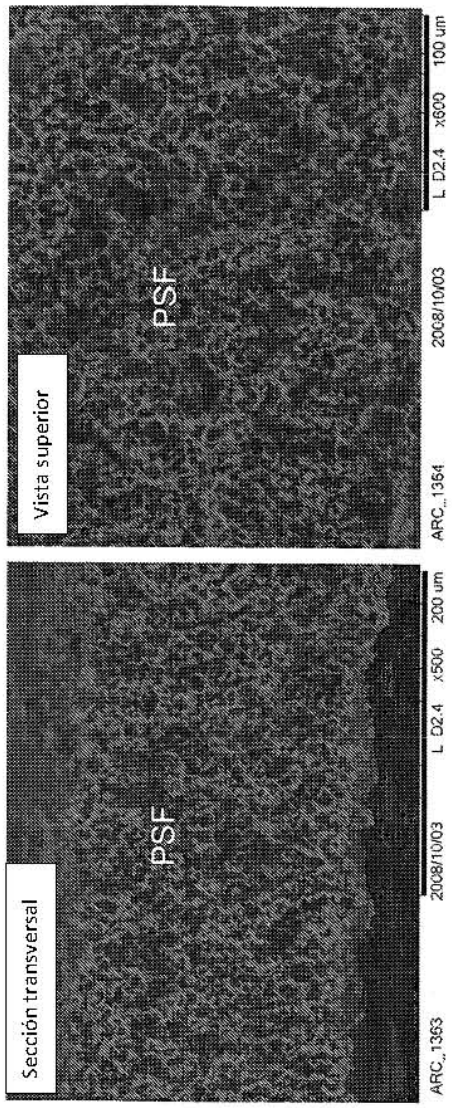

Sección transversal
PSF
ARC_1363
2008/10/03
L D2.4
x500
200 um
Vista superior
PSF
ARC_1364
2008/10/03
L D2.4
x600
100 um

