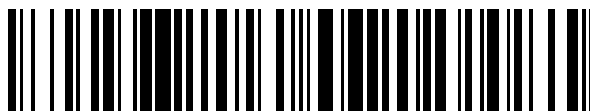


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 674 802**

51 Int. Cl.:

B01D 39/16 (2006.01)

D04H 1/46 (2012.01)

D06M 10/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.06.2015 PCT/US2015/034891**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.12.2015 WO15199972**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.06.2015 E 15732124 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.04.2018 EP 3157650**

54 Título: **Bandas de electret con aditivos potenciadores de la carga**

30 Prioridad:

23.06.2014 US 201462015637 P

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

04.07.2018

73 Titular/es:

**3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY
(100.0%)**

**3M Center, P.O.Box 33427
St. Paul, MN 55133-3427, US**

72 Inventor/es:

**SCHULTZ, NATHAN E.;
LI, FUMING B. y
SEBASTIAN, JOHN M.**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 674 802 T3

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

DESCRIPCIÓN

Bandas de electret con aditivos potenciadores de la carga

5 **Campo de la descripción**

La presente descripción se refiere bandas de electret, que incluyen bandas fibrosas no tejidas tales como bandas de microfibras termoplástica no tejida, que contienen aditivos potenciadores de la carga y usos de los mismos.

10 **Antecedentes**

Un electret es un material dieléctrico que presenta una carga eléctrica cuasi-permanente. Los electrets son útiles en una variedad de dispositivos incluidos, p. ej., películas de adherencia, filtros de aire, máscaras de filtración y respiradores, y como elementos electrostáticos en dispositivos electroacústicos tales como micrófonos, auriculares y registradores electrostáticos.

El comportamiento de las bandas fibrosas usadas en la filtración de aerosoles se puede mejorar transmitiendo una carga eléctrica a las fibras, formando un material electret. En particular, los electrets son eficaces para potenciar la captura de partículas en filtros de aerosoles. Se conocen muchos métodos para conformar materiales electret en bandas microfibras. Dichos métodos incluyen, por ejemplo, bombardear fibras de fusión-soplado a medida que salen por los orificios de la matriz, a medida que las fibras se forman, con partículas eléctricamente cargadas tales como electrones o iones. Otros métodos incluyen, por ejemplo, cargar las fibras una vez que la banda se ha formado, mediante una descarga corona o transmitiendo una carga al lecho de fibra mediante cardado y/o entrelazado con agujas (tribocarga). Además, también se ha descrito un método en el que chorros de agua o una corriente de gotículas de agua inciden sobre una banda no tejida a una presión suficiente para potenciar la carga del electret (hidrocarga).

Numerosos materiales se han agregado a las composiciones poliméricas para modificar las propiedades de las composiciones poliméricas. Por ejemplo, en la patente US-5.914.186 (Yau y col.), se describen cintas adhesivas sensibles a la presión antiestáticas y térmicamente resistentes que tienen adherido sobre las mismas un adhesivo en forma de micropartículas que tienen un diámetro de al menos 1 micrómetro. Las micropartículas tienen un revestimiento conductor formado a partir de un polímero de base electrolito polimérico, al menos una sal iónica de un metal alcalino o alcalinotérreo, y al menos un estabilizador térmico seleccionado del grupo que consiste en amins impedidas, sales de toluimidazoles sustituidos, y mezclas de los mismos.

Los ejemplos de electrets que son aditivos añadidos incluyen electrets con aditivos antibacterianos como se describe en la publicación de patente japonesa JP-08284063 que describe el 3-9 yodo-2-propinil éter del ácido N-n-butilcarbámico que contienen un grupo amidina o guanidino, y 2-(4-tiazolil) bencimidazol, y la publicación PCT n.º WO 93/14510, que describe compuestos de amina impedida, compuestos nitrogenados de fenoles impedidos, compuestos de sal metálica de fenoles impedidos, compuestos fenólicos, compuestos de azufre, y compuestos de fósforo. La publicación de patente japonesa JP-06254319 describe el uso de sales metálicas de ácidos orgánicos de cadena larga en electrets de poliolefina para disminuir la atenuación de la cantidad de electrificación. La publicación de patente europea EP-623.941 describe el uso de agentes de control de carga derivados de varias clases químicas en electrets poliméricos. US-5.871.845 (Dahringer y col.) describe fibras de electret compuestas por un polímero o policondensado de conformación de fibra y compuestos de control de carga orgánicos u organometálicos como los contenidos en tóneres para procesos electrofotográficos.

También se describen procesos para producir electrets de alta estabilidad, tales como en la publicación de patente europea EP-447.166 que describe un proceso para producir electrets que comprende alternar al menos dos ciclos de aplicación de carga eléctrica y calentamiento posterior, y también describe electrets que contienen compuestos polares de elevado peso molecular, y la patente US-4.874.659 (Ando y col.) que describe un proceso que comprende introducir una hoja de fibra entre un electrodo sin contacto con tensión aplicada y un electrodo conectado a tierra y suministrar electricidad entre los electrodos.

Sumario

Se describen en la presente memoria bandas de electret y medios de filtro de electret. Las bandas de electret pueden ser una banda o una película fibrosa no tejida. Las bandas de electret comprenden una resina termoplástica y un aditivo potenciador de la carga que comprende una urea o tiourea aromática condensada. Las bandas de electret son adecuadas para usar como medio de filtro.

60 **Descripción detallada**

Sigue existiendo una necesidad de bandas de electret con propiedades mejoradas. Se presentan en la presente descripción bandas de electret que contienen aditivos potenciadores de la carga. Estos aditivos potenciadores de la carga proporcionan bandas de electret que son fáciles de cargar mediante una variedad de diferentes métodos de carga, tales como la tribocarga, descarga corona, hidrocarga, o una combinación de los mismos. En algunas

realizaciones, las bandas de electret de la presente descripción se pueden cargar solamente mediante descarga corona, especialmente una descarga corona CC, sin la necesidad de mecanismos de carga adicionales.

Las bandas de electret útiles en la presente descripción incluyen una combinación de una resina termoplástica y un aditivo potenciador de la carga. Las bandas preparadas a partir de dichas mezclas pueden mostrar propiedades potenciadas solamente con las resinas termoplásticas. Aditivos potenciadores de la carga útiles incluyen una urea o tiourea aromática condensada. De forma adicional, se ha observado un efecto sinérgico, especialmente cuando se usan aditivos potenciadores de la carga de urea aromática condensada junto con ciertos compuestos estabilizadores de luz de amina impedida (HALS). Por efecto sinérgico se entiende que el efecto de la combinación de aditivos potenciadores de la carga es mayor que el efecto de cada aditivo potenciador de la carga usado por separado.

Las bandas de electret pueden estar en una variedad de formas. Por ejemplo, la banda puede ser una película continua o discontinua, o una banda fibrosa. Las bandas fibrosas son especialmente útiles para la formación de medios de filtración. En algunas realizaciones, la banda es una banda microfibrosa no tejida. Las microfibras tienen de forma típica 1-100 micrómetros, o de forma más típica 2-30 micrómetros de diámetro efectivo (o diámetro promedio si se mide mediante un método como el microscopio electrónico de barrido) y no es necesario que las microfibras tengan una sección transversal circular.

Los términos “un”, “uno”, y “el” se utilizan de forma indistinta con “al menos uno” para significar uno o más de los elementos que se describen.

El término “electret” se refiere a un material que presenta una carga eléctrica casi permanente. La carga eléctrica puede caracterizarse mediante diversas técnicas, tales como el ensayo de descarga de rayos X descrito más detalladamente a continuación.

El término “alquilo” se refiere a un grupo monovalente que es un radical de un alcano, que es un hidrocarburo saturado. El alquilo puede ser lineal, ramificado, cíclico o combinaciones de los mismos y tiene normalmente de 1 a 20 átomos de carbono. En algunas realizaciones, el grupo alquilo contiene 1 a 18, 1 a 12, 1 a 10, 1 a 8, 1 a 6, o 1 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos de grupos alquilo incluyen, aunque no de forma limitativa, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, terc-butilo (t-butil), n-pentilo, n-hexilo, ciclohexilo, n-heptilo, n-octilo, y etilhexilo.

El término “heteroalquilo” se refiere a un grupo alquilo que contiene heteroátomos. Los heteroátomos pueden ser átomos colgantes, por ejemplo, halógenos tales como flúor, cloro, bromo, o yodo o átomos catenarios tales como nitrógeno, oxígeno o azufre. Un ejemplo de un grupo heteroalquilo es un grupo polioxialquilo tal como $\text{-CH}_2\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OCH}_2\text{CH}_3$.

El término “alcoxi” se refiere a un grupo del tipo -OR, donde R es un grupo alquilo, alquilo sustituido, arilo, o aralquilo.

El término “alquilo sustituido” se refiere a un grupo alquilo que contiene sustituyentes a lo largo de la cadena principal de hidrocarburo. Estos sustituyentes pueden ser grupos alquilo, grupos heteroalquilo o grupos arilo. Un ejemplo de un grupo alquilo sustituido es un grupo bencilo.

El término “anillo” se refiere a un grupo carbocíclico aromático que es un radical que contiene de 1 a 5 anillos que pueden estar conectados o condensados. El grupo arilo puede estar sustituido con grupos alquilo o heteroalquilo. Los ejemplos de grupos arilo incluyen grupos fenilo, grupos naftaleno y grupos antraceno. Por anillo “aromático condensado” se entenderá un sistema de anillo que comprende al menos un anillo aromático unido por más de un único enlace químico a uno o más anillos adicionales. En la presente descripción, los anillos aromáticos condensados comprenden al menos un anillo aromático y un anillo heterocíclico.

El término “anillo heterocíclico” se refiere a un anillo carbocíclico que contiene al menos un heteroátomo en el sistema de anillo o unido al mismo.

