

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 010 516**

51 Int. Cl.:

**D04H 1/4234** (2012.01)  
**B01D 39/10** (2006.01)  
**B01D 39/12** (2006.01)  
**B01D 39/20** (2006.01)  
**B22F 3/00** (2011.01)  
**H01M 4/04** (2006.01)  
**H01M 4/80** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.05.2022** **PCT/EP2022/062655**  
87 Fecha y número de publicación internacional: **17.11.2022** **WO22238413**  
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.05.2022** **E 22728541 (8)**  
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.01.2025** **EP 4281608**

54 Título: **Red de fibras metálicas y método de ensamblaje de una red de fibras**

30 Prioridad:

**11.05.2021 WO PCT/EP2021/062435**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la  
traducción de la patente:  
**03.04.2025**

73 Titular/es:

**MAX-PLANCK-GESELLSCHAFT ZUR  
FÖRDERUNG DER WISSENSCHAFTEN E.V.  
(100.00%)  
Hofgartenstraße 8  
80539 München, DE**

72 Inventor/es:

**HACKNER, MAXIMILIAN y  
SPATZ, JOACHIM**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 3 010 516 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

Red de fibras metálicas y método de ensamblaje de una red de fibras

- 5 La invención se refiere a un método de ensamblaje de una red de fibras que comprende una pluralidad de fibras metálicas, así como a una red de fibras metálicas.

Las redes de fibras se utilizan hoy en día para una gran variedad de aplicaciones que van, por ejemplo, desde filtros a baterías.

- 10 Convencionalmente, la filtración de gases tales como el aire o los líquidos se basa en mallas o espumas de fibras metálicas. Dichas mallas o espumas forman parte hoy en día de una gran variedad de dispositivos, que van desde filtros de aceite en aplicaciones de automoción hasta sistemas de limpieza de fluidos o gases como el aire.

- 15 Convencionalmente, los filtros conocidos suelen basarse en fibras metálicas que tienen una sección transversal circular (p. ej., los filtros de aceite) o en espumas a base de carbono (p. ej., los filtros HEPA). Los filtros fabricados con fibras metálicas de sección transversal circular se caracterizan por que dichas fibras tienen una elevada estabilidad mecánica a la vez que tienen una pequeña relación superficie/volumen. Sin embargo, estos filtros suelen tener un peso bastante elevado, ya que se necesita una gran cantidad de fibras. Los filtros fabricados con espumas de carbono, por otra parte, son en su mayoría bastante frágiles a la vez que ligeros y tienen una superficie interior bastante grande. Asimismo, se observa que la capacidad de filtración de tales filtros conocidos convencionalmente no es ideal.

- 25 En otro campo de aplicación, las redes de fibras metálicas también pueden mejorar el rendimiento de las baterías secundarias cuando se usan como electrodos secundarios. Tales redes de fibras metálicas pueden contribuir también al rendimiento en materiales catalíticos en aplicaciones electroquímicas tales como en pilas de combustible e hidrólisis, o como componente en materiales de apantallamiento electromagnético, como filtros, en compuestos poliméricos o como material de tejido y material híbrido de tejido que también puede incluir como aditivos, por ejemplo, algodón, seda o lana.

- 30 Por su gran variedad de campos de aplicación, la necesidad de poder fabricar redes de fibra con distintas características definidas dependiendo de su campo de aplicación, está aumentando.

- 35 En los procesos de fabricación de redes de fibra conocidos convencionalmente, una pluralidad de fibras se introduce en una prensa caliente y se somete a una presión elevada. A continuación, la pluralidad de fibras se introduce en un horno y se calienta lentamente hasta alcanzar una temperatura próxima a la temperatura de fusión de las fibras, mientras la pluralidad de fibras sigue sometida a dicha presión. La alta temperatura se mantiene hasta que las fibras se conectan entre sí. Después de eso, la red fabricada se enfría lentamente.

- 40 El proceso descrito también es conocido como "sinterización". Estos procesos suelen durar hasta una hora o más dependiendo de la capacidad del horno utilizado. Ahora se reconoce que la sinterización convencional permite que las fibras experimenten una relajación antes de alcanzar temperaturas lo suficientemente altas como para conectar las fibras entre sí.

- 45 Estos procesos de relajación liberan la energía almacenada en las fibras. Como ejemplo, las fibras obtenidas mediante técnicas de enfriamiento rápido, p. ej., el hilado en estado de fusión, pueden tener importantes cantidades de energía almacenada.

- 50 La fuerza motriz del proceso descrito anteriormente es la reducción de la superficie de las fibras y la reducción asociada de su energía libre  $\Delta G$ . La energía libre  $\Delta G$  puede dividirse en un componente de superficie  $\Delta G_S$ , un componente de volumen  $\Delta G_V$  y un componente de límite de grano  $\Delta G_B$ . Esta relación se describe en la ecuación (1). Durante la sinterización de las fibras, la fracción de volumen permanece casi constante ( $\Delta G_V = 0$ ), mientras que la fracción del límite de grano aumenta debido a la transformación, es decir, la reducción de la superficie ( $\Delta G_B > 0$ ), y la fracción de volumen disminuye ( $\Delta G_V < 0$ ). La parte de volumen  $\Delta G_V$  supera claramente a la parte de límite de grano  $\Delta G_B$ , lo que conduce a un cambio negativo en la energía libre total del sistema ( $\Delta G < 0$ ) y el proceso tiene lugar voluntariamente en cuanto se supera un determinado umbral de energía (energía de activación). Durante los procesos de sinterización convencionales, la reducción de  $\Delta G$  se asocia también a un redondeo de las fibras, es decir, el diámetro de la fibra pasa a ser redondo, también denominado en el presente documento redondeo.

$$\Delta G_T = \Delta G_V + \Delta G_B + \Delta G_S \quad (1)$$

- 60 El umbral de energía que debe superarse aquí es la energía de activación  $E_A$  de la difusión (ecuación (2)). Aquí  $D_0$  es la constante de difusión dependiente de la temperatura,  $k$  la constante de Boltzmann,  $T$  la temperatura absoluta y  $D$  la constante de difusión dependiente de la temperatura. Cuanto mayor es la constante de difusión dependiente de la temperatura  $D$  (en  $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$ ), más rápido se produce el redondeo de las fibras. En este caso, la temperatura no sólo es

responsable de alcanzarse la energía de activación  $E_A$ , sino también el factor determinante de la velocidad.

$$D(T) = D_0 e^{-\frac{E_A}{kT}} \quad (2)$$

5 Así pues, estos procesos de sinterización conocidos tienen lugar mediante un proceso de reordenación a nivel atómico (difusión) y no mediante un proceso con nueva fusión de las fibras. El objetivo termodinámico es conseguir el mayor volumen posible con la menor superficie posible. La proporción perfecta se consigue aquí con una esfera perfecta.