Fig. 21

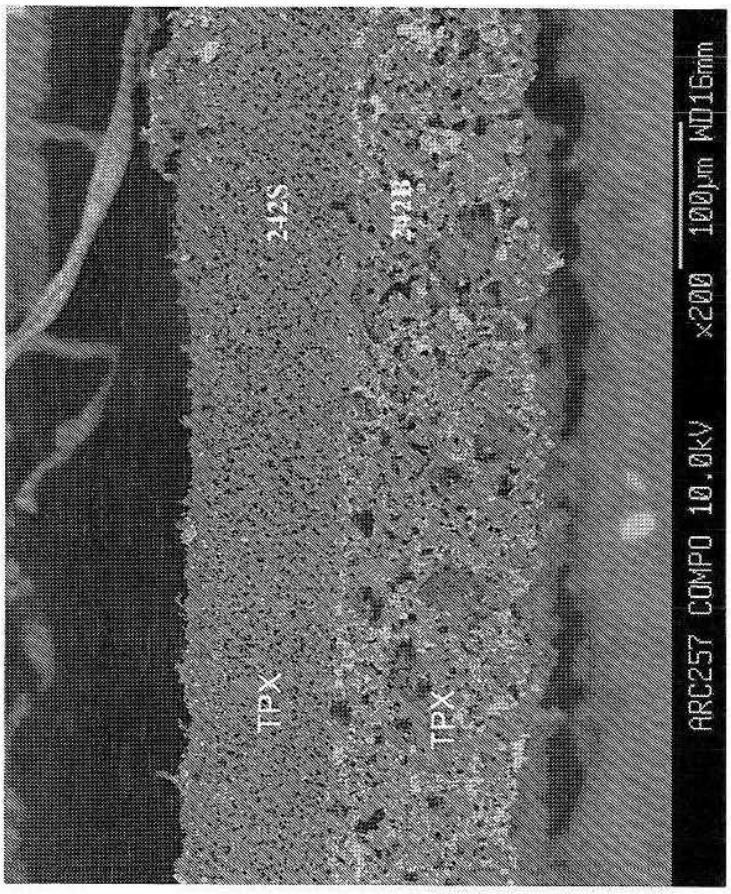


Fig. 22

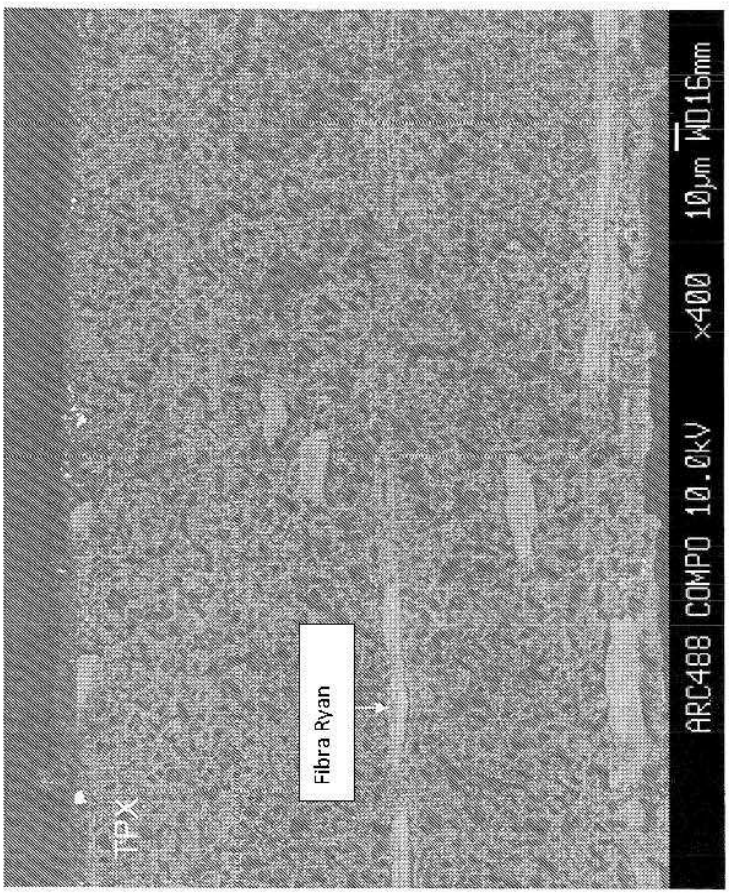


Fig. 23

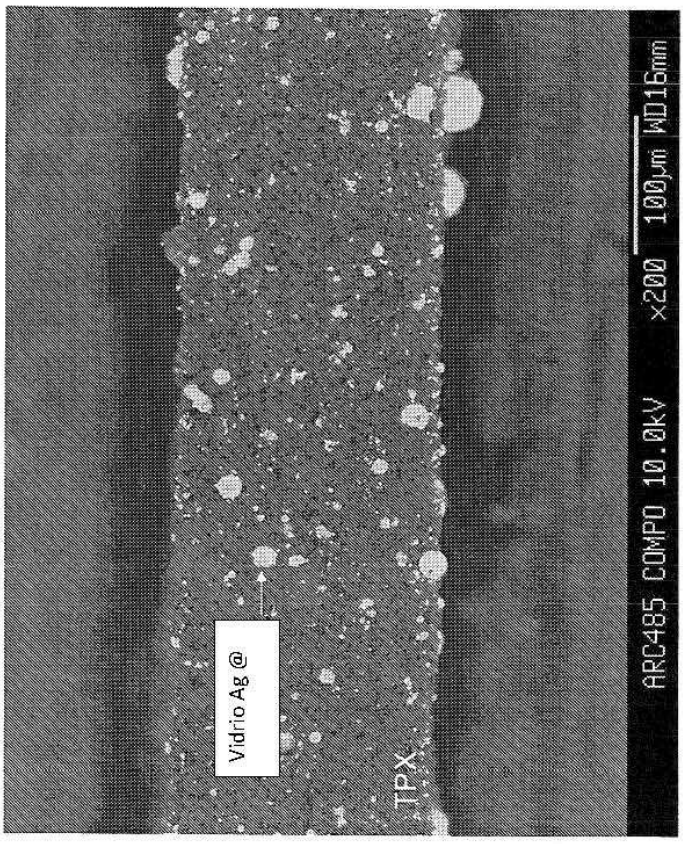


Fig. 24

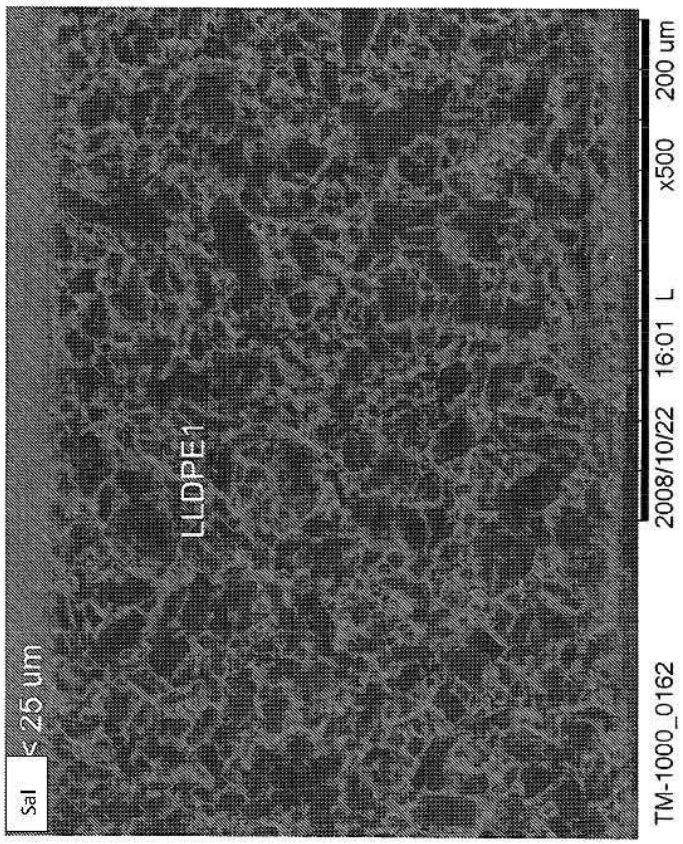