Los términos “polímero” y “material polimérico” se refieren a ambos materiales preparados a partir de un monómero tal como un homopolímero o a materiales preparados a partir de dos o más monómeros tales como un copolímero, terpolímero, o similar. De la misma forma, el término “polimerizar” se refiere al proceso de preparar un material polimérico que puede ser un homopolímero, copolímero, terpolímero, o similar. Los términos “copolímero” y “material copolimérico” se refieren a un material polimérico preparado a partir de al menos dos monómeros.

Los términos “temperatura ambiente” y “temperatura del entorno” se utilizan de forma indistinta para significar temperaturas en el intervalo de 20 °C a 25 °C.

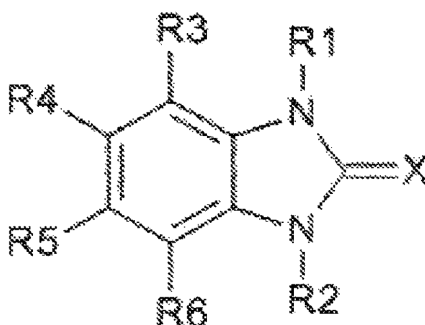
La expresión “masa fundida procesable” en la presente memoria, se refiere a una composición que se puede transformar, por ejemplo, mediante calor y presión, de un sólido a un fluido viscoso. La composición debería ser capaz de procesarse como masa fundida sin transformarse químicamente, degradarse o volverse inútil para la aplicación prevista de forma sustancial.

Salvo que se indique lo contrario, debe entenderse que todos los números que expresan tamaños, cantidades, y propiedades físicas característicos utilizados en la memoria descriptiva y en las reivindicaciones están modificados en todos los casos por el término “aproximadamente”. De acuerdo con ello, salvo que se indique lo contrario, los números definidos son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas utilizando las enseñanzas descritas en la presente memoria.

Las resinas termoplásticas útiles en la presente descripción incluyen cualquier polímero termoplástico no conductor que pueda retener una gran cantidad de carga electrostática atrapada cuando se conforma en una banda y se carga. De forma típica, dichas resinas tienen una resistividad CC (corriente continua) superior a 10^{14} ohm-cm a la temperatura del uso previsto. Los polímeros capaces de adquirir una carga atrapada incluyen poliolefinas tales como polipropileno, polietileno, y poli-4-metil-1-penteno; cloruro de polivinilo; poliestireno; policarbonatos; poliésteres, incluidos poliláctidas; y polímeros y copolímeros perfluorados. Los materiales especialmente útiles incluyen polipropileno, poli-4-metil-1-penteno, mezclas de los mismos o copolímeros formados a partir de al menos uno de propileno y 4-metil-1-penteno.

Los ejemplos de resinas termoplásticas adecuadas incluyen, por ejemplo, las resinas de polipropileno: ESCORENE PP 3746G comercializadas por Exxon-Mobil Corporation, Irving, TX; TOTAL PP3960, TOTAL PP3860, y TOTAL PP3868 comercializadas por Total Petrochemicals USA Inc., Houston, TX; y METOCENE MF 650W comercializadas por LyondellBasell Industries, Inc., Rotterdam, Países Bajos; y la resina de poli-4-metil-1-penteno TPX-MX002 comercializada por Mitsui Chemicals, Inc., Tokio, Japón.

Los aditivos potenciadores de la carga son ureas o tioureas aromáticas condensadas. Estos compuestos se describen mediante la estructura general de la Fórmula 1 mostrada a continuación:



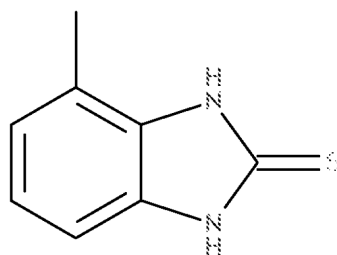
Fórmula 1

en donde, cuando $X=O$, el mismo es una urea, y cuando $X=S$, el mismo es una tiourea, y los grupos R1 y R2 comprenden independientemente átomos de hidrógeno o grupos alquilo; los grupos R3, R4, R5 y R6 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido o alcoxi.

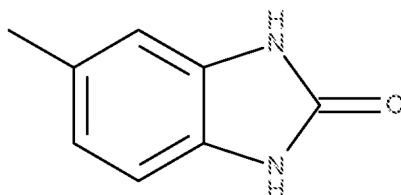
De forma típica, los aditivos potenciadores de la carga de tiourea aromática condensada comprenden aditivos en los que tres de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprenden átomos de hidrógeno y uno de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprende un grupo alquilo. En algunas realizaciones, el grupo alquilo comprende un grupo metilo.

De forma típica, los aditivos potenciadores de la carga de urea aromática condensada comprenden aditivos en los que tres de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprenden átomos de hidrógeno y uno de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprende un grupo alquilo. En algunas realizaciones, el grupo alquilo comprende un grupo metilo.

Ejemplos de aditivos potenciadores de la carga especialmente adecuados incluyen tiourea MTI descrita mediante la Fórmula 2 a continuación, y la urea descrita mediante la Fórmula 3 a continuación.



Fórmula 2



Fórmula 3

5 En algunas realizaciones, una combinación de un agente potenciador de la carga de urea o tiourea aromática condensada con un compuesto estabilizador de luz de amina impedida (HALS) puede permitir obtener una mayor
10 potenciación de la carga que el propio agente potenciador de la carga de urea o tiourea aromática condensada. Los HALS son una clase bien conocida de compuestos de amina rodeados por un entorno estérico atestado. Los mismos son derivados de 2, 2, 6, 6-tetrametil piperidina y son estabilizadores extremadamente eficaces contra la degradación
15 inducida por luz de la mayor parte de polímeros. Compuestos HALS especialmente adecuados comprenden "CHIMASSORB 944" (poli[[6-(1,1,3,3-tetrametilbutil) amino]-s-triazina-2,4-diil][[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil) imino] hexametileno [(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil) imino]]], comercializado por BASF, Ludwigshafen, Alemania.

15 Es posible añadir el aditivo o una combinación de aditivos potenciadores de la carga en cualquier cantidad adecuada. Los aditivos potenciadores de la carga de la presente descripción se han demostrado como eficaces incluso en cantidades relativamente pequeñas. De forma típica, el aditivo o combinación de aditivos potenciadores de la carga está presente en una mezcla de resina termoplástica y aditivo o aditivos potenciadores de la carga en cantidades de hasta
20 aproximadamente 10 % en peso, de forma más típica, en el intervalo de 0,02 a 5 % en peso basado en el peso total de la mezcla. En algunas realizaciones, el aditivo o combinación de aditivos potenciadores de la carga está presente en una cantidad que oscila de 0,1 a 3 % en peso, de 0,1 a 2 % en peso, de 0,2 a 1,0 % en peso, o de 0,25 a 0,5 % en peso.

25 La mezcla de la resina termoplástica y el aditivo o combinación de aditivos potenciadores de la carga se puede preparar mediante métodos bien conocidos. De forma típica, la mezcla se procesa usando técnicas de extrusión en fundido, de modo que la mezcla se puede mezclar previamente para formar aglomerados en un proceso por lotes, o la resina termoplástica y el aditivo o aditivos potenciadores de la carga se pueden mezclar en la extrusora en un proceso continuo. Cuando se utiliza un proceso continuo, la resina termoplástica y el aditivo o aditivos potenciadores de la carga se pueden
30 mezclar previamente como sólidos o añadirse por separado a la extrusora y dejar mezclar en estado fundido.

30 Los ejemplos de mezcladores en fundido que se pueden usar para formar aglomerados premezclados son los que proporcionan mezclado dispersivo, mezclado distributivo, o una combinación de mezclado dispersivo y distributivo. Ejemplos de métodos por lotes incluyen los que utilizan BRABENDER (p. ej., BRABENDER PREP CENTER, comercializado por C.W. Brabender Instruments, Inc.; South Hackensack, NJ) o equipos de mezclado interno y molienda con rodillos BANBURY (p. ej., equipos comercializados por Farrel Co.; Ansonia, CT). Tras el
35 mezclado del lote, la mezcla creada se puede inactivar inmediatamente y clasificarse por debajo de la temperatura de fusión de la mezcla para un procesamiento posterior.

40 Los ejemplos de métodos continuos incluyen extrusión con tornillo único, extrusión de doble tornillo, extrusión con discos, extrusión de tornillo único de movimiento alternativo, y extrusión de tornillo único de pasador de cilindro. Los métodos continuos pueden incluir el uso de ambos elementos de distribución, tales como mezcladores de transferencia de cavidad (p. ej., CTM, comercializado por RAPRA Technology, Ltd.; Shrewsbury, Inglaterra) y elementos de mezclado con pasadores, elementos de mezclado mixto o elementos de mezclado dispersivo (comercializados por, p. ej., elementos de mezclado MADDOCK o elementos de mezclado SAXTON).

45 Los ejemplos de extrusores que se pueden usar para extrudir los aglomerados premezclados preparados mediante un proceso discontinuo incluyen los mismos tipos de equipos anteriormente descritos para el procesamiento continuo. Las condiciones de extrusión útiles son generalmente aquellas que son adecuadas para extrudir la resina sin el aditivo.

La mezcla extrudida de resina termoplástica y aditivo o aditivos potenciadores de la carga se puede colar o revestir en películas u hojas o se puede conformar en una banda fibrosa usando cualesquiera técnicas adecuadas. Las películas se pueden conformar en una variedad de artículos, incluidos medios de filtración por los métodos descritos en, por ejemplo, la patente US-6.524.488 (Insley y col.). Las bandas fibrosas se pueden fabricar a partir de una variedad de tipos de fibra entre los que se incluyen, por ejemplo, microfibras de fusión-soplado, fibras cortadas, películas fibriladas, y combinaciones de los mismos. Las técnicas para preparar bandas fibrosas incluyen, por ejemplo, procesos con flujo de aire, procesos por vía húmeda, hidroentrelazado, procesos ligados por hilado, procesos de fusión-soplado, y combinaciones de los mismos. Las bandas microfibras no tejidas de fusión-soplado y ligadas por hilado son especialmente útiles como medio de filtración.