10 Con los métodos convencionalmente conocidos para fabricar redes de fibras, este efecto no puede controlarse realmente para producir, por ejemplo, redes de fibras con fibras de una sección transversal definida.

Por lo tanto, un objeto de la invención consiste en proporcionar un método de ensamblaje de una red de fibras que tenga un mayor control de la sección transversal de las fibras, así como una red de fibras correspondiente. Este objeto se resuelve con la materia objeto de las reivindicaciones independientes.

15 En particular, la presente invención proporciona un método de ensamblaje de una red de fibra, que comprende una pluralidad de fibras metálicas, en donde el método comprende las siguientes etapas:

- proporcionar una red suelta a partir de la pluralidad de fibras metálicas en un lugar de ensamblaje;
- fijar la pluralidad de fibras metálicas entre sí mediante la formación de puntos de contacto entre las fibras metálicas individuales mediante las siguientes etapas de:
- calentar la pluralidad de fibras a una velocidad de calentamiento superior a 50 K/min, en particular superior a 100 K/min, especialmente superior a 200 K/min, preferentemente superior a 1000 K/min, a una temperatura de fijación seleccionada en el intervalo del 50 al 98 % de la temperatura de su punto de fusión; y
- enfriar la pluralidad de fibras a una velocidad de enfriamiento superior a 20 K/min, preferentemente superior a 50 K/min, preferentemente superior a 100 K/min, en particular a una temperatura inferior al 60 % de su punto de fusión.

30 Como se ha descrito anteriormente, las fibras sometidas a calor tienden a reorganizarse a nivel atómico de tal manera que se consigue el mayor volumen posible con la menor superficie posible. El estado "más perfecto", desde el punto de vista de la fibra, es una esfera perfecta. Así, con los procesos de fabricación habituales, las fibras empiezan a reorganizarse a nivel atómico, debido a la etapa de calentamiento, para alcanzar un nivel de energía más preferido, por ejemplo, cristalizando o reduciendo los defectos en la red cristalina de la fibra. En consecuencia, las fibras pueden incluso cambiar su forma transformando su sección transversal de plana o elíptica en circular, es decir, se produce un redondeo de la forma transversal de las fibras. Durante la transición hacia la forma esférica termodinámicamente más preferida no solo pueden observarse efectos de redondeo de la forma de la sección transversal de las fibras, sino que también se observan cambios en los diámetros de las fibras. Antes de alcanzar la forma esférica, las fibras muestran secciones con diámetros reducidos, denominadas en el presente documento como constricciones. Estas constricciones siguen desarrollándose hasta que las fibras se interrumpen. En última instancia, las fibras se transforman en una pluralidad de gotitas, es decir, alcanzan una forma esférica.

40 El método de la presente invención utiliza la cinética de dicho proceso de reordenación. Sólo se produce la reordenación, cuando las fibras tienen tiempo suficiente para hacerlo. Aumentando la velocidad de calentamiento, así como la de enfriamiento, y manteniendo preferentemente la temperatura de fijación igual o inferior a 30 minutos, puede garantizarse que las fibras metálicas creen puntos de contacto donde se conecten entre sí. No obstante, dichos procesos de reordenación se reducen drásticamente y, en especial, el efecto de cambio de forma, es decir, el redondeo y la formación de constricciones e interrupciones, se puede evitar. Por lo tanto, en el método de la presente invención, las velocidades de calentamiento y enfriamiento se mantienen muy por encima de 20 K/min, preferentemente superior a 50 K/min, preferentemente superior a 100 K/min. A este respecto, cabe señalar que puede ser preferible enfriar la red ensamblada a dicha velocidad de enfriamiento a una temperatura inferior al 60 % de la temperatura de fusión de las fibras. Una vez que las fibras se enfrían a dicha temperatura, la velocidad de enfriamiento ya no es tan crucial, por lo que también puede reducirse en caso necesario. Los procesos de sinterización comúnmente conocidos tienen lugar a velocidades de calentamiento/enfriamiento de aproximadamente 10 a 20 K/min, tardando de este modo mucho más en calentar/enfriar las fibras (hasta horas).

55 Cuando la velocidad de calentamiento es demasiado baja, pueden producirse procesos de relajación en la red suelta de fibras metálicas antes de alcanzar la temperatura de fijación, reduciendo el componente de superficie  $\Delta G_S$  y el componente del límite de grano  $\Delta G_B$  de la energía libre. En consecuencia, cuando se aplica una velocidad de calentamiento baja en la etapa de calentamiento de las fibras metálicas, también denominada primera etapa del método, puede ser necesario una etapa adicional de fijación en la que la temperatura de fijación se mantenga durante más de 30 minutos. Manteniendo baja la velocidad de calentamiento, un tiempo de fijación de 30 minutos o menos en dicha etapa de fijación adicional podría ser insuficiente para fijar las fibras entre sí, ya que la fijación no puede beneficiarse en la misma medida del componente de superficie  $\Delta G_S$  y del componente de límite de grano  $\Delta G_B$  que cuando se aplican las velocidades de calentamiento más altas en la etapa de calentamiento. Requerir más tiempo

para alcanzar la temperatura de fijación y/o, opcionalmente, mantener las fibras durante más tiempo a la temperatura de fijación hace que las fibras se transformen en un estado termodinámicamente más favorecido, es decir, la sección transversal de las fibras puede cambiar hacia una sección transversal redonda. Como ya se mencionó anteriormente, cuando las fibras intentan transformarse en un estado termodinámicamente más estable, no solo puede cambiar la sección transversal, también la anchura de las fibras puede dejar de ser uniforme y/o pueden producirse estrechamientos de la anchura de las fibras. Estas constricciones pueden llegar a interrumpir las fibras, de modo que se reduce la longitud de la fibra, como demuestran las Figuras adjuntas y se considera con más detalle a continuación.