Fig. 25

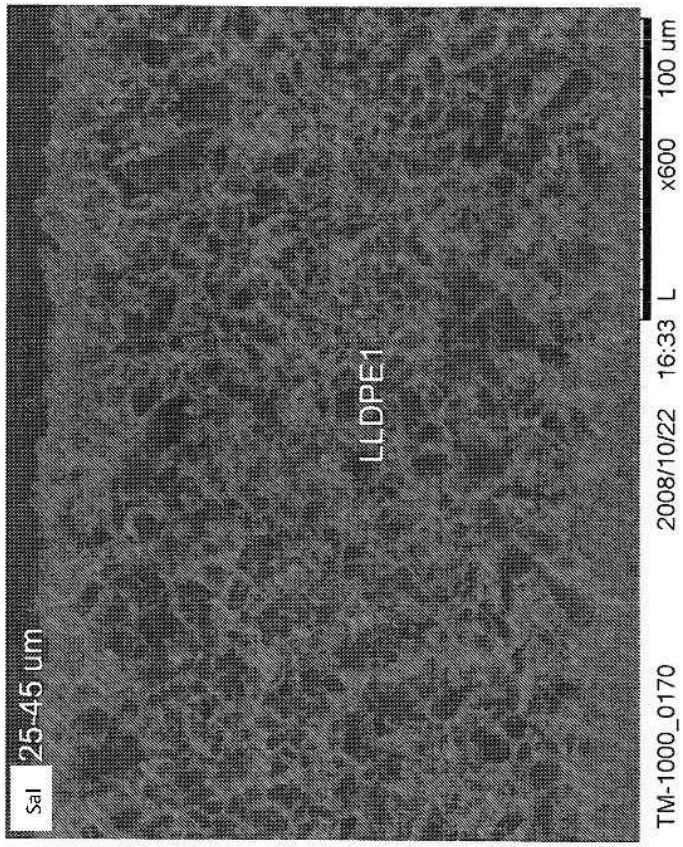


Fig. 26

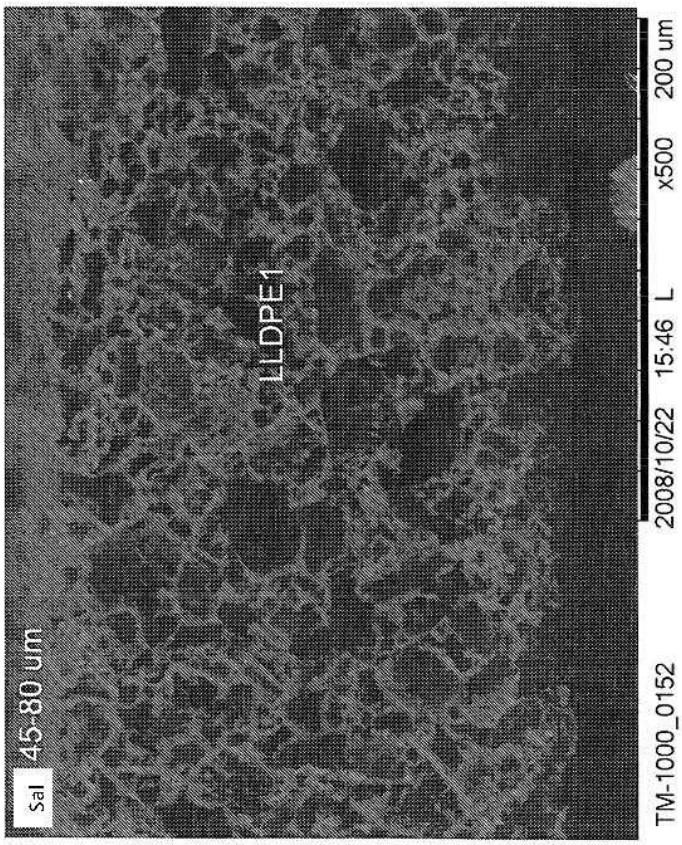


Fig. 27

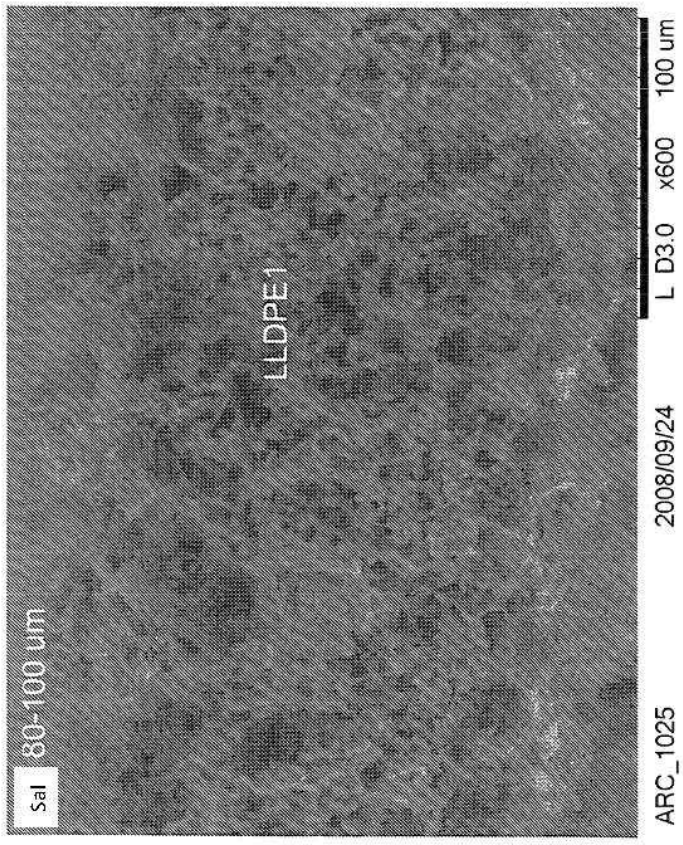


Fig. 28