Los filtros de electret microfibras no tejidos de fusión-soplado y ligados por hilado son especialmente útiles como un elemento de filtrado de aire para un respirador, tal como una máscara de filtración, o para fines como los acondicionadores de aire domésticos e industriales, limpiadores de aire, limpiadores por aspiración, filtros de líneas de aire medicinales, y sistemas de aire acondicionado para vehículos y equipo común, tales como ordenadores, unidades de discos informáticos y equipo electrónico. En algunas realizaciones, los filtros de electret se combinan con un conjunto respiratorio para formar un dispositivo respiratorio diseñado para usarse por una persona. En usos de respiradores, los filtros de electret pueden estar en forma de respiradores moldeados, plegados o con fuelle, cartuchos o botes rellenables, o prefiltros.

Las microfibras de fusión-soplado útiles en la presente descripción se pueden preparar como se describe en Van A. Wente, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, págs. 1342-1346 y en el Informe n.º 4364 del Naval Research Laboratories, publicado el 25 de mayo de 1954, titulado "Manufacture of Super Fine Organic Fibers" de Van A. Wente y col.

Las microfibras ligadas por hilado se pueden formar usando un proceso de ligado por hilado en el cual una o más fibras continuas exentas de polímeros se extruden sobre un colector, como se describe, por ejemplo, en las patentes US-4.340.563 y US-8.162.153 y en la publicación de patente estadounidense núm. 2008/0038976.

Las microfibras de fusión-soplado y ligadas por hilado útiles para filtros de electret fibrosos tienen de forma típica un diámetro efectivo de la fibra de aproximadamente 1-100 micrómetros, de forma más típica, de 2 a 30 micrómetros, en algunas realizaciones, de aproximadamente 7 a 15 micrómetros, tal como se calcula según el método definido en Davies, C. N., "The Separation of Airborne Dust and Particles", Institution of Mechanical Engineers, Londres, Proceedings 1B, 1952.

En la banda también puede haber fibras cortadas. La presencia de fibras cortadas proporciona por lo general una banda más esponjada y menos densa que una banda que tiene solamente microfibras sopladas. Generalmente, está presente una cantidad no superior al 90 por ciento en peso de fibras cortadas, de forma más típica, no superior a aproximadamente 70 por ciento en peso. Los ejemplos de bandas que contienen fibras cortadas se describen en la patente US-4.118.531 (Hauser).

También se puede incluir en la banda material sorbente en forma de partículas, tales como carbón activado o alúmina. Dichas partículas pueden estar presentes en cantidades de hasta aproximadamente un 80 por ciento en volumen del contenido de la banda. Los ejemplos de bandas con carga de partículas se describen, por ejemplo, en la patente US-3.971.373 (Braun), en la patente US-4.100.324 (Anderson) y en la patente US-4.429.001 (Kolpin y col.).

Varios aditivos opcionales se pueden combinar con la composición termoplástica, incluidos, por ejemplo, pigmentos, estabilizadores de la luz, antioxidantes primarios y secundarios, desactivadores de metales, agentes de nucleación, aminoras impedidas, fenoles impedidos, sales de metal de ácido graso, triésteres de fosfito, compuestos que contienen fósforo, compuestos que contienen sulfuro, compuestos que contienen flúor y combinaciones de los mismos. Los HALS ya se han mencionado como aditivos especialmente adecuados, ya que el uso de estos aditivos puede actuar no solamente como estabilizadores, sino también como aditivos potenciadores de la carga. Además, en algunos casos, los antioxidantes también actúan como aditivos potenciadores de la carga. Los posibles aditivos de carga incluyen compuestos orgánicos de triazina térmicamente estables, u oligómeros, donde los compuestos o los oligómeros contienen al menos un átomo de nitrógeno además del incluido en el anillo triazina — véanse, por ejemplo, las patentes US-6.268.495, US-5.976.208, US-5.968.635, US-5.919.847, y US-5.908.598 de Rousseau y col. Otro aditivo conocido para potenciar los electrets es "CHIMASSORB 944": (poli[[6-(1,1,3,3-tetrametilbutil) amino]-s-triazina-2,4-diil][[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil) imino] hexametileno [(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil) imino]]], comercializado por BASF, Ludwigshafen, Alemania. Los aditivos potenciadores de la carga pueden ser compuestos aminoaromáticos N-sustituidos, especialmente los compuestos triamino sustituidos, tal como 2,4,6-trianilino-p-(carbo-2'etilhexil-1'-oxi)-1,3,5-triazina comercializado como "UVINUL T-150" de BASF, Ludwigshafen, Alemania. Otro aditivo de carga es 2,4,6-tris-(octadecilamino)-triazina, también denominado triestearil melamina ("TSM"). Otros ejemplos de aditivos potenciadores de la carga se proporcionan en la solicitud de patente con número de serie US-61/058.029, solicitud de patente con número de serie US-61/058.041, patente US-7.390.351 (Leir y col.), patente US-5.057.710 (Nishiura y col.), y patentes US-4.652.282 y US-4.789.504 (Ohmori y col.).

Además, la banda se puede tratar para modificar químicamente su superficie. La fluoración superficial se puede conseguir introduciendo un artículo polimérico en una atmósfera que contiene una especie que contiene flúor y un gas

inerte, y aplicando posteriormente una descarga eléctrica para modificar la química superficial del artículo polimérico. La descarga eléctrica puede estar en forma de un plasma tal como una descarga corona AC. Este proceso de fluoración con plasma hace que los átomos de flúor estén presentes sobre la superficie del artículo polimérico. El proceso de fluoración con plasma se describe en numerosas patentes: US-6.397.458, US-6.398.847, US-6.409.806, US-6.432.175, US-6.562.112, US-6.660.210, y US-6.808.551 de Jones/Lyons y col. Los artículos electret que tienen una alta proporción de fluorosaturación se describen en la patente US-7.244.291 de Spartz y col., y los artículos electret que tienen una baja proporción de saturación, junto con heteroátomos, se describen en la patente US-7.244.292, de Kirk y col. Otras publicaciones que describen las técnicas de fluoración incluyen: La patente US- 6.419.871, US-6.238.466, US-6.214.094, US-6.213.122, US-5.908.598, US-4.557.945, US-4.508.781, y US-4.264.750; las publicaciones estadounidenses US-2003/0134515 A1 y US-2002/0174869 A1; y la publicación internacional WO 01/07144.

El medio de filtro de electret preparado según la presente descripción tiene por lo general un gramaje (masa por unidad de área) comprendido en el intervalo de aproximadamente 10 a 500 g/m² y, en algunas realizaciones, de aproximadamente 10 a 100 g/m². En la fabricación de las bandas de microfibras de fusión-soplado, el gramaje se puede controlar, por ejemplo, cambiando bien la velocidad del colector o el rendimiento de la matriz. El espesor del medio de filtro es de forma típica de aproximadamente 0,25 a 20 milímetros, y en algunas realizaciones, aproximadamente de 0,5 a 2 milímetros. Múltiples capas de bandas fibrosas de electret se utilizan habitualmente en elementos de filtros. La solidez de la banda fibrosa de electret es, de forma típica, de aproximadamente 1 % a 25 %, de forma más típica de aproximadamente 3 % a 10 %. La solidez es un parámetro adimensional que define la fracción sólida en la banda. Por lo general, los métodos de la presente descripción proporcionan bandas de electret que tienen por lo general una distribución de carga uniforme por la banda, sin tener en cuenta el gramaje, espesor, o solidez del medio. El medio de filtro de electret y la resina a partir de la cual se produce no deberían someterse a ningún tratamiento innecesario que pueda aumentar su conductividad eléctrica, p. ej., exposición a radiación ionizante, rayos gamma, irradiación con ultravioleta, pirólisis, oxidación, etc.

La banda de electret se puede cargar a medida que se forma o la banda se puede cargar una vez que la banda se ha formado. En el medio de filtro de electret, el medio se carga por lo general una vez que la banda está formada. En general, se puede usar cualquier método de carga convencional conocido en la técnica. Por ejemplo, la carga se puede llevar a cabo de diferentes formas, incluidas tribocargado, descarga corona e hidrocargado. También se puede usar una combinación de métodos. Tal como se ha mencionado anteriormente, en algunas realizaciones, las bandas de electret de la presente descripción tienen la característica deseada de poderse cargar solamente mediante descarga corona, especialmente una descarga corona CC, sin la necesidad de métodos de carga adicionales.

Los ejemplos de procesos de descarga corona adecuados se describen en la patente Re. US-30.782 (van Turnhout), en la patente Re. US-31.285 (van Turnhout), en la patente Re. US-32.171 (van Turnhout), en la patente US-4.215.682 (Davis y col.), en la patente US-4.375.718 (Wadsworth y col.), en la patente US-5.401.446 (Wadsworth y col.), en la patente US-4.588.537 (Klaase y col.), en la patente US-4.592.815 (Nakao), y en la patente US-6.365.088 (Knight y col.).