Mediante la aplicación del método de la presente invención, la red suelta de fibras puede ensamblarse a una red de fibras fijas con efectos mínimos (no deseados) en su nivel atómico. En consecuencia, se pueden mantener la forma y la longitud de la sección transversal de las fibras. Como se ha explicado anteriormente, con los métodos conocidos convencionalmente esto no era posible ya que dicha energía almacenada se liberaría de las fibras ya durante el calentamiento antes de alcanzar las respectivas temperaturas de fijación. En consecuencia, para los procesos de sinterización habituales, las fibras se encuentran en un estado termodinámicamente más estable al alcanzar las temperaturas de fijación. A su vez, se requieren temperaturas y tiempos de fijación más elevados, provocando un cambio en las secciones transversales, diámetros y/o longitudes de las fibras.

En el método de acuerdo con la presente invención, la temperatura aplicada, es decir, la temperatura de fijación, depende del material de las fibras metálicas. Para evitar que las fibras metálicas amorfas cristalicen durante el proceso de soldadura, es preferible mantener la temperatura aplicada por debajo de la temperatura de cristalización de estas fibras. La temperatura de cristalización puede, por ejemplo, determinarse mediante la medición por calorimetría diferencial de barrido (DSC) de las fibras metálicas en cuestión. Las mediciones de DSC pueden realizarse en las siguientes condiciones: temperatura inicial 30 °C con una velocidad de calentamiento de 10 K min<sup>-1</sup> hasta 1200 °C, continuándose con una velocidad de enfriamiento de 10 K min<sup>-1</sup> hasta temperatura ambiente. Las mediciones de DSC pueden realizarse en una atmósfera de argón con un flujo constante de argón de 100 ml min<sup>-1</sup> y un sistema de zirconio-oxígeno-trampa para una atmósfera completamente libre de oxígeno (STA 449 F3 Jupiter, Netzsch Bj. 2017).

En el contexto de la descripción de la invención "% de la temperatura de fusión" se refiere a la temperatura de fusión en °C, determinada mediante, por ejemplo, mediciones de calorimetría diferencial de barrido (DSC). Por consiguiente, si la temperatura de fusión es de 1000 °C, en el contexto de la descripción de la invención el 20 % de la temperatura de fusión es de 200 °C, el 50 % de la temperatura de fusión es de 500 °C y el 95 % de la temperatura de fusión es de 950 °C.

Asimismo, como efecto adicional, con el método de acuerdo con la invención puede ensamblarse una red que sea flexible y pueda deformarse repetidamente sin provocar la degradación de la red, es decir, sin separar fibras metálicas individuales de la red de fibras metálicas debido a la deformación. Las fibras metálicas se fijan entre sí, de modo que las fibras metálicas entren en contacto entre sí, es decir, el punto de contacto no es móvil con respecto a las fibras metálicas como sucede, por ejemplo, en una aglomeración no tejida de fibras metálicas enredadas, tal como un fieltro metálico. Como consecuencia, la red de fibras metálicas de acuerdo con la invención es mecánicamente estable a la vez que flexible. Mecánicamente estable en este contexto significa que la red de fibras metálicas no es una aglomeración suelta de fibras metálicas, es decir, la red no se desintegra en fibras metálicas aisladas en cuanto una pequeña fuerza actúa sobre ella. Por consiguiente, tal red de fibras metálicas puede deformarse con flexibilidad sin romperse. Es posible que la red de fibras metálicas recupere su forma tras la deformación. Sin embargo, si la red de fibras metálicas se pliega, también es posible remodelarla de forma permanente.

Con el método de acuerdo con la invención es posible además que los puntos de contacto estén distribuidos por toda la red ensamblada, de modo que en toda la estructura tridimensional de la red de fibras metálicas estén presentes puntos de contacto. Por consiguiente, los puntos de contacto no sólo están previstos en una zona determinada de la red de fibras metálicas tal como en el centro o en la circunferencia de la red. Es posible que los puntos de contacto estén distribuidos de forma uniforme por toda la red. También podría ser posible que la densidad de puntos de contacto tenga un gradiente en toda la red, es decir, que la red tenga zonas con mayor densidad de puntos de contacto y zonas con menor densidad de puntos de contacto. También es posible tener distribuciones espaciales ordenadas o aleatorias de los puntos de contacto.

A este respecto, cabe señalar además que cada una de las fibras metálicas puede tener al menos dos puntos de contacto con otras fibras metálicas, más preferentemente al menos tres puntos de contacto, y aún más preferentemente al menos cuatro puntos de contacto.

De acuerdo con una realización de la invención, el método puede además comprender una etapa de mantenimiento de dicha temperatura de fijación durante un tiempo de fijación seleccionado en el intervalo de 0 segundos a 30 minutos, en particular en el intervalo de 0 segundos a 15 minutos, preferentemente en el intervalo de 0 segundos a 5 minutos, llevándose a cabo dicha etapa de mantenimiento de dicha temperatura de fijación antes de la etapa de enfriamiento de la pluralidad de fibras. Así, como ya se mencionó anteriormente, el método puede comprender la etapa adicional de mantener dicha temperatura de fijación durante un tiempo predeterminado. Sin embargo, también se pudo demostrar que manteniendo alta la velocidad de calentamiento, el tiempo de fijación puede reducirse al mínimo. Es decir, en algunos casos puede incluso ser posible iniciar el proceso de enfriamiento en cuanto se haya alcanzado la

temperatura de fijación, manteniendo de este modo dicha temperatura básicamente durante 0 segundos. A este respecto, cabe señalar que, obviamente, en realidad, el tiempo de fijación no es exactamente 0 segundos, sino más bien algo alrededor de 0,1 segundos o menos cuando el proceso de enfriamiento se inicia inmediatamente después de alcanzar la temperatura de fijación. Así, en el contexto de esta solicitud, un tiempo de fijación de 0 segundos se refiere al caso en que la fase de enfriamiento se inicia directamente después de alcanzar la temperatura de fijación durante la fase de calentamiento. Para algunas realizaciones, el tiempo de fijación puede ser de 1 segundo o más, 2 segundos o más, 3 segundos o más, 10 segundos o más, o incluso 30 segundos o más.

De acuerdo con otra realización, el método puede comprender una etapa de limpieza que debe llevarse a cabo antes de la etapa de fijación de la pluralidad de fibras entre sí, comprendiendo dicha etapa de limpieza limpiar la pluralidad de fibras calentando la pluralidad de fibras a una temperatura de limpieza seleccionada en el intervalo del 20 % al 60 % de la temperatura de fusión de las fibras. El límite inferior puede elegirse incluso a temperatura ambiente, en particular ligeramente por encima de la temperatura ambiente. Se ha demostrado que las fibras metálicas a menudo comprenden diferentes tipos de impurezas y/o aditivos en sus superficies que suelen ser un subproducto de sus respectivos procesos de fabricación. Calentando las fibras hasta dicha temperatura de limpieza, las impurezas y/o aditivos se descomponen, es decir, se evaporan o se queman, de tal manera que las fibras restantes comprendan una superficie limpia. A continuación, estas superficies limpias se sinterizan mejor y más fácilmente.