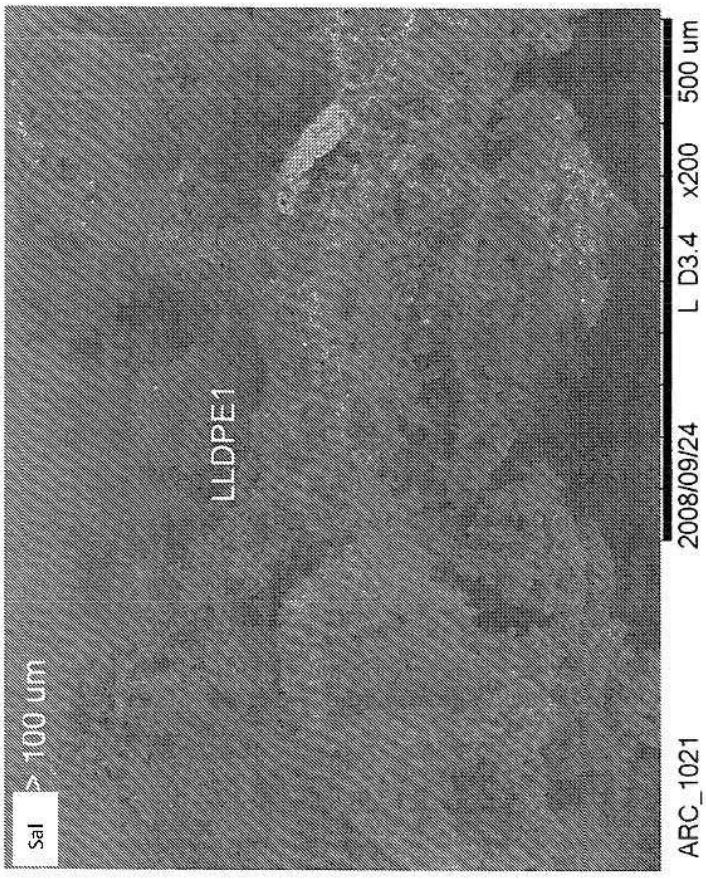


Fig. 29

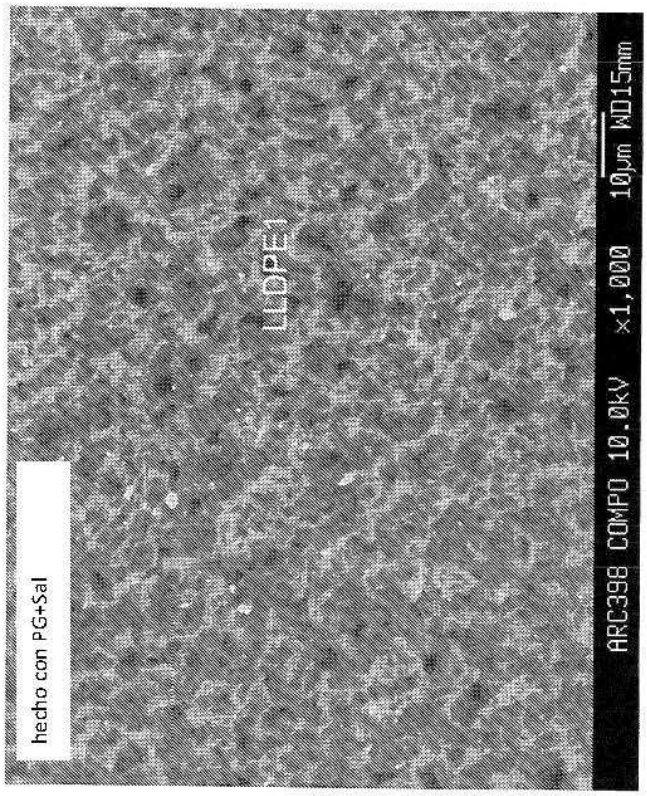


Fig. 30

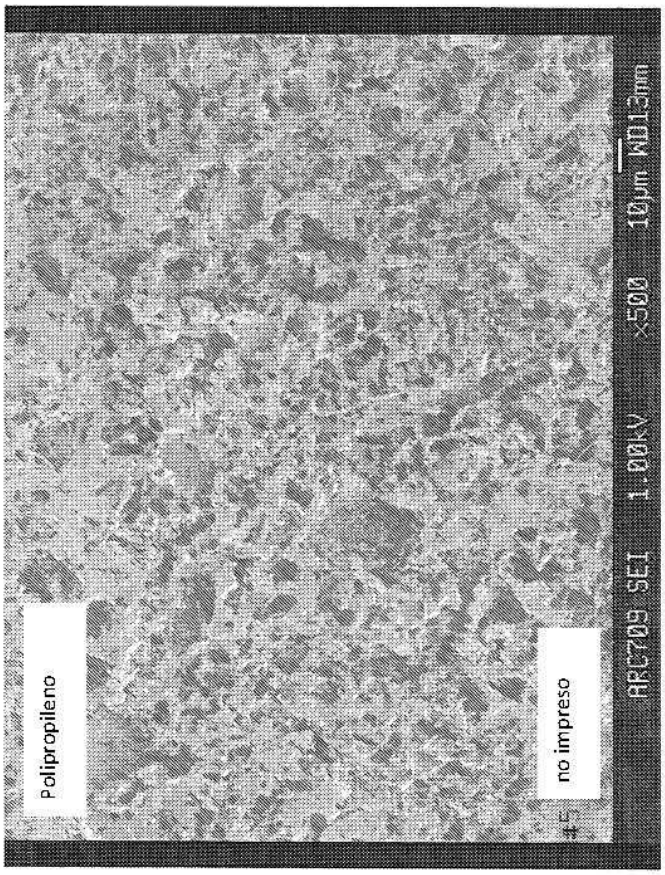


Fig. 31

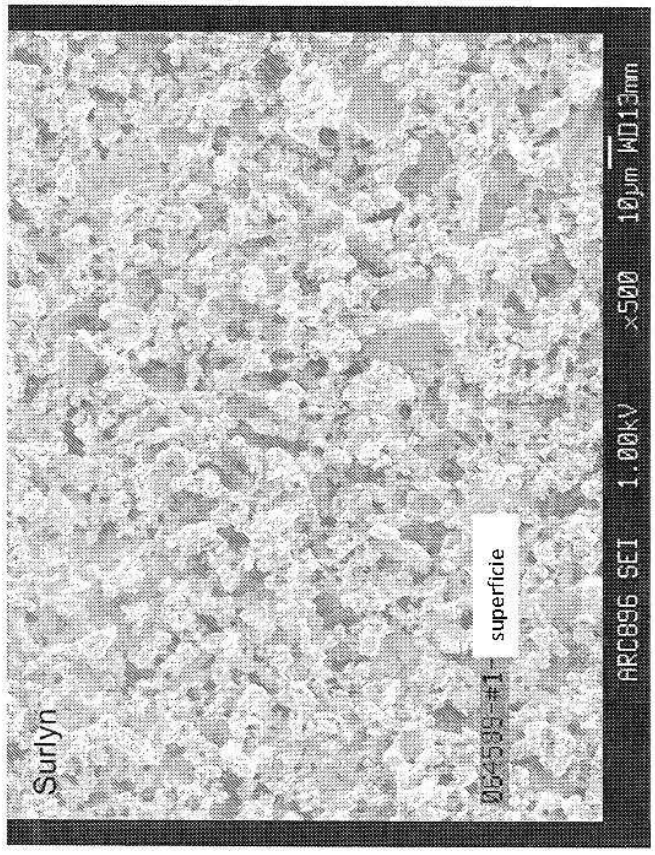


Fig. 32