Otra técnica que se puede utilizar para cargar la banda de electret es el hidrocargado. El hidrocargado de la banda se lleva a cabo poniendo en contacto las fibras con agua de forma suficiente para transmitir una carga a las fibras, seguido por el secado de la banda. Un ejemplo de hidrocargado implica hacer incidir chorros de agua o una corriente de gotículas de agua sobre la banda a una presión suficiente para proporcionar carga electret potenciadora de la filtración, y a continuación secado de la banda. La presión necesaria para conseguir resultados óptimos varía dependiendo del tipo de pulverizadores usados, el tipo de polímero a partir del cual se forma la banda, el tipo y la concentración de los aditivos del polímero, el espesor y la densidad de la banda y de si se ha realizado un pretratamiento, tal como un tratamiento corona superficial, antes del hidrocargado. Generalmente, son adecuadas presiones en el intervalo de aproximadamente 69 a 3450 kPa (10 a 500 psi). Los chorros de agua o corriente de gotículas de agua se pueden proporcionar mediante cualquier dispositivo pulverizador adecuado. Un ejemplo de un dispositivo pulverizador adecuado es el aparato utilizado para entrelazar fibras hidráulicamente. Un ejemplo de un método de hidrocargado adecuado se describe en la patente US-5.496.507 (Angadjivand y col.). Se describen otros métodos de hidrocarga en la patente US-6.824.718 (Eitzman y col.), la patente US-6.743.464 (Insley y col.), la patente US-6.454.986 (Eitzman y col.), la patente US-6.406.657 (Eitzman y col.) y la patente US-6.375.886 (Angadjivand y col.). El hidrocargado de la banda también se puede llevar a cabo usando el método descrito en la patente US-7.765.698 (Sebastian y col.).

Para evaluar el comportamiento de filtración, se han desarrollado una variedad de protocolos de ensayo. Estos ensayos incluyen la medición de la penetración del aerosol de la banda de filtro usando un aerosol de prueba normalizado como el ftalato de dioctilo (DOP), que suele estar presente como porcentaje de penetración del aerosol a través de la banda de filtro (% Pen) y la medición de la caída de presión a través de la banda de filtro (ΔP). A partir de estas dos mediciones, se puede calcular una cantidad denominada Factor de calidad (QF) que tiene la siguiente ecuación:

$$QF = -\ln(\% \text{ Pen}/100)/\Delta P,$$

donde $\ln$ significa el logaritmo natural. Un valor de QF más alto indica mejor comportamiento de filtración, y los valores de QF menores se correlacionan eficazmente con una disminución en el comportamiento de filtración. Los datos de la medición de estos valores se presentan en la sección de Ejemplos. De forma típica, el medio de filtración de la presente descripción ha medido valores QF de 2,9 Pa (0,3 (mm de H₂O)⁻¹) o superiores para una velocidad nominal de 6,9 centímetros por segundo.

Para verificar que un medio de filtro concreto está cargado electrostáticamente, se puede examinar su comportamiento antes y después de exponerlo a una radiación de rayos X ionizante. Como se describe en la bibliografía, por ejemplo, *Air Filtration* de R.C. Brown (Pergamon Press, 1993) y "Application of Cavity Theory to the Discharge of Electrostatic Dust Filters by X-Rays", A. J. WAKER y R. C. BROWN, *Applied Radiation and Isotopes*, Vol. 39, No. 7, págs. 677-684, 1988, si un filtro electrostáticamente cargado se expone a rayos X, la penetración de un aerosol a través del filtro será mayor después de la exposición que antes de la exposición, ya que los iones producidos mediante los rayos X en las cavidades de gas entre las fibras habrán neutralizado parte de la carga eléctrica. De este modo, se puede obtener una gráfica de penetración frente a la exposición acumulativa de rayos X que muestra un crecimiento estacionario hasta un nivel en el que la irradiación deja de producir cambios. En este punto, toda la carga se ha retirado del filtro.

Estas observaciones han conducido a la adopción de otro protocolo de ensayo para caracterizar el comportamiento de filtración, el ensayo de descarga de rayos X. En este protocolo de ensayo, piezas seleccionadas del medio de filtro a estudiar se someten a radiación de rayos X para descargar la banda de electret. Un atributo de este ensayo es que confirma que la banda es un electret. Puesto que se sabe que los rayos X inactivan la carga electret, la exposición de un medio de filtro a rayos X y la medición del comportamiento del filtro antes y después de esta exposición, y posterior comparación de los comportamientos del filtro indican si el medio filtrante es un electret. Si el comportamiento del filtro permanece inalterado tras la exposición a la radiación de rayos X, esto es indicativo de que ninguna carga ha quedado inactivada, y el material no es un electret. Sin embargo, si el comportamiento del filtro disminuye tras la exposición a la radiación de rayos X, esto es indicativo de que el medio de filtro es un electret.

Cuando se lleva a cabo el ensayo, de forma típica, el comportamiento de filtración se mide antes y después de la exposición del medio de filtro a la radiación de rayos x. Se puede calcular un % Índice de penetración según la ecuación siguiente: % Índice de penetración = $(\ln (\% \text{ Penetración DOP inicial}/100) / (\ln (\% \text{ Penetración DOP después de 60 min de exposición de rayos X}/100))) \times 100$, cuando se analiza de acuerdo con el método de ensayo de comportamiento de filtración, como se describe en la sección de Ejemplos siguiente. Para que la banda tenga suficiente carga para usarla como filtro, el % Índice de penetración es, de forma típica, al menos 300 %. A medida que el % Índice de penetración aumenta, el comportamiento de filtración de la banda también aumenta. En algunas realizaciones, el % Índice de penetración es al menos 400 %, 500 %, o 600 %. En realizaciones especialmente deseables, el % Índice de penetración es al menos 750 % u 800 %. En algunas realizaciones, la banda presenta un % Índice de penetración de al menos 1000 %, o al menos un 1250 %.

El Factor de calidad inicial (antes de la exposición a los rayos X) es, de forma típica, al menos 2,9 Pa (0,3 (mm de H₂O)⁻¹), de forma más típica, al menos 3,9 o incluso 4,9 Pa (al menos 0,4 o incluso 0,5 (mm de H₂O)⁻¹) para una velocidad nominal de 6,9 cm/s, analizándose según el método de ensayo de comportamiento de filtración, tal como se describe en la sección de Ejemplos siguiente. En algunas realizaciones, el Factor de calidad inicial es al menos 5,9 o 6,9 Pa (0,6 o 0,7 (mm de H₂O)⁻¹). En otras realizaciones, el Factor de calidad inicial es al menos 7,8, al menos 8,8, al menos 9,8 o incluso superior a 9,8 Pa (al menos 0,8, al menos 0,90, al menos 1,0 o incluso superior a 1,0 (mm de H₂O)⁻¹). El Factor de calidad después de 60 minutos de exposición a rayos X es, de forma típica, inferior al 50 % del Factor de calidad inicial. En algunas realizaciones, el Factor de calidad inicial es al menos 4,9 Pa (0,5 (mm de H₂O)⁻¹) o superior y el Factor de calidad después de 60 minutos de exposición a rayos X es inferior a 1,5 Pa (inferior a 0,15 (mm de H₂O)⁻¹).

La descripción incluye las siguientes realizaciones:

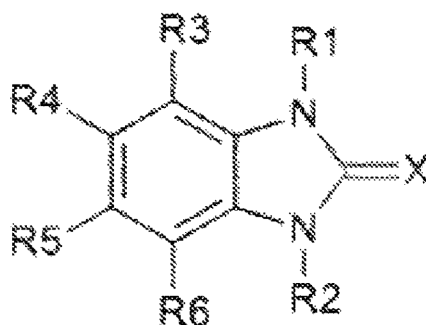
Entre las realizaciones figuran bandas de electret. La primera realización incluye una banda de electret que comprende: una resina termoplástica; y un aditivo potenciador de la carga que comprende una tiourea aromática condensada, un compuesto de urea aromática condensada o una combinación de los mismos.

La realización 2 es la banda de electret de la realización 1, en donde la banda comprende una banda fibrosa no tejida.

La realización 3 es la banda de electret de la realización 1, en donde la banda comprende una película.

La realización 4 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 1 - 3, en donde el compuesto de tiourea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (a):

(a)

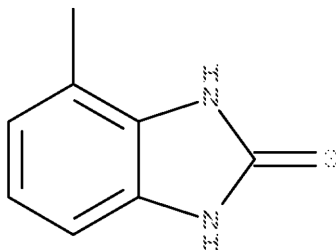


en donde $X=S$, los grupos $R1$ y $R2$ comprenden independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo; los grupos $R3$, $R4$, $R5$ y $R6$ comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido o alcoxi.

La realización 5 es la banda de electret de la realización 4, en donde los grupos $R1$ y $R2$ comprenden átomos de hidrógeno; tres de los grupos $R3$, $R4$, $R5$ y $R6$ comprenden un átomo de hidrógeno, y uno de los grupos $R3$, $R4$, $R5$ y $R6$ comprende un grupo alquilo.

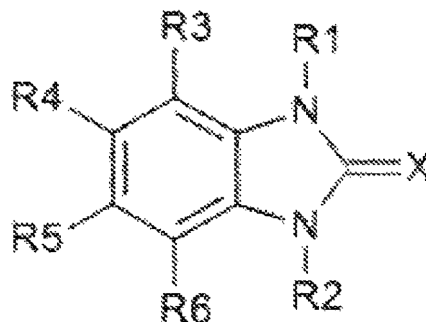
La realización 6 es la banda de electret de la realización 5, en donde el compuesto de tiourea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (c):

(c)



La realización 7 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 1-3, en donde el compuesto de urea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (b):

(b)

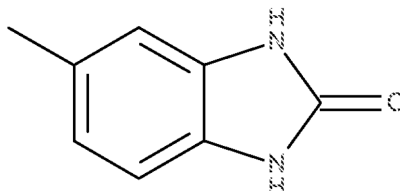


en donde $X=O$, los grupos $R1$ y $R2$ comprenden independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo; los grupos $R3$, $R4$, $R5$ y $R6$ comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido o alcoxi.