A este respecto, cabe señalar que, en el caso ideal, la temperatura de limpieza debería ser muy inferior a la temperatura a la que las fibras empiezan a perder su energía almacenada, es decir, por debajo de la temperatura a la que tienden a producirse los procesos de reordenación mencionados. De esta manera, las fibras pueden limpiarse de dichos aditivos/impurezas sin que ya hayan empezado a sinterizarse entre sí.

En el caso no deseado de que la temperatura de limpieza seleccionada sea una temperatura a la que las fibras ya empiezan a reensamblarse a su nivel atómico, p. ej., debido a las características de los aditivos presentes en la superficie de las fibras, debe tenerse especial cuidado y mantener las fibras a dicha temperatura de limpieza durante un periodo de tiempo lo más corto posible, es decir, solo hasta que se limpien las fibras. En tal caso, puede ser necesario posteriormente adaptar la temperatura de fijación de la siguiente etapa de calentamiento a temperaturas más elevadas para poder sinterizar eficazmente las fibras limpiadas entre sí. El periodo de tiempo mínimo para limpiar las fibras puede determinarse fácilmente por ensayo y error.

Por tanto, dicha temperatura de limpieza puede seleccionarse en función del material de las fibras, así como de los materiales de los aditivos/impurezas de los que deben limpiarse las fibras.

La etapa de limpieza de la pluralidad de fibras puede llevarse a cabo en el mismo lugar de ensamblaje, es decir, en el mismo horno, como la etapa de calentamiento de la pluralidad de fibras hasta la temperatura de fijación. Tal disposición se denomina normalmente proceso por lotes. En otras realizaciones pueden estar presentes diferentes hornos o un único horno que tiene diferentes zonas de calor a través de las cuales viaja la pluralidad de fibras para cada etapa del método. Tales procesos, por otra parte, se denominan procesos continuos y son particularmente favorables cuando se supone que deben procesarse grandes cantidades de fibras.

Dicha etapa de limpieza de la pluralidad de fibras puede además comprender la aplicación de un flujo de gas en el lugar de ensamblaje. Tal flujo de gas puede ayudar a eliminar los aditivos evaporados/descompuestos de los alrededores de la pluralidad de fibras de tal manera que una vez que las fibras se enfríen de nuevo, dichos aditivos no pueden reagruparse de nuevo en la pluralidad de fibras.

Se puede proporcionar dicho flujo de gas, por ejemplo, aplicando succión en el lugar de ensamblaje para aspirar los aditivos quemados/evaporados del lugar de ensamblaje. Otra posibilidad puede ser proporcionar una corriente de gas, por ejemplo, un gas reactivo, tal como oxígeno o aire, o un gas inerte, tal como nitrógeno o argón, en el lugar de ensamblaje que está configurado para soplar los aditivos evaporados/quemados fuera del lugar de ensamblaje. El tipo de método para suministrar dicha corriente de gas puede seleccionarse de acuerdo con las demás condiciones presentes en dicho lugar de ensamblaje, p. ej., si el lugar de ensamblaje está previsto en el vacío, en el aire o en un gas protector. Por ejemplo, en caso de que las fibras estén hechas de un material que tienda a reaccionar con el oxígeno, la corriente de gas proporcionada que limpia los alrededores de los aditivos puede seleccionarse de tal manera que no contenga oxígeno proporcionando un gas inerte o protector, por ejemplo.

También puede ser posible que la etapa de limpieza de la pluralidad de fibras comprenda la reducción de la presión atmosférica en el lugar de ensamblaje. Esto puede ser útil, por ejemplo, para aditivos que tienen una elevada presión de vapor. La presión atmosférica puede reducirse a menos de 80 kPa, a menos de 50 kPa, o a menos de 10 kPa. En algunas realizaciones, la presión puede incluso reducirse a menos de 1 kPa, menos de 0,1 kPa o incluso de tan solo 0,0001 kPa, es decir, se puede aplicar el vacío. La presión atmosférica como se utiliza en el presente documento corresponde a una presión de 101 kPa.

Dicha presión de vapor se define como la presión ejercida por un vapor en equilibrio termodinámico con sus fases condensadas (sólido o líquido) a una temperatura dada en un sistema cerrado. La presión de vapor de equilibrio es una indicación de la velocidad de evaporación de un líquido. Se refiere a la tendencia de las partículas a escapar del

líquido (o de un sólido). Una sustancia con una elevada presión de vapor a temperaturas normales suele denominarse volátil. La presión que presenta el vapor presente sobre una superficie líquida se conoce como presión de vapor. Al aumentar la temperatura de un líquido, la energía cinética de sus moléculas también aumenta. A medida que aumenta la energía cinética de las moléculas, también aumenta el número de moléculas que se transforman en vapor, aumentando de este modo la presión de vapor.

En este contexto, en un aspecto adicional de la presente invención, la limpieza de la pluralidad de fibras comprende también la determinación del compuesto que debe eliminarse, es decir, dicho aditivo. Además, en este aspecto de la presente invención, la etapa de limpieza de la pluralidad de fibras comprende además la reducción de la presión y/o el aumento de la temperatura basándose en una curva de presión de vapor de dicho compuesto a eliminar. La reducción de la presión y/o el aumento de la temperatura se llevan a cabo en particular de manera que las fibras se sometan finalmente a condiciones en las que el compuesto a eliminar esté, de acuerdo con su curva de presión de vapor, en fase gaseosa. El cambio de presión y/o temperatura puede realizarse de forma escalonada, es decir, modificando la presión y/o la temperatura en incrementos y manteniendo estos parámetros después sustancialmente constantes durante un cierto tiempo, o modificando la presión y/o la temperatura de manera continua. Las presiones y/o temperaturas requeridas pueden variar significativamente para los distintos compuestos a eliminar. Sin embargo, las curvas de presión de vapor disponibles proporcionan una orientación adecuada para el experto sobre las condiciones de limpieza apropiadas, sin sobrecalentar las fibras a más del 60 % de su punto de fusión.

Por tanto, para algunos materiales, una reducción de la presión atmosférica en el lugar de ensamblaje puede provocar una evaporación de dicho material, mejorando de este modo el efecto de limpieza. Esto puede hacerse en conexión con el calentamiento de las fibras a la temperatura de limpieza.