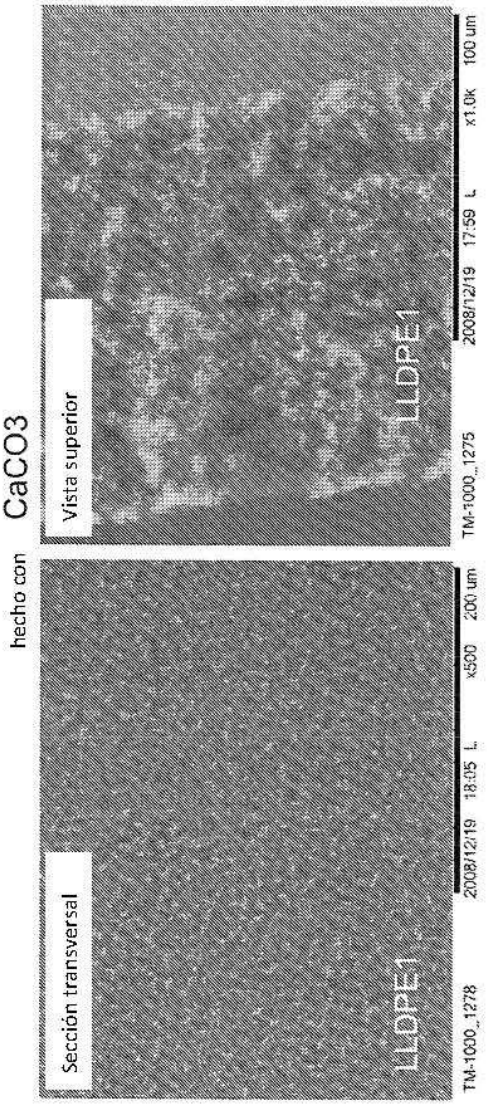

hecho con CaCO3
Sección transversal
LLDPE1
TM-1030_1278 2008/12/19 18:05 L x500 200 um
Vista superior
LLDPE1
TM-1000_1275 2008/12/19 17:59 L x1.0k 100 um