La realización 8 es la banda de electret de la realización 7, en donde los grupos R1 y R2 comprenden átomos de hidrógeno; tres de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprenden un átomo de hidrógeno, y uno de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprende un grupo alquilo.

- 5 La realización 9 es la banda de electret de la realización 8, en donde el compuesto de urea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (d):

(d)



- 10 La realización 10 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 1-9, en donde el aditivo potenciador de la carga además comprende al menos un compuesto estabilizador de luz de amina impedida.

La realización 11 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 1-10, en donde la resina termoplástica comprende: poliolefina; cloruro de polivinilo; poliestireno; policarbonato; o poliéster.

- 15 La realización 12 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 1-11, en donde el aditivo o aditivos potenciadores de la carga comprenden 0,02-5,0 % en peso de la banda.

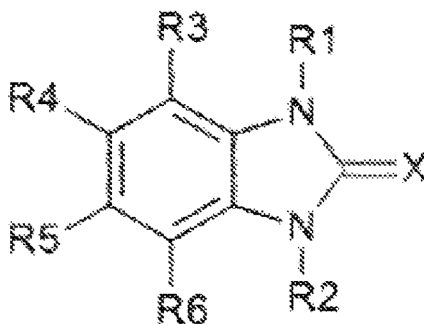
- 20 La realización 13 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 1-12, en donde la banda contiene una carga electrostática, en donde la carga se transmite mediante un tratamiento con corona, hidrocarga, o una combinación de los mismos.

- 25 La realización 14 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 1-13, en donde la banda además comprende al menos un aditivo adicional seleccionado de pigmentos, estabilizadores de la luz, antioxidantes primarios y secundarios, desactivadores de metales, agentes de nucleación, aminas impedidas, fenoles impedidos, sales de metal de ácido graso, triésteres de fosfito, compuestos que contienen fósforo, compuestos que contienen sulfuro, compuestos que contienen flúor y combinaciones de los mismos.

- 30 También se describen medios de filtro de electret. La realización 15 es un medio de filtro de electret que comprende: una banda que comprende: una resina termoplástica; y un aditivo potenciador de la carga que comprende una tiourea aromática condensada, un compuesto de urea aromática condensada o una combinación de los mismos.

- 35 La realización 16 es el medio de filtro de electret de la realización 15, en donde el compuesto de tiourea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (a):

(a)

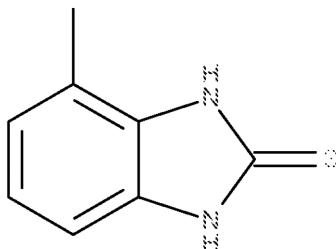


- 40 en donde X=S, los grupos R1 y R2 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo; los grupos R3, R4, R5 y R6 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido o alcoxi.

La realización 17 es el medio de filtro de electret de la realización 16, en donde los grupos R1 y R2 comprenden átomos de hidrógeno; tres de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprenden un átomo de hidrógeno, y uno de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprende un grupo alquilo.

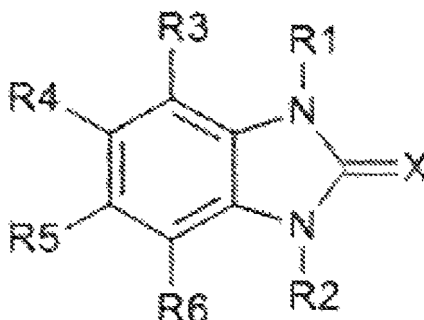
- 5 La realización 18 es el medio de filtro de electret de la realización 17, en donde el compuesto de tiourea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (c):

(c)



- 10 La realización 19 es el medio de filtro de electret de la realización 15, en donde el compuesto de urea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (b):

(b)



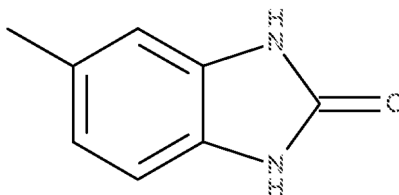
- 15 en donde X=O, los grupos R1 y R2 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo; los grupos R3, R4, R5 y R6 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido o alcoxi.

- 20 La realización 20 es el medio de filtro de electret de la realización 19, en donde los grupos R1 y R2 comprenden átomos de hidrógeno; tres de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprenden un átomo de hidrógeno, y uno de los grupos R3, R4, R5 y R6 comprende un grupo alquilo.

La realización 21 es el medio de filtro de electret de la realización 20, en donde el compuesto de urea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (d):

25

(d)



La realización 22 es el medio de filtro de electret de cualquiera de las realizaciones 15-21, en donde el aditivo potenciador de la carga además comprende al menos un compuesto estabilizador de luz de amina impedida.

30

La realización 23 es el medio de filtro de electret de cualquiera de las realizaciones 15-22, en donde la resina termoplástica comprende: poliolefina; cloruro de polivinilo; poliestireno; policarbonato; o poliéster.

La realización 24 es el medio de filtro de electret de cualquiera de las realizaciones 15-23, en donde el aditivo potenciador de la carga comprende 0,02-5,0 % en peso de la banda.

La realización 25 es el medio de filtro de electret de cualquiera de las realizaciones 15-24, en donde la banda contiene una carga electrostática, en donde la carga se transmite mediante un tratamiento con corona, hidrocarga, o una combinación de los mismos.

La realización 26 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 15-25, en donde la banda además comprende al menos un aditivo adicional seleccionado de pigmentos, estabilizadores de la luz, antioxidantes primarios y secundarios, desactivadores de metales, agentes de nucleación, aminas impedidas, fenoles impedidos, sales de metal de ácido graso, triésteres de fosfito, compuestos que contienen fósforo, compuestos que contienen sulfuro, compuestos que contienen flúor y combinaciones de los mismos.

La realización 27 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 15-26, en donde el medio de filtro tiene un % Índice de penetración de al menos 300 % a una velocidad nominal de 6,9 centímetros por segundo cuando se analiza según el ensayo de descarga de rayos X.

La realización 28 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 15-27, en donde el medio de filtro tiene un Factor de calidad inicial de al menos 2,9 Pa ($0,3 \text{ (mm de H}_2\text{O)}^{-1}$) a una velocidad nominal de 6,9 centímetros por segundo, y después de una exposición a rayos X durante 60 minutos, un Factor de calidad inferior a 50 % del Factor de calidad inicial, cuando se analiza según el ensayo de descarga de rayos X.

La realización 29 es la banda de electret de cualquiera de las realizaciones 15-28, en donde el medio de filtro conserva al menos 85 % del comportamiento de filtración medido según el Factor de calidad después de envejecimiento durante 72 horas a 71 °C.

Ejemplos

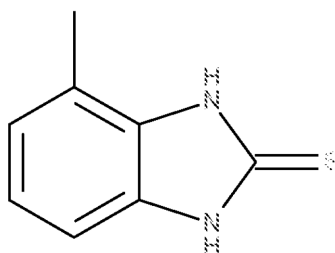
Estos ejemplos son meramente para fines ilustrativos, y no está previsto que sean limitantes del alcance de las reivindicaciones adjuntas. Todas las partes, proporciones, relaciones, etc. en los ejemplos y en el resto de la memoria descriptiva son en peso salvo que se indique lo contrario. Como se utiliza en la presente memoria: ml = mililitros; mol = moles; DI = des-ionizado; N = Normal; L = litros; kg = kilogramo, g = gramo, cm = centímetros; pulg. = pulgadas; hr = hora; m² = metros cuadrados; lb = libras; mm = milímetros; kPa = kilopascales; Pa = Pascales; mg = miligramos; s = segundos; m³ = metros cúbicos.

Tabla de abreviaturas

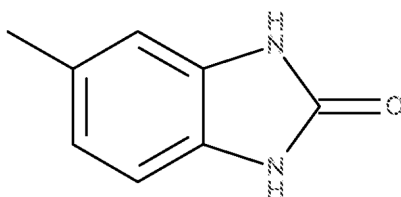
Abreviatura o designación comercial	Descripción
Aditivo de carga-1; CA-1	MTI, 2 mercaptotoluimidazol, CAS 64588-63-2, comercializado por RT Vanderbilt, Norwalk, CT.
Aditivo de carga-2; CA-2	Ver ejemplo síntesis S1
Aditivo de carga-3; CA-3	El estabilizador de luz de amina impedida CAS 71878-19-8, comercializado como "CHIMASSORB 944" por BASF,
PP-1	Polipropileno, PP-650W, comercializado por LyondellBasell Industries, Houston, TX
PP-2	Polipropileno, Total 3865, comercializado por Total Petrochemicals USA Inc., Houston, TX
PP-3	Polipropileno, Achieve 1605, comercializado por ExxonMobil Chemical Company., Houston, TX, USA
PP-4	Polipropileno, Total 3860, comercializado por Total Petrochemicals USA Inc., Houston, TX

Ejemplos de aditivos

Los aditivos de carga que se han estudiado son MTI (aditivo de carga-1), mostrado en la siguiente Fórmula 2, y el aditivo de carga-2, mostrado en la siguiente Fórmula 3. MTI es comercializado por RT Vanderbilt y el aditivo de carga-2 se sintetizó tal como se describe a continuación en el Ejemplo de síntesis S1. El aditivo de carga-3 es comercializado por BASF como "CHIMASSORB 944", un estabilizador de luz de amina impedida (HALS).



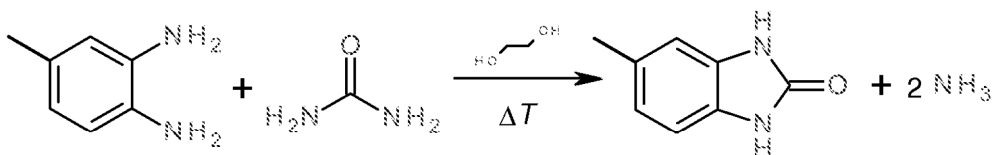
Fórmula 2



Fórmula 3

Ejemplo de síntesis S1: Síntesis del aditivo de carga-2:

- 5 El aditivo de carga-2 se sintetizó mediante condensación de urea con 3,4-diaminotolueno según el Esquema 1.