De acuerdo con una realización antes de fijar la pluralidad de fibras metálicas entre sí el método comprende además una etapa de someter la pluralidad de fibras metálicas a una presión predeterminada, que es en particular inferior a 1 MPa, especialmente inferior a 500 kPa. Con el método de acuerdo con la invención se puede aplicar una presión comparativamente baja para garantizar que las fibras creen puntos de contacto donde se conecten entre sí. Con los métodos previamente conocidos, era necesario aplicar una presión bastante elevada para crear puntos de contacto.

Además, es preferible prever un gas protector en dicho lugar de ensamblaje, tal como argón, nitrógeno, Ar-W5 (5 % en vol. de H<sub>2</sub> en Ar), Ar-W2 (2 % en vol. de H<sub>2</sub> en Ar), un gas formador (5 % en vol. de H<sub>2</sub> en N<sub>2</sub>) u otros gases nobles para evitar la oxidación de las fibras durante el proceso de ensamblaje. Esta etapa puede ser relevante tanto para la etapa de calentamiento de la pluralidad de fibras hasta la temperatura de fijación como para la etapa de mantenimiento de las fibras a dicha temperatura de fijación, esta última, si es que se lleva a cabo. Generalmente, el método de acuerdo con la invención también puede llevarse a cabo en vacío. Así, se pueden seleccionar las condiciones precisas en el lugar de ensamblaje, por ejemplo, dependiendo de los materiales utilizados para las fibras. Por ejemplo, algunos materiales tales como el hierro y/o algunos aceros no pueden usarse junto con nitrógeno ya que tienden a la nitruración. Por lo tanto, para tales materiales puede usarse otro gas protector.

De acuerdo con otra realización de la invención, la etapa de calentamiento de las fibras se lleva a cabo mediante un dispositivo de calentamiento adecuado. Los ejemplos preferidos para tales dispositivos de calentamiento son los hornos de inducción, hornos de infrarrojos, elementos calefactores cerámicos de alta temperatura y/u hornos de zona tales como, por ejemplo, hornos transportadores. Tales dispositivos de calentamiento pueden garantizar un calentamiento rápido, es decir, altas tasas de calentamiento, así como un enfriamiento rápido, es decir, altas tasas de enfriamiento, de tal manera que la pluralidad de fibras pueda conectarse entre sí sin que las fibras pierdan demasiada energía debido a procesos de reordenación y relajación o similares antes de alcanzar la temperatura de fijación. El dispositivo de calentamiento puede ser adecuadamente un horno continuo o un horno discontinuo.

En algunas realizaciones dicho dispositivo de calentamiento adecuado para llevar a cabo la etapa de calentamiento puede ser un horno continuo. Un horno continuo de este tipo suele ser la opción preferida en aplicaciones con altos índices de producción, es decir, cuando se supone que se va a procesar una gran cantidad de fibras (aplicaciones industriales).

Se prefiere que la temperatura de fijación se determine in situ mediante microscopía electrónica. Esto se puede hacer, por ejemplo, colocando las fibras en una etapa de calentamiento in situ del SEM (microscopio electrónico de barrido). Las fibras necesitan una buena conexión térmica con la etapa de calentamiento debido a la casi inexistente transferencia de calor en alto vacío.

Para esto, se pueden usar papeles de grafito termoestables. Por tanto, una hoja puede servir de soporte entre las fibras y la etapa de calentamiento y otra con un orificio en el centro puede servir para ver las fibras. Estos sándwiches de fibra pueden transferirse a continuación a la fase de calentamiento y prensarse. Después de eso, la etapa de calentamiento puede calentarse a una temperatura próxima, pero aún inferior a la temperatura de fusión de las fibras. Mientras tanto, la sección transversal de la fibra puede observarse con el SEM hasta que las fibras comienzan a conectarse entre sí. A este respecto, puede determinarse la temperatura de fijación. En un segundo experimento, el sándwich de fibra puede calentarse a una velocidad de calentamiento, como se ha mencionado anteriormente, a dicha temperatura de fijación determinada. Dicha temperatura de fijación puede entonces mantenerse opcionalmente

durante un tiempo de fijación hasta que se alcance el grado de conexión deseado y, por tanto, la fuerza de conexión deseada. Así, en otras palabras, en un segundo experimento pueden llevarse a cabo las etapas del método de acuerdo con la invención para comprobar si la temperatura de fijación determinada es correcta.

- 5 La temperatura y el tiempo de fijación dependen del material de las fibras, la dimensión de las fibras, es decir, anchura y grosor, y la cantidad de energía almacenada en las fibras. Por ejemplo, para las fibras finas de un material dado que tienen un grosor y una anchura bajos los procesos de redondeo tienden a producirse más rápidamente en comparación con las fibras menos finas del mismo material. La determinación de las temperaturas y tiempos de fijación para un tipo específico de fibra es posible utilizando la microscopía electrónica in situ anteriormente mencionada o pruebas de ensayo y error. Se pueden realizar pruebas de ensayo y error utilizando el equipo real para producir la red de fibras metálicas, es decir, en las condiciones reales de fabricación.

- 15 A este respecto, cabe señalar que puede preferirse que la temperatura de fijación se seleccione en el intervalo de 80 a 98 %, en particular en el intervalo del 90 al 98 %, de la temperatura de fusión de las fibras metálicas. Las temperaturas de fijación en dicho intervalo resultaron adecuadas para la mayoría de los materiales. A este respecto, cabe señalar que la temperatura de fijación precisa puede depender también del tiempo de fijación. Es decir, cuanto mayor sea la temperatura de fijación, más corto puede ser el tiempo de fijación y viceversa.

- 20 La velocidad de enfriamiento en la etapa de enfriamiento se mantiene preferentemente durante un período suficiente para que las fibras metálicas se enfríen por debajo del 60 % de la temperatura de fusión de las fibras metálicas.

- 25 Las etapas del método de acuerdo con la invención, es decir, las etapas de calentamiento y enfriamiento, opcionalmente, también la etapa de mantener las fibras a la temperatura de fijación, se llevan a cabo en un período de tiempo combinado que es preferentemente inferior a 30 minutos, preferentemente inferior a 15 minutos, en particular inferior a 5 minutos, especialmente inferior a 1 minuto. Se ha demostrado que cuanto más rápido se realiza el método, menos efectos secundarios negativos se producen, tal como, por ejemplo, la liberación de energía, formación de constricciones y/o interrupciones de las fibras y cambio de la forma de la sección transversal de las fibras. También, en este contexto, hay que señalar que la etapa de enfriamiento no requiere necesariamente un enfriamiento hasta la temperatura ambiente. Dicha etapa puede darse por terminada tras el enfriamiento a una temperatura del 60 % de la temperatura de fusión de las fibras metálicas.