Fig. 33

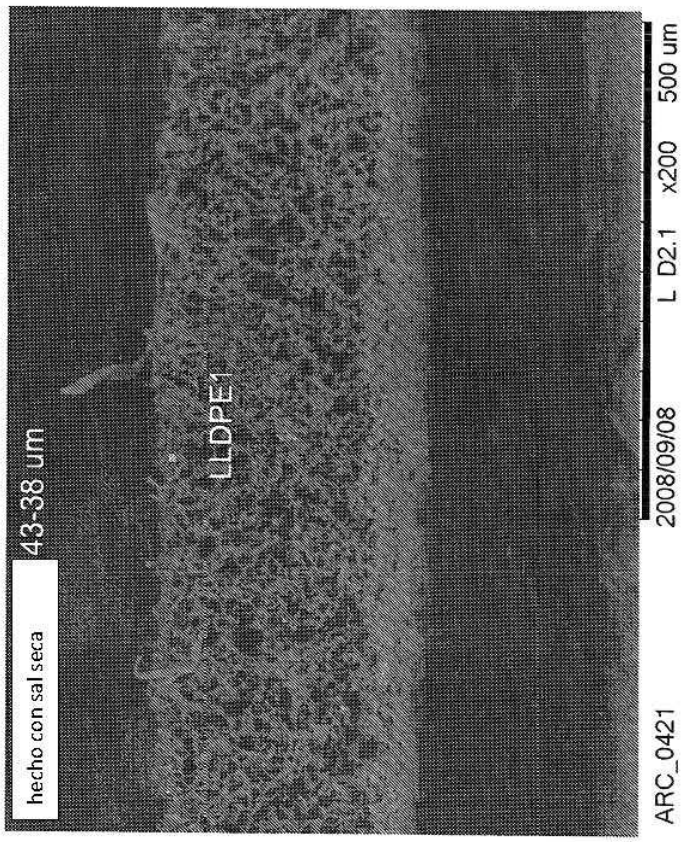

hecho con sal seca
43-38 um
LLDPE1
ARC_0421
2008/09/08
L D2.1
x200
500 um

Fig. 34

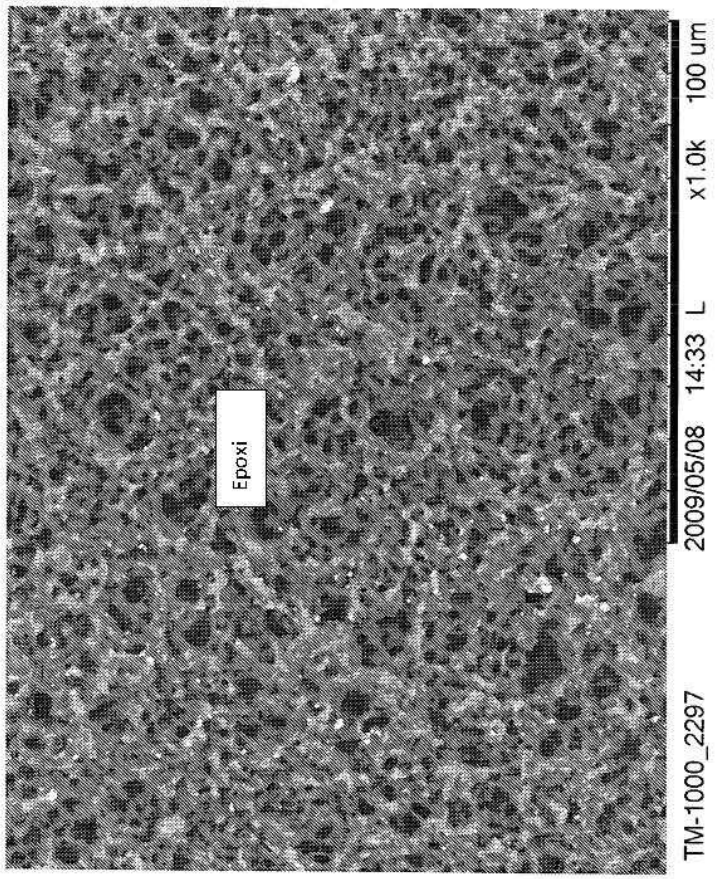


Fig. 35

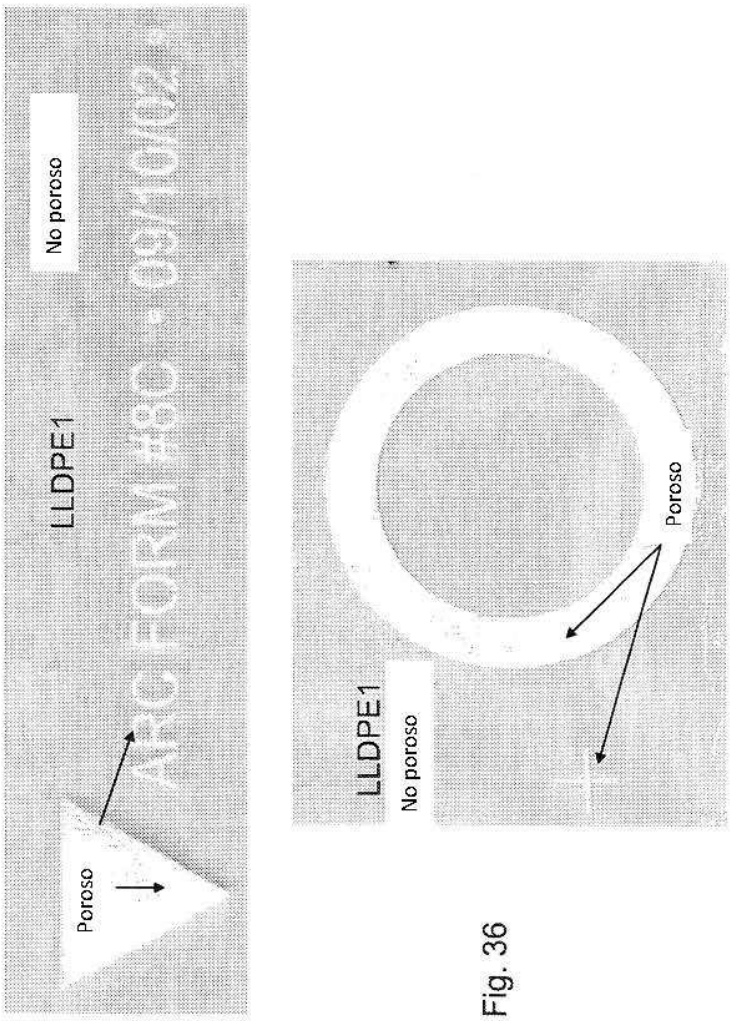

LLDPE1
No poroso
Poroso
ARC FORM #80 - 09/10/02
LLDPE1
No poroso
Poroso

Fig. 36

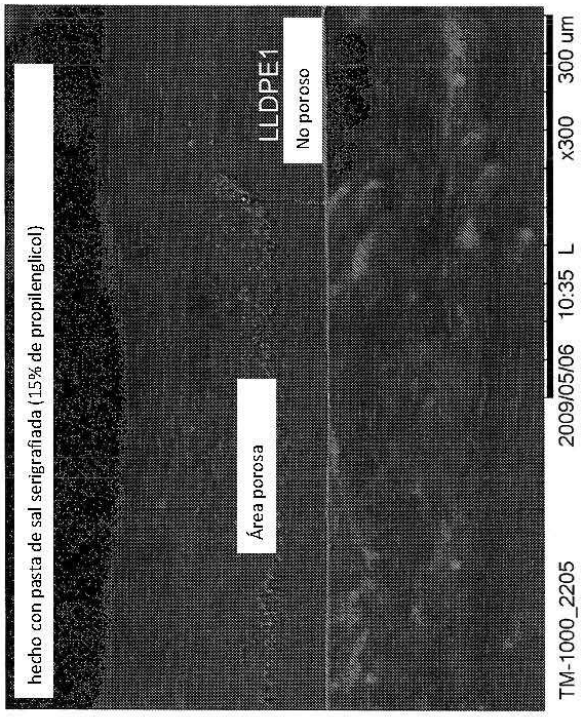

hecho con pasta de sal serigrafiada (15% de propilenglicol)
Área porosa
LLDPE1
No poroso
TM-1000_2205
2009/05/06 10:35 L
x300
300 um