Esquema 1

- 10 Se sometió a reflujo una muestra de 150 gramos de 1,3-diaminotolueno (1,23 moles), 74 gramos de urea (1,23 mol) y 400 ml de etilenglicol a 150 °C en nitrógeno durante 8 horas. La mezcla se dejó enfriar y se vertió en 2000 ml de agua DI, y se dejó reposar durante la noche. El precipitado se filtró por vacío y se lavó sucesivamente con 1 L de 0,1 N HCl, 1 L de agua DI y 1 L de agua/metanol DI 90/10. El rendimiento fue de 60 %. Las NMR de protones del material y los productos de inicio diamino fueron consistentes con la estructura de la Fórmula 3.

15 Ejemplos 1-44 y ejemplos comparativos C1-C15

Para cada uno de los ejemplos y ejemplos comparativos se siguieron los procedimientos descritos a continuación. Los datos de estos ejemplos se presentan en las Tablas 2-3.

20 Preparación de la muestra de no tejido*Etapa A - Preparación de bandas no tejidas de microfibra (fusión-soplado):*

- 25 Para cada ejemplo, uno de los aditivos de carga anteriormente descritos se seleccionó y mezcló en seco con una de las cuatro calidades de polipropileno a la concentración mostrada en la Tabla 1, y la mezcla se extruyó tal como se describe en Van A. Went, "Superfine Thermoplastic Fibers," Industrial Engineering Chemistry, vol. 48, págs. 1342-1346. La temperatura de extrusión estaba comprendida entre aproximadamente 250 °C – 300 °C y el extrusor fue un extrusor de tornillo doble crónico BRABENDER (comercializado por Brabender Instruments, Inc.) funcionando a una velocidad de aproximadamente 2,5 a 3 kg/h (5-7 lb/h). La matriz tenía 25,4 cm (10 pulgadas)
- 30 de ancho y 10 orificios por centímetro (25 orificios por pulgada). Las bandas de fusión-soplado se formaron con un gramaje de aproximadamente 50-60 g/m², un diámetro efectivo de fibra de aproximadamente 6,5 - 9,5 micrómetros y un espesor de aproximadamente 0,75 - 2 milímetros.

Etapa B - Preparación de bandas no tejidas de microfibra (ligado por hilado):

Se produjo una banda de material no tejido monocapa monocomponente a partir de diferentes resinas de PP con aditivos fundidos usando el proceso descrito en la publicación de patente US 2008/0038976. El cabezal de extrusión tenía orificios con un diámetro de 0,35 mm, con una relación L/D (longitud/diámetro) 4:1, configurados en un patrón con una densidad lineal de aproximadamente 900 orificios por metro. Los orificios estaban separados formando triángulos isósceles adyacentes con una base alineada 90 grados con respecto a la dirección de desplazamiento de la cinta de recogida de 14 mm y una altura de 9,5 mm, con los orificios dispuestos en los vértices. Se usaron 13 filas de orificios. El caudal de polímero de PP fundido fue de aproximadamente 1,99 gramos por orificio por minuto, con una temperatura de extrusión de aproximadamente 210 a 260 °C.

Se suministraron dos corrientes de aire de desactivación desde unas cajas de desactivación con una altura de 41 cm, a una velocidad nominal aproximada de 0,8 m/seg y a una temperatura ligeramente enfriada con respecto a la temperatura ambiente. Se utilizó un atenuador de pared móvil similar al mostrado en las patentes US 6.607.624 y 6.916.752, usando un espacio de cuchillo de aire de 0,51 mm, aire suministrado al cuchillo de aire a una presión de 117 kPa, una anchura de espacio superior de atenuador de 7,1 mm, una anchura de espacio inferior de atenuador de 7,1 mm y una longitud de cámara de atenuación de 15 cm. La distancia del cabezal de extrusión al atenuador era aproximadamente 61 cm y la distancia de la parte inferior del atenuador a la cinta de recogida era aproximadamente 66 cm. El filamento fundido-hilado producido se depositó en la cinta de recogida con una anchura de aproximadamente 53 cm, con un vacío debajo de la cinta de recogida de aproximadamente 650 Pa. La cinta de recogida era un modelo 9 SS TC, de Albany International Corp. (Rochester, NH), y se movía a una velocidad determinada ("velocidad de conformación").

La masa (banda) de filamentos no tejidos fundidos-hilados recogidos pasó a continuación debajo de un dispositivo de ligado por calentamiento controlado para ligar de forma autógena parte de los filamentos. Se suministró aire a través del dispositivo de ligado, que tenía una ranura de salida de 7,6 cm por 71 cm. La salida de aire estaba aproximadamente a 2,5 cm de la banda recogida cuando la banda pasaba debajo del dispositivo de ligado. La temperatura y la velocidad del aire que pasa a través de la ranura se controlaron mediante el dispositivo de calentamiento. La temperatura se midió en el punto de entrada para el aire calentado en la carcasa del dispositivo de ligado. Se hizo pasar aire a temperatura ambiente a través de la banda una vez la banda pasó debajo del dispositivo de ligado para enfriar la banda aproximadamente a temperatura ambiente.

La banda no tejida resultante se ligó con una integridad suficiente para ser autoportante y poder ser manipulada usando procesos y equipos estándar, tal como para enrollarse en un rollo de almacenamiento o para quedar sujeta a diversas operaciones, tales como su montaje en un dispositivo de filtración. Las bandas se recogieron con cierto gramaje producido mediante la variación de la velocidad de la cinta de recogida. Se produjeron diversas bandas diferentes, tal como se describe en la Tabla 1.

Etapa C - Preparación del artículo electret:

Cada una de las bandas de fusión-soplado preparadas en la etapa A (Ejemplos 1-23 y Ejemplos comparativos C1-C6) o cada una de las bandas de ligado por hilado preparadas en la etapa B anterior (Ejemplos 24-44 y Ejemplos comparativos C7-C15) se cargaron mediante uno de los tres métodos de carga de electret: hidrocarga, carga corona o pretratamiento con corona e hidrocarga. La Tabla 1 resume el método de carga específico aplicado a cada una de las muestras.

Método de carga 1 - Carga corona:

Las bandas de fusión-soplado seleccionadas preparadas anteriormente se cargaron mediante una descarga corona CC. La carga corona se llevó a cabo haciendo pasar la banda sobre una superficie conectada a tierra bajo una fuente de corona en cepillo, con una corriente corona de aproximadamente 0,01 miliamperios por centímetro de longitud de fuente de descarga, a una velocidad de aproximadamente 3 centímetros por segundo. La fuente corona se encuentra aproximadamente 3,5 cm por encima de la superficie conectada a tierra sobre la que se arrastra la banda. La fuente corona estaba alimentada con una tensión CC positiva.

Método de carga 2 - Hidrocarga:

Una pulverización fina de agua de alta pureza con una conductividad inferior a 5 microS/cm se generó continuamente desde una boquilla funcionando a una presión de 896 Kpa (130 psig) y a un caudal de aproximadamente 1,4 decímetros cúbicos/minuto (1,4 litros/minuto). Las bandas de fusión-soplado seleccionadas preparadas en la Etapa A se transportaron mediante una cinta porosa a través de la pulverización con agua a una velocidad de aproximadamente 10 centímetros/segundo, mientras que un vacío extraía simultáneamente el agua de la banda por la parte inferior. Cada banda de fusión-soplado pasó dos veces por el hidrocargador (secuencialmente una vez por cada lado) y a continuación se dejó secar por completo durante la noche antes del ensayo del filtro.

Método de carga 3 - Pretratamiento con corona e hidrocarra:

Las bandas de fusión-soplado seleccionadas preparadas en la Etapa A anterior se pretrataron mediante una descarga corona CC como se describe en el Método de carga 1 y posteriormente se cargaron mediante hidrocarra como se describe en el Método de carga 2.

Del mismo modo, para cada Ejemplo comparativo, se preparó una banda de fusión-soplado a partir de polipropileno de la misma calidad que el polietileno de las bandas de los correspondientes ejemplos, pero sin añadir aditivo de carga. La Tabla 1 resume las características específicas de la banda para cada uno de los ejemplos.

Métodos de ensayo*Método de ensayo de comportamiento de filtración. Bandas de microfibras de fusión-soplado no tejidas*

Las muestras se analizaron para analizar la penetración de aerosol (%Pen) en %DOP y % NaCl y la caída de presión (ΔP), y se calculó el factor de calidad (QF). El comportamiento de filtración (% Pen y QF) de las bandas de microfibras no tejidas se evaluó usando un analizador de filtro automatizado AFT Modelo 8127 (comercializado por TSI, Inc., St. Paul, MN) usando diociltalato (DOP) o cloruro de sodio (NaCl) como aerosol de prueba y un transductor para medir presiones MKS que medía la caída de presión (ΔP (Pa (mm de H₂O))) a través del filtro. El aerosol DOP tenía nominalmente un diámetro promedio en masa (MMD) de 0,33 micrómetros, monodisperso, con una concentración corriente arriba de 50-200 mg/m³ y una diana de 100 mg/m³. La MMD del aerosol de NaCl es de 0,26 con una concentración corriente arriba de 12-20 mg/m³ y una diana de 15 mg/m³. El aerosol se hizo pasar a través de una muestra de medio de filtro con un caudal calibrado de 42,5 decímetros cúbicos/minuto (42,5 litros/minuto) (velocidad nominal de 6,9 cm/s) o 85 decímetros cúbicos/minuto (85 litros/minuto) (velocidad nominal de 13,8 cm/s) con el ionizador del aerosol apagado para los aerosoles de DOP y encendido para los aerosoles de NaCl. El tiempo de ensayo total fue de 23 segundos (tiempo de subida de 15 segundos, tiempo de muestreo de 4 segundos, y tiempo de purga de 4 segundos). La concentración de los aerosoles de DOP y NaCl se midió mediante dispersión de luz, tanto corriente arriba como corriente abajo del medio de filtración, usando fotómetros calibrados. El %DOP % Pen se define como: % Pen = 100×(concentración DOP corriente abajo/concentración DOP corriente arriba) y de la misma manera en el caso de NaCl. Para cada material, se realizaron 6 mediciones independientes en diferentes puntos de la banda de fusión-soplado y los resultados se promediaron.