- 35 A este respecto, cabe señalar que puede ser posible que el período de tiempo predeterminado se reparta equitativamente entre dichas etapas. En otras realizaciones también puede ser posible que la etapa de mantener la temperatura de fijación, si se aplica, tarda mucho más que las fases de calentamiento y enfriamiento de las fibras. En un experimento ideal, por ejemplo, las etapas de calentamiento y enfriamiento de las fibras pueden durar 1 minuto, mientras que la etapa de mantenimiento de la fijación puede durar 30 segundos o incluso menos. En otros experimentos, sin embargo, la fase de calentamiento puede realizarse en 1 a 5 minutos, la etapa de mantener la temperatura de fijación en 0,5 a 1 minuto y la etapa de enfriamiento en 10 minutos hasta que la red ensamblada se enfríe a una temperatura de aproximadamente el 60 % de la temperatura de fusión de las fibras usadas. El enfriamiento posterior de la red ensamblada hasta la temperatura ambiente puede, por ejemplo, durar de 1 a 2 horas más.

- 45 Puede ser preferible que las fibras metálicas comprendan una longitud de 1,0 mm o más y/o una anchura de 100  $\mu\text{m}$  o menos y/o un grosor de 50  $\mu\text{m}$  o menos. Con las fibras metálicas que tiene tales dimensiones, es posible producir la red con fibras metálicas fijadas entre sí, sin necesidad de calentar las fibras metálicas durante un tiempo superior a 30 minutos a temperaturas próximas a su punto de fusión. Las técnicas convencionales de sinterización requieren que se mantengan temperaturas cercanas o incluso ligeramente superiores a la temperatura de fusión del metal durante un período de tiempo relativamente largo. Esto puede provocar la fusión o al menos el ablandamiento del material de las fibras metálicas hasta cierto punto, de modo que las fibras metálicas formen una lámina metálica en lugar de una red, en particular cuando se aplica una presión relativamente alta durante la sinterización. Dado que la red de fibras metálicas no es una lámina metálica, es decir, la estructura de las fibras metálicas utilizadas para producir la red de fibras metálicas aún puede reconocerse en la red de fibras metálicas. Por consiguiente, en una vista en sección transversal de la red de fibras metálicas, hay huecos que no forman parte de las fibras metálicas, sino que están entre las fibras metálicas de las fibras de la red.

- 55 De acuerdo con la presente invención, es preferible que las fibras metálicas, antes de fijarlas unas a otras, muestren un acontecimiento exotérmico cuando se calientan en una medición de DSC, en donde el acontecimiento exotérmico libera energía en una cantidad de 0,1 kJ/g o más, más preferentemente en una cantidad de 0,5 kJ/g o más, aún más preferentemente en una cantidad de 1,0 kJ/g o más y lo más preferentemente en una cantidad de 1,5 kJ/g o más. Las cantidades absolutas dependen mucho del metal o la aleación metálica utilizados. El alcance del acontecimiento exotérmico puede determinarse comparando las mediciones de DSC de las fibras metálicas antes y después del equilibrio térmico. En otras palabras, las fibras metálicas que muestran tal acontecimiento exotérmico no se encuentran en su equilibrio termodinámico a temperatura ambiente. Durante el calentamiento en una medición de DSC, las fibras metálicas pueden pasar de un estado metaestable a otro termodinámicamente más estable, p. ej., por cristalización, recristalización u otros procesos de relajación que reducen los defectos en la red de átomos metálicos. Un acontecimiento exotérmico observado en las fibras metálicas al calentarse, p. ej., durante una medición de DSC, indica que las fibras metálicas no están en su equilibrio termodinámico, p. ej., las fibras metálicas pueden estar en estado

amorfo o nanocristalino y contener energía defectuosa y/o energía de cristalización que se libera durante el calentamiento de las fibras metálicas debido a la cristalización o recristalización. Tales acontecimientos pueden reconocerse, por ejemplo, utilizando una medición de DSC. Se descubrió que las redes de fibras metálicas que muestran un acontecimiento exotérmico de este tipo tienen una mayor resistencia después de que las fibras metálicas se fijan entre sí.

De acuerdo con otra realización, las fibras metálicas tienen una sección transversal no redonda, en particular una sección transversal rectangular, cuadrática, parcialmente circular o elíptica con un eje grande y un eje pequeño. Tales secciones transversales suelen dar lugar a fibras que no se encuentran en su equilibrio térmico, es decir, en un estado metaestable, las cuales, para algunas aplicaciones, pueden ser beneficiosas.

A este respecto cabe decir que, obviamente, el valor del eje pequeño debe ser menor que el valor del eje grande. En el caso en el que el eje pequeño tenga un valor superior, es decir, una mayor longitud, que el eje grande, simplemente hay que intercambiar la definición de "pequeño" y "grande".

Puede preferirse que la relación entre el eje pequeño y el eje grande esté en el intervalo de 1 a 0,05, preferentemente en el intervalo de 0,7 a 0,1, en particular en el intervalo de 0,5 a 0,1. Se sabe en general, que la relación entre las longitudes de los ejes pequeño y grande de una elipse es mayor cuanto más se parece la elipse a un círculo, para el que la relación sería 1. Cuanto menor sea el valor de la relación, más plana es la elipse. Así, la relación entre el eje pequeño y el eje grande es en particular inferior a 1.

Como alternativa, las fibras metálicas pueden comprender una sección transversal redonda. Para tal sección transversal, la relación entre un eje "grande" y un eje "pequeño" sería, obviamente, exactamente 1. Las secciones transversales redondas comprenden un estado energéticamente más preferido que las secciones transversales que comprenden una relación de aspecto que es inferior a 1. Por tanto, las fibras con secciones transversales redondas están energéticamente más cerca de su estado de equilibrio que las fibras con secciones transversales de otras formas.