Fig. 37

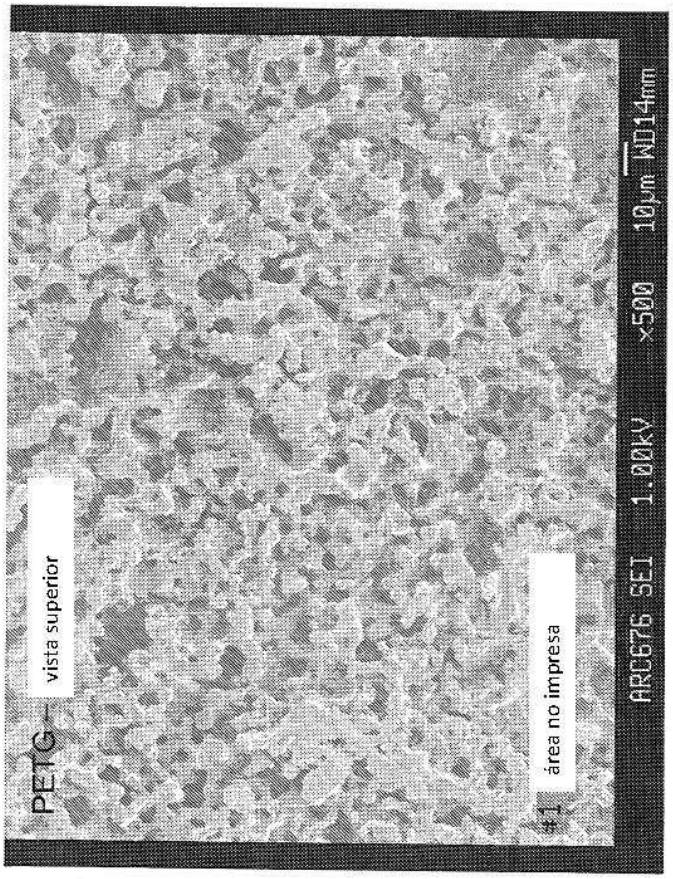

PETG
vista superior
#1 área no impresa
ARC676 SEI 1.00kV ×500 10μm WD14mm

Fig. 38

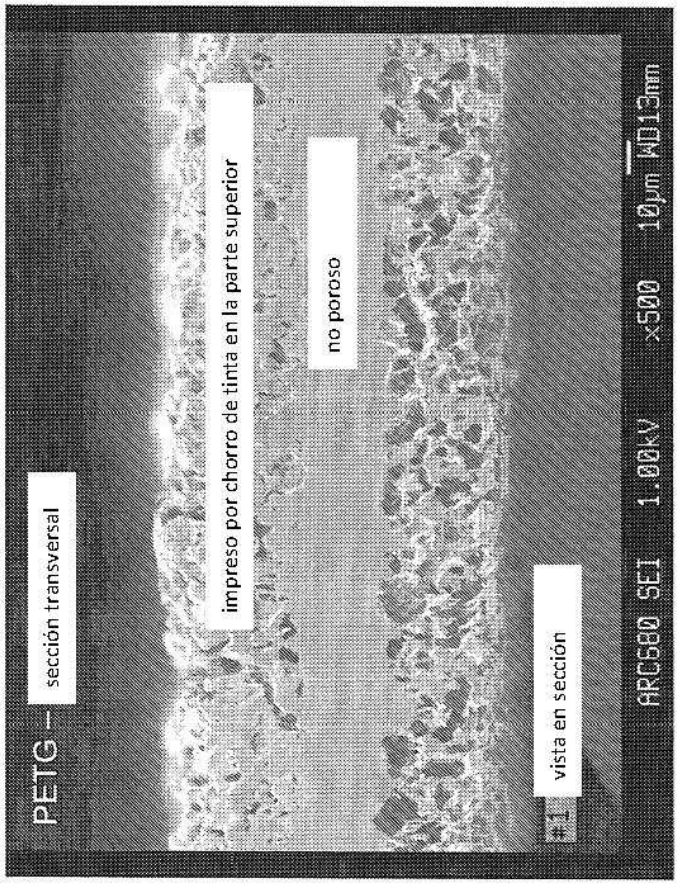

PETG –
sección transversal
impreso por chorro de tinta en la parte superior
no poroso
vista en sección
#1
ARC680 SEI 1.00kV x500 10µm WD13mm

Fig. 39

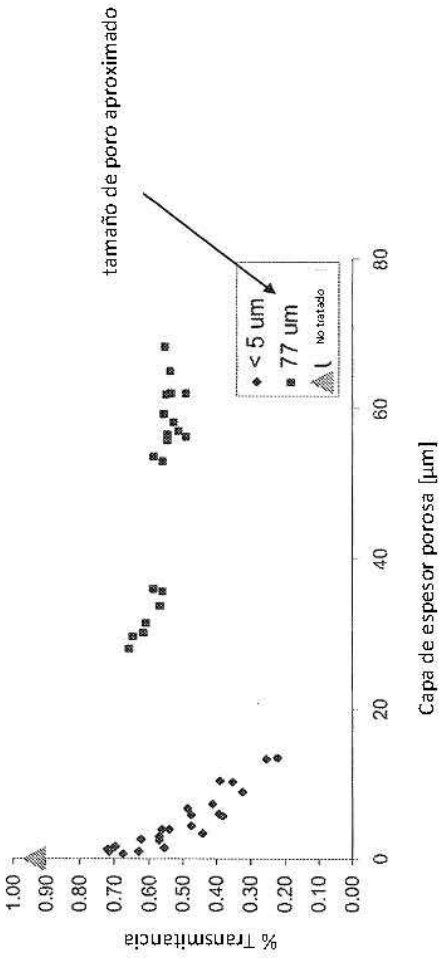

tamaño de poro aproximado
< 5 um
77 um
No tratado
% Transmitancia
1.00
0.90
0.80
0.70
0.60
0.50
0.40
0.30
0.20
0.10
0.00
0
20
40
60
80
Capa de espesor porosa [µm]

Fig. 40

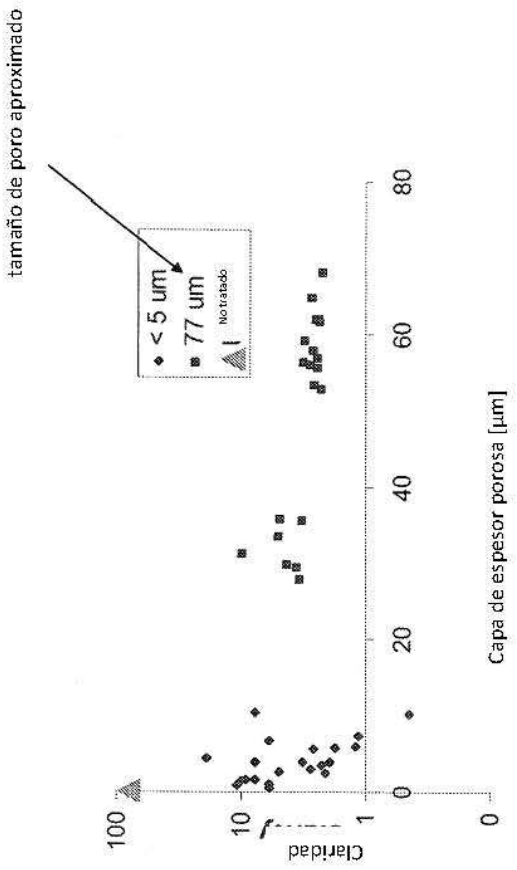

tamaño de poro aproximado
< 5 um
77 um
No tratado
Claridad
100
10
1
0
0
20
40
60
80
Capa de espesor porosa [µm]