Los valores de % Pen y ΔP se utilizaron para calcular un QF mediante la siguiente fórmula:

$$QF = - \ln(\% \text{ Pen}/100) / \Delta P,$$

donde ln significa el logaritmo natural. Un valor de QF más alto indica mejor comportamiento de filtración, y los valores de QF menores se correlacionan eficazmente con una disminución en el comportamiento de filtración. El factor de calidad de las bandas generadas sin exposición a otros entornos se suele designar de forma típica como "Q₀", el Factor de calidad inicial.

Comportamiento de envejecimiento acelerado

Para determinar la estabilidad del comportamiento de filtración, el envejecimiento acelerado se analizó comparando el factor de calidad inicial de las bandas de fusión-soplado cargadas con su correspondiente factor de calidad después del almacenamiento a diferentes temperaturas durante diferentes periodos de tiempo.

En un ensayo, las bandas se almacenaron durante 72 horas a 71 °C en aire. Este factor de calidad después de envejecimiento en esta condición se suele designar de forma típica como "Q₃". La retención del comportamiento se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Retención } (Q_3) = (Q_3 \text{ (después del envejecimiento durante 72 horas a 71 °C)} / Q_0 \text{ (inicial)}) \times 100 \%$$

Tabla 1: Bandas de fusión-soplado y ligado por hilado

Ejemplo	Resina	Aditivo	Cantidad de aditivo (% en peso)	Gramaje	Solidez (%)	Ef. Diam. fibras (μm)	Método de carga
				(g/m ²)			
C1	PP-1	Ninguno	ninguno	52	6,5	8,5	1
E1	PP-1	CA-1	0,2	55	5,8	8	1
E2	PP-1	CA-1	0,5	55	6	8,3	1
E3	PP-1	CA-1	0,8	52	7,2	8,5	1
E4	PP-1	CA-1/CA-3	0,5/1,0	56	6,4	8,1	1
C2	PP-1	Ninguno	0,0	52	6,5	8,5	1
E5	PP-1	CA-1	0,2	55	5,8	8	1

ES 2 674 802 T3

E6	PP-1	CA-1	0,5	55	6	8,3	1
E7	PP-1	CA-1	0,8	52	7,2	8,5	1
E8	PP-1	CA-1/CA-3	0,5/1,0	56	6,4	8,1	1
C3	PP-1	Ninguno	0,0	52	6,5	8,5	3
E9	PP-1	CA-1	0,2	55	5,8	8	3
E10	PP-1	CA-1	0,5	55	6	8,3	3
E11	PP-1	CA-1	0,8	52	7,2	8,5	3
E12	PP-1	CA-1/CA-3	0,5/1,0	56	6,4	8,1	3
C4	PP-1	ninguno	0,0	56	6,4	8,1	1
E13	PP-1	CA-2	0,2	54	6,2	8	1
E14	PP-1	CA-2	0,5	52	5,9	7,8	1
E15	PP-1	CA-2	1,0	55	7	9,6	1
E16	PP-1	CA-2/CA-3	0,2/1,0	51	7,1	9,3	1
C5	PP-1	Ninguno	0,0	56	6,4	8,1	1
E17	PP-1	CA-2	0,2	54	6,2	8	1
E18	PP-1	CA-2	0,5	52	5,9	7,8	1
E19	PP-1	CA-2	1,0	55	7	9,6	1
E20	PP-1	CA-2/CA-3	0,2/1,0	51	7,1	9,3	1
C6	PP-1	Ninguno	0,0	58	5,8	7,6	2
E21	PP-1	CA-2	0,2	54	6,2	8	2
E22	PP-1	CA-2	0,5	52	5,9	7,8	2
E23	PP-1	CA-2	1,0	55	7	9,6	2
C7	PP-2	Ninguno	0	63,7	10,8	16,9	1
E24	PP-2	CA-2	0,2	64,4	10,1	16,8	1
E25	PP-2	CA-2	0,5	64,4	10,7	16,9	1
C8	PP-2	Ninguno	0	63,7	10,8	16,9	2
E26	PP-2	CA-2	0,2	64,4	10,1	16,8	2
E27	PP-2	CA-2	0,5	64,4	10,7	16,9	2
C9	PP-2	Ninguno	0	63,7	10,8	16,9	3
E28	PP-2	CA-2	0,2	64,4	10,1	16,8	3
E29	PP-2	CA-2	0,5	64,4	10,7	16,9	3
C10	PP-3	Ninguno	0	63,7	13,1	19,4	1
E30	PP-3	CA-2	0,2	65,2	9,7	16,8	1
E31	PP-3	CA-3	0,8	63,7	13,8	18,1	1
E32	PP-3	CA-2/CA-3	0,2/0,8	65,9	14,2	21,1	1
C11	PP-3	Ninguno	0	63,7	13,1	19,4	2
E33	PP-3	CA-2	0,2	65,2	9,7	16,8	2
E34	PP-3	CA-3	0,8	63,7	13,8	18,1	2
E35	PP-3	CA-2/CA-3	0,2/0,8	65,9	14,2	21,1	2
C12	PP-3	Ninguno	0	63,7	13,1	19,4	3
E36	PP-3	CA-2	0,2	65,2	9,7	16,8	3
E37	PP-3	CA-3	0,8	63,7	13,8	18,1	3
E38	PP-3	CA-2/CA-3	0,2/0,8	65,9	14,2	21,1	3
C13	PP-4	Ninguno	0	65,2	12,3	17,8	1
E39	PP-4	CA-3	0,8	65,2	12,3	17,5	1
E40	PP-4	CA-1/CA-3	0,2/0,8	65,9	12,7	17,6	1
C14	PP-4	Ninguno	0	65,2	12,3	17,8	2
E41	PP-4	CA-3	0,8	65,2	12,3	17,5	2
E42	PP-4	CA-1/CA-3	0,2/0,8	65,9	12,7	17,6	2
C15	PP-4	Ninguno	0	65,2	12,3	17,8	3
E43	PP-4	CA-3	0,8	65,2	12,3	17,5	3
E44	PP-4	CA-1/CA-3	0,2/0,8	65,9	12,7	17,6	3