De acuerdo con otra realización de la invención las fibras metálicas se pueden obtener sometiendo un material fundido de las fibras metálicas a una velocidad de enfriamiento de  $10^2$  K min<sup>-1</sup> o superior, en particular mediante hilatura en estado de fusión vertical u horizontal. Tales fibras metálicas producidas por hilatura en estado de fusión pueden contener dominios espacialmente confinados en un estado de alta energía (es decir, en un estado metaestable), debido al rápido enfriamiento aplicado durante el proceso de hilatura en estado de fusión. El enfriamiento rápido en este sentido se refiere a una velocidad de enfriamiento de  $10^2$  K min<sup>-1</sup> o superior, preferentemente de  $10^4$  K-min<sup>-1</sup> o superior, más preferentemente a una velocidad de enfriamiento de  $10^5$  K min<sup>-1</sup> o superior.

También, las fibras obtenidas por hilatura en estado de fusión suelen comprender secciones transversales rectangulares o semi-elípticas, que son preferidas para determinados campos de aplicación, ya que están muy alejadas de su estado de equilibrio. Se conocen ejemplos de hiladoras en estado de fusión con las que pueden producirse tales fibras, por ejemplo, por la solicitud internacional PCT/EP2020/063026, aún no publicada, y por las solicitudes publicadas WO2016/020493 A1 y WO2017/042155 A1.

De acuerdo con otro ejemplo, al menos algunas de las fibras metálicas de la pluralidad de fibras metálicas son amorfas o al menos algunas de las fibras metálicas de la pluralidad de fibras metálicas son nanocristalinas. Las fibras metálicas nanocristalinas contienen dominios cristalinos. Tras el calentamiento a una temperatura de aproximadamente el 20-60 % de la temperatura de fusión de las fibras metálicas nanocristalinas, estos dominios sufren una recristalización que da lugar a un aumento del tamaño medio de los dominios cristalinos en comparación con el tamaño medio de los dominios cristalinos iniciales en las fibras metálicas nanocristalinas antes del calentamiento. También es posible mezclar fibras no equilibradas (p. ej., fibras nanocristalinas o amorfas) con fibras equilibradas (p. ej., recocidas).

En algunas aplicaciones se prefiere que las fibras metálicas estén en contacto eléctrico entre sí. Esto puede ser preferible, por ejemplo, si las redes ensambladas se van a usar en aplicaciones electroquímicas, tales como baterías, pilas de combustible o algo similar.

De acuerdo con una realización, las fibras metálicas están en contacto eléctrico directo unas con otras de tal manera que la conductividad eléctrica puede aumentarse al máximo. A este respecto, es particularmente preferida la sinterización de todas las fibras metálicas con otras fibras metálicas, lo más preferentemente directamente con otras fibras metálicas, sin necesidad de un aglutinante adicional, p. ej., un aglutinante polimérico. Por lo tanto, se prefiere además que las fibras metálicas se fijen entre sí sin un aglutinante polimérico, ya que dichos aglutinantes poliméricos suelen tener una conductividad eléctrica y un rendimiento a alta temperatura deficientes.

Puede preferirse que las fibras metálicas contengan al menos uno de cobre, plata, oro, níquel, paladio, platino, cobalto, hierro, cromo, vanadio, titanio, aluminio, silicio, litio, manganeso, boro, combinaciones de los anteriores y aleaciones que contengan uno o más de los anteriores, tales como CuSn8, CuSi4, AlSi1, Ni, acero inoxidable, Cu, Al o aleaciones vitrovac. Las aleaciones vitrovac son aleaciones amorfas a base de Fe y Co. Puede ser particularmente preferida si las fibras metálicas están hechas de cobre o de aluminio o de una aleación de acero inoxidable. Se pueden combinar

distintos tipos de fibras metálicas entre sí, para que el filtro pueda contener, por ejemplo, fibras metálicas de cobre, una o más aleaciones de acero inoxidable y/o aluminio. Las redes hechas de fibras metálicas, en donde las fibras metálicas son de cobre, aluminio, cobalto, aleaciones de acero inoxidable que contienen cobre, aluminio, silicio y/o cobalto, son particularmente preferidas.

5 De acuerdo con otro aspecto de la invención se proporciona una red de fibras metálicas, en donde dicha red comprende una pluralidad de fibras metálicas fijadas entre sí en puntos de contacto, y en donde las fibras metálicas tienen o una sección transversal no redonda, por ejemplo, una sección transversal rectangular, cuadrática, parcialmente circular o elíptica con un eje grande y un eje pequeño, o en donde las fibras metálicas tienen una sección transversal redonda. Las fibras tienen además una anchura que es generalmente constante a lo largo de una longitud de la fibra de tal manera que una variación de la anchura de la fibra a lo largo de su longitud es preferentemente menos del 40 %, más preferentemente menos del 30 % o aún más preferentemente menos del 20 %.

15 Preferentemente, la anchura de las fibras a lo largo de su longitud cambia menos de un 20 %, más preferentemente menos de un 10 %, aún más preferentemente menos de un 5 % o, lo más preferentemente, menos de un 1 %. El cambio de anchura de las fibras se refiere en el presente documento a una comparación de la anchura de una fibra antes y después de la sinterización de las fibras entre sí.

20 En las redes conocidas convencionalmente, las fibras suelen comprender formas aleatorias de tal manera que no se puede garantizar que la anchura de una sola fibra no varíe mucho a lo largo de su longitud. Si una fibra, por ejemplo, comprendiese grandes variaciones de su anchura, podría ser posible que dicha fibra se desgarrara en una sección que tiene una anchura menor, es decir, la fibra tiene una constricción que se convierte a continuación en una interrupción. Las fibras con una anchura (casi) constante, por otra parte, tienen la ventaja de que las fibras individuales pueden conectarse entre sí en cualquier punto dado de su longitud sin correr el riesgo de ser interrumpidas durante este proceso.

A este respecto, cabe señalar que es preferible que las fibras metálicas tengan una anchura sustancialmente constante, es decir, que la variación de anchura de la fibra a lo largo de su longitud sea preferentemente menos del 40 %, más preferentemente menos del 30 % o aún más preferentemente menos del 20 %. Como se ha mencionado anteriormente, cuando las fibras metálicas se calientan a baja velocidad de calentamiento, se producen procesos de reordenación a nivel atómico para alcanzar un nivel energético más próximo a su estado de equilibrio. Esto a veces lleva incluso a cambios en las formas de las fibras, ya que una esfera perfecta sería el estado más preferido. Cuando tales cambios de forma comienzan a surgir puede ser posible que las fibras comiencen a descomponerse acumulando constricciones que pueden causar interrupciones de dichas fibras. En última instancia, las fibras se transforman en gotitas de metal cuando se calientan demasiado tiempo. El método de acuerdo con la invención utiliza la velocidad de calentamiento y enfriamiento rápido y, si se aplica, un tiempo de fijación reducido. En la red resultante de fibras metálicas fijas, las fibras están sustancialmente exentas de tales interrupciones de tal manera que se conserva la longitud de las fibras. Además, debido a los elevados índices de calentamiento y enfriamiento, se pueden evitar los cambios de forma de la sección transversal de las fibras, es decir, existe un control cinético sobre la forma de la fibra. En consecuencia, el método de la presente invención proporciona un alto control alrededor de la forma de la fibra.