Fig. 41

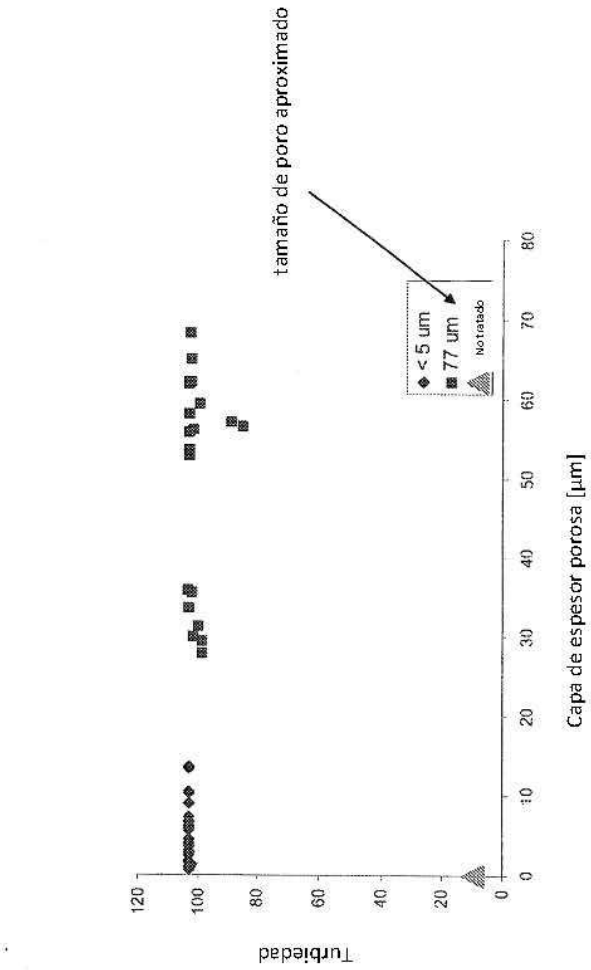
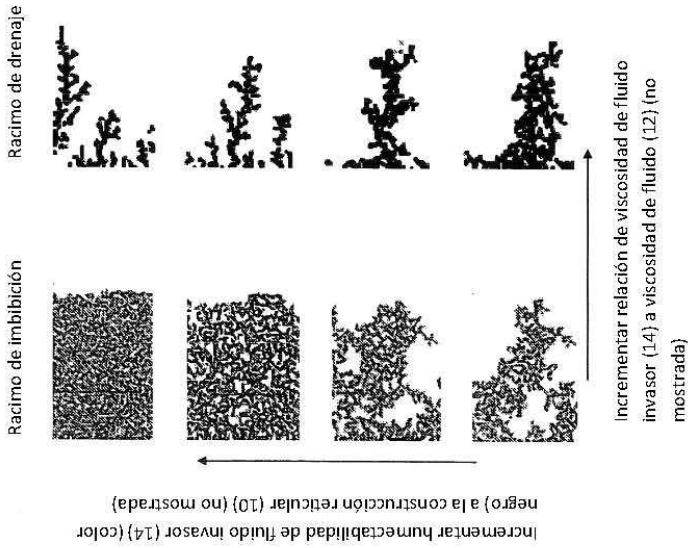

tamaño de poro aproximado
< 5 um
77 um
No tratado
Turbiedad
Capa de espesor porosa [µm]
120
100
80
60
40
20
0
0
10
20
30
40
50
60
70
80

Fig. 42

Fig. 43


Racimo de drenaje
Racimo de imbibición
Incrementar relación de viscosidad de fluido invasor (14) a viscosidad de fluido (12) (no mostrada)
Incrementar humectabilidad de fluido invasor (14) (color negro) a la construcción reticular (10) (no mostrada)

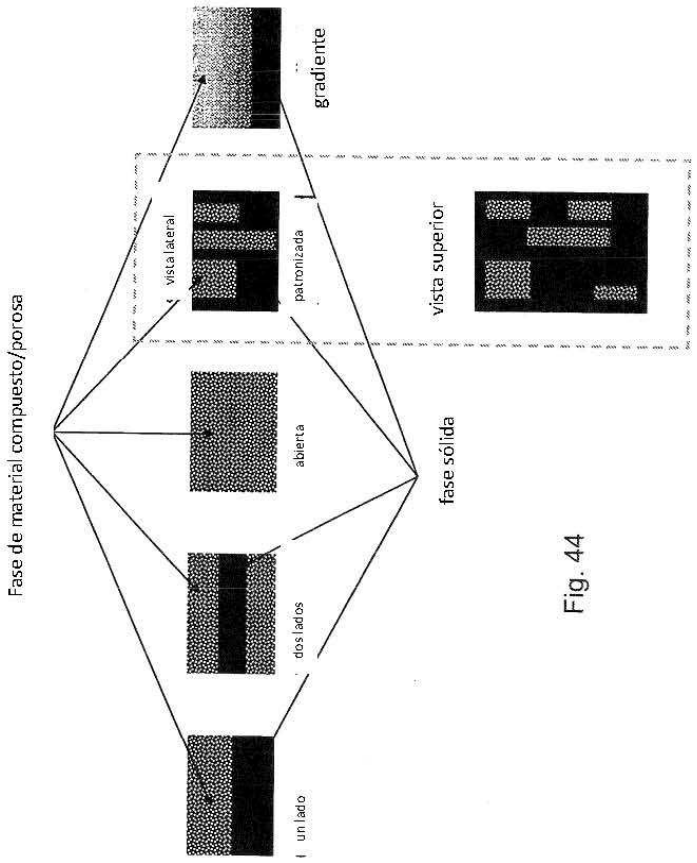

Fase de material compuesto/porosa
un lado
dos lados
abierta
patronizada
vista lateral
gradiente
fase sólida
vista superior

Fig. 44