ES 2 674 802 T3

Tabla 2: Datos factor de calidad de bandas de fusión-soplado y ligado por hilado

Ejemplo	Método de ensayo	Caudal	%Pen Inicial	ΔP inicial	Q ₀	%Pen envejecido	ΔP envejecido	Q ₃	% Retención Q ₃ /Q ₀
		decímetros cúbicos/minuto (litros/minuto)		(Pa (1/mmH ₂ O))			(Pa (1/mmH ₂ O))		
C1	DOP	42,5 (42,5)	30,18	22 (2,24)	0,53	45,14	16,7 (1,7)	0,47	87
E1	DOP	42,5 (42,5)	18,20	22,6 (2,30)	0,74	30,5	20,6 (2,1)	0,57	76
E2	DOP	42,5 (42,5)	21,80	19,7 (2,01)	0,76	34,4	17,7 (1,8)	0,59	78
E3	DOP	42,5 (42,5)	23,30	20,6 (2,10)	0,69	38,7	19,6 (2)	0,47	68
E4	DOP	42,5 (42,5)	24,50	17,7 (1,80)	0,78	39,6	14,7 (1,5)	0,62	79
C2	NaCl	42,5 (42,5)	18,90	21 (2,14)	0,78	32,88	16,9 (1,72)	0,65	83
E5	NaCl	42,5 (42,5)	8,00	22,6 (2,30)	1,10	16,2	19,6 (2)	0,91	83
E6	NaCl	42,5 (42,5)	12,70	18,6 (1,90)	1,09	19,5	17,7 (1,8)	0,91	84
E7	NaCl	42,5 (42,5)	14,80	18,6 (1,90)	1,01	27	18,6 (1,9)	0,69	69
E8	NaCl	42,5 (42,5)	12,00	16,7 (1,70)	1,25	27,1	14,7 (1,5)	0,87	70
C3	DOP	42,5 (42,5)	15,38	21,6 (2,20)	0,85	21,16	18,2 (1,86)	0,83	98
E9	DOP	42,5 (42,5)	12,50	20 (2,04)	1,02	16	19,2 (1,96)	0,93	92
E10	DOP	42,5 (42,5)	18,20	17,8 (1,82)	0,94	25,6	15,7 (1,6)	0,85	91
E11	DOP	42,5 (42,5)	21,90	17,1 (1,74)	0,87	26,4	17,1 (1,74)	0,77	88
E12	DOP	42,5 (42,5)	6,90	17,3 (1,76)	1,52	11,4	15,5 (1,58)	1,37	90
C4	DOP	42,5 (42,5)	30,18	22 (2,24)	0,53	45,14	16,7 (1,7)	0,47	87
E13	DOP	42,5 (42,5)	23,4	22,6 (2,3)	0,63	28,4	19,6 (2)	0,63	100
E14	DOP	42,5 (42,5)	22,2	20,6 (2,1)	0,72	29	18,6 (1,9)	0,65	91
E15	DOP	42,5 (42,5)	29,1	17,7 (1,8)	0,69	50,1	15,7 (1,6)	0,43	63
E16	DOP	42,5 (42,5)	23,1	17,7 (1,8)	0,81	29	16,7 (1,7)	0,73	89
C5	NaCl	42,5 (42,5)	18,9	21 (2,14)	0,78	32,88	16,9 (1,72)	0,65	83
E17	NaCl	42,5 (42,5)	7	23,5 (2,4)	1,11	15	20,6 (2,1)	0,90	82
E18	NaCl	42,5 (42,5)	9	19,6 (2)	1,20	14,9	18,6 (1,9)	1,00	83
E19	NaCl	42,5 (42,5)	15,2	17,7 (1,8)	1,05	31,2	15,7 (1,6)	0,73	70
E20	NaCl	42,5 (42,5)	10,7	18,6 (1,9)	1,18	16,6	17,7 (1,8)	1,00	85
C6	NaCl	42,5 (42,5)	3,14	28,6 (2,92)	1,19	5,89	24,3 (2,48)	1,14	96
E21	NaCl	42,5 (42,5)	5,53	22,2 (2,26)	1,28	6,73	18,4 (1,88)	1,44	112
E22	NaCl	42,5 (42,5)	6,3	18,8 (1,92)	1,44	6,91	16,9 (1,72)	1,55	108
E23	NaCl	42,5 (42,5)	6,51	17,3 (1,76)	1,55	7,4	15,5 (1,58)	1,65	106
C7	DOP	85 (85)	40,8	29,2 (2,98)	0,3	55,45	27,6 (2,81)	0,21	70
E24	DOP	85 (85)	32,7	28,1 (2,87)	0,39	39,15	26,5 (2,7)	0,35	90
E25	DOP	85 (85)	31,98	28,5 (2,91)	0,39	38,62	26,5 (2,7)	0,35	90
C8	DOP	85 (85)	59,8	29,7 (3,03)	0,17	65,72	26,8 (2,73)	0,15	88
E26	DOP	85 (85)	18,7	27,2 (2,77)	0,61	22,03	26,2 (2,67)	0,57	93
E27	DOP	85 (85)	18,62	28,7 (2,93)	0,57	25,07	25,2 (2,57)	0,54	95
C9	DOP	85 (85)	28,87	27,7 (2,82)	0,44	33,35	25,8 (2,63)	0,42	95
E28	DOP	85 (85)	18,68	27,1 (2,76)	0,61	20,43	25,3 (2,58)	0,62	102
E29	DOP	85 (85)	21,98	27 (2,75)	0,55	22,88	25,2 (2,57)	0,57	104
C10	DOP	85 (85)	62,82	12,3 (1,25)	0,37	70,13	11,8 (1,2)	0,3	81
E30	DOP	85 (85)	33	27,6 (2,81)	0,39	41,02	24,8 (2,53)	0,35	90
E31	DOP	85 (85)	57,25	14,2 (1,45)	0,39	60,35	13,4 (1,37)	0,37	95
E32	DOP	85 (85)	61,55	10,5 (1,07)	0,45	69,38	8,8 (0,9)	0,41	91
C11	DOP	85 (85)	88,92	12,1 (1,23)	0,1	90,42	11,1 (1,13)	0,09	90
E33	DOP	85 (85)	17,52	27,1 (2,76)	0,63	20,52	24,3 (2,48)	0,64	102
E34	DOP	85 (85)	38,23	13,5 (1,38)	0,7	41,72	13,7 (1,4)	0,62	89
E35	DOP	85 (85)	41,83	9,6 (0,98)	0,89	48,83	9,8 (1)	0,72	81
C12	DOP	85 (85)	50,13	12,5 (1,27)	0,54	55,5	11,8 (1,2)	0,49	91
E36	DOP	85 (85)	24,5	25,2 (2,57)	0,55	25,1	23 (2,35)	0,59	107
E37	DOP	85 (85)	44,55	13,9 (1,42)	0,57	49,37	13,7 (1,4)	0,5	88
E38	DOP	85 (85)	48,76	9,6 (0,98)	0,74	54,58	8,8 (0,9)	0,67	91

ES 2 674 802 T3

C13	DOP	85 (85)	72	15,2 (1,55)	0,21	77,97	13,7 (1,4)	0,18	84
E39	DOP	85 (85)	53,15	12,6 (1,28)	0,49	64,43	12 (1,22)	0,36	73
E40	DOP	85 (85)	63,63	11,5 (1,17)	0,39	70,7	10,3 (1,05)	0,33	85
C14	DOP	85 (85)	81,08	15,4 (1,57)	0,13	84,87	12,6 (1,28)	0,13	96
E41	DOP	85 (85)	36,1	13,2 (1,35)	0,75	47,82	10,8 (1,1)	0,67	89
E42	DOP	85 (85)	35,12	12 (1,22)	0,86	46,83	10,6 (1,08)	0,70	82
C15	DOP	85 (85)	55,83	15,2 (1,55)	0,38	69,92	14,7 (1,5)	0,24	63
E43	DOP	85 (85)	43,17	13,9 (1,42)	0,59	54,8	12,7 (1,3)	0,46	78
E44	DOP	85 (85)	41,88	13,7 (1,4)	0,62	52,45	10,8 (1,1)	0,59	94

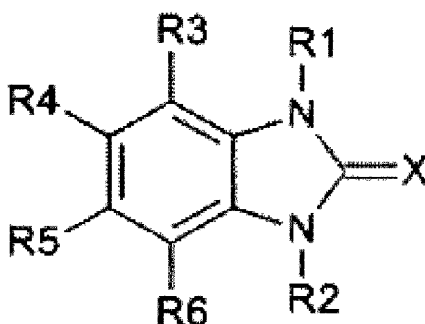
REIVINDICACIONES

1. Una banda de electret que comprende:

una resina termoplástica; y
un aditivo potenciador de la carga que comprende una tiourea aromática condensada, un compuesto de urea aromática condensada, o una combinación de los mismos.

2. La banda de electret de la reivindicación 1, en donde el compuesto de tiourea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (a):

(a)

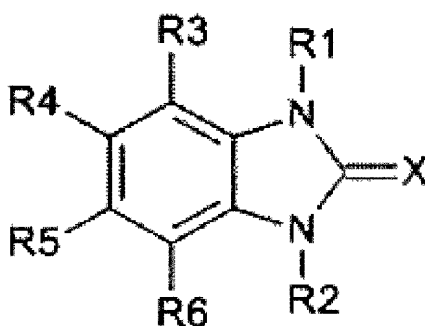


en donde X=S, los grupos R1 y R2 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, o un grupo alquilo;

los grupos R3, R4, R5, y R6 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido, o alcoxi.

3. La banda de electret de la reivindicación 1, en donde el compuesto de urea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (b):

(b)



en donde X=O, los grupos R1 y R2 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, o un grupo alquilo;

los grupos R3, R4, R5, y R6 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido, o alcoxi.

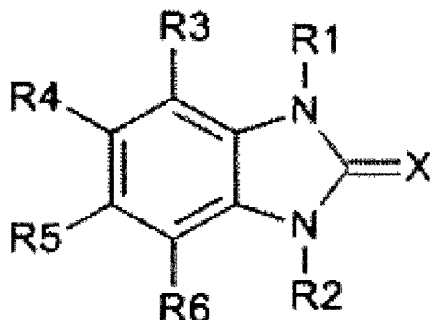
4. Un medio de filtro de electret que comprende:

una banda que comprende:

una resina termoplástica; y
un aditivo potenciador de la carga que comprende una tiourea aromática condensada, un compuesto de urea aromática condensada, o una combinación de los mismos.

5. El medio de filtro de electret de la reivindicación 4, en donde el compuesto de tiourea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (a):

(a)

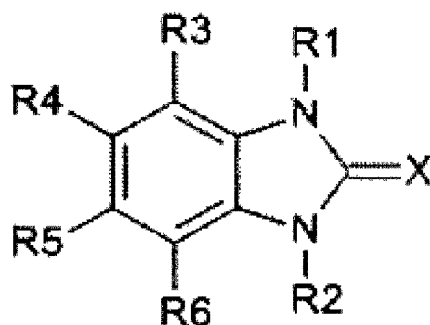


5 en donde X=S, los grupos R1 y R2 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, o un grupo alquilo;
los grupos R3, R4, R5, y R6 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido, o alcoxi.

10 6. El medio de filtro de electret de la reivindicación 5, en donde los grupos R1 y R2 comprenden átomos de hidrógeno;
tres de los grupos R3, R4, R5, y R6 comprenden un átomo de hidrógeno, y uno de los grupos R3, R4, R5, y R6 comprende un grupo alquilo.

15 7. El medio de filtro de electret de la reivindicación 4, en donde el compuesto de urea aromática condensada comprende un compuesto con la estructura (b):

(b)



20 en donde X=O, los grupos R1 y R2 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, o un grupo alquilo;
los grupos R3, R4, R5, y R6 comprenden independientemente un átomo de hidrógeno, un alquilo, un arilo, un heteroalquilo, un alquilo sustituido, arilo sustituido o, alcoxi.

25 8. El medio de filtro de electret de la reivindicación 7, en donde los grupos R1 y R2 comprenden átomos de hidrógeno;
tres de los grupos R3, R4, R5, y R6 comprenden un átomos de hidrógeno, y uno de los grupos R3, R4, R5, y R6 comprende un grupo alquilo.

30 9. El medio de filtro de electret de la reivindicación 4, en donde el aditivo potenciador de la carga además comprende al menos un compuesto estabilizador de luz de amina impedida.

35 10. El medio de filtro de electret de la reivindicación 4, en donde el aditivo o aditivos potenciadores de la carga comprenden 0,02-5,0 % en peso de la banda.