Puede preferirse que las fibras de la pluralidad de fibras estén sinterizadas entre sí, más preferentemente sinterizadas directamente entre sí. Esto garantiza que no se necesite ningún otro marco ni nada parecido para mantener unidas las fibras. Asimismo, sinterizando directamente las fibras metálicas entre sí, los puntos de conexión son conductores de la electricidad. Esto proporciona una resistencia interna relativamente baja a la red de fibras metálicas.

Puede ser preferible que la relación entre el eje pequeño y el eje grande esté en el intervalo de 1 a 0,05, preferentemente en el intervalo de 0,7 a 0,1, en particular en el intervalo de 0,5 a 0,1. Como ya se ha mencionado anteriormente, las fibras con una sección transversal más plana están energéticamente más alejadas de su estado de equilibrio, de tal manera que almacenan más energía en comparación con las fibras que tienen, por ejemplo, una sección transversal redonda.

De hecho, puede ser posible seleccionar la red de características de acuerdo con la aplicación de la red mediante el uso de fibras con una relación mayor o menor entre las longitudes del eje pequeño y grande como se ha descrito anteriormente. Por tanto, cuando se utilizan fibras con una relación menor, disminuye la estabilidad mecánica, así como el peso de la red, mientras que cuando se utilizan fibras con una relación más alta, aumenta la estabilidad mecánica y el peso de la red. De acuerdo con la aplicación, se puede seleccionar qué característica es más importante. Debido al control cinético proporcionado por la presente invención, las formas de las fibras se mantienen sustancialmente, es decir, las relaciones de aspecto de las fibras se conservan sustancialmente. En consecuencia, las características de la red pueden ajustarse fácilmente empezando con fibras que tienen la forma final deseada.

De acuerdo con una realización, la red es una red ordenada o desordenada. Tal red desordenada tiene, por ejemplo, una buena conductividad eléctrica en todas las direcciones y propiedades fluidicas anisótropas. Igualmente, es más fácil producir una red desordenada de fibras metálicas, en comparación con una red ordenada de fibras. No obstante, en algunas aplicaciones puede preferirse que las fibras de la red se peinen en distintas direcciones para proporcionar direccionalidad a las fibras individuales. Por consiguiente, puede preferirse que en la red algunas o todas las fibras

tengan una orientación, es decir, las longitudes de las fibras no están orientadas al azar, sino que tienen una orientación predominante en uno o más direcciones espaciales. Al tener una orientación predominante de las fibras metálicas, el filtro puede tener propiedades fluidicas isotropas.

- 5 De acuerdo con otra realización de la invención la red tiene poros abiertos entre las fibras metálicas de la pluralidad de fibras metálicas. La porosidad de la red es preferentemente de hasta el 95 % en volumen. También es preferible que la porosidad de la red sea superior al 80 % en volumen. Es aún más preferible cuando la porosidad está en el intervalo del 80 % en volumen al 95 % en volumen. Es posible incorporar materiales activos en los poros abiertos, tales como materiales de electrodos activos o materiales de catalizadores activos. Es además preferible que en la red de acuerdo con la invención al menos algunas de las fibras metálicas de la pluralidad de fibras metálicas estén al menos parcialmente revestidas. El revestimiento puede ser, por ejemplo, un material activo, tal como un material activo de electrodo que interactúa con los iones de litio en las baterías o un material activo catalíticamente que convierte el CO en CO<sub>2</sub> o es activo en la hidrólisis. También es posible aplicar un revestimiento a las fibras metálicas que mejore la fijación de las fibras metálicas entre sí y, de este modo, aumente la resistencia mecánica de la red. La porosidad puede determinarse utilizando un sistema de microtomografía computarizada para reproducir la estructura de la red y a continuación evaluar la porosidad utilizando el método del punto de burbuja descrito a continuación.

A modo de ejemplo, tales materiales activos de electrodo para baterías son: para el ánodo: Grafito, Silicio, Carburo de silicio (SiC) y Óxido de estaño (SnO), Dióxido de estaño (SnO<sub>2</sub>) y Litio-Óxido de titanio (LTO); y para el cátodo: Óxido de litio-níquel-manganeso-cobalto (NMC), Óxido de litio-níquel-cobalto-aluminio (NCA), Óxido de litio y cobalto (LiCoO<sub>2</sub>) y fosfato de litio y hierro (LFP).

La red puede comprender un tamaño promedio de poro seleccionado en el intervalo de 0,1 a 100 µm, preferentemente en el intervalo de 0,5 a 50 µm, en particular, en el intervalo de 1 a 10 µm. El tamaño medio de los poros puede determinarse utilizando un sistema de microtomografía computarizada para reproducir la estructura de la fibra y a continuación evaluar el diámetro medio de los poros utilizando el método del punto de burbuja. El método del punto de burbuja determina el diámetro mayor de la bola, que puede caber entre dos fibras, que se considera el tamaño del poro. Más detalladamente, se coloca un punto en el centro entre dos fibras y el radio de la burbuja, con el punto como centro se incrementa, hasta que entre en contacto con la superficie de ambas fibras. El diámetro de la burbuja corresponde al tamaño del poro. Si en cualquiera de los parámetros el diámetro de la burbuja solo entra en contacto con una fibra, el punto central se desplaza hacia la dirección de la fibra que la burbuja no contactó.

Es particularmente preferido si en la red de fibras metálicas de acuerdo con la invención las fibras metálicas se fijan, en particular se fijan directamente, entre sí en puntos de contacto distribuidos aleatoriamente por la red de fibras metálicas. De acuerdo con otro aspecto inventivo, se prefiere que los puntos de contacto no estén distribuidos al azar, sino que se encuentren, p. ej., en una región periférica de la red de fibras metálicas, o que las fibras metálicas estén ordenadas de modo que también lo estén los puntos de contacto. Además, se prefiere que los puntos de contacto en los que las fibras metálicas se fijan entre sí estén localizados en zonas específicas y no se proporcionen de forma uniforme sobre toda la red de fibras metálicas. Los puntos de contacto en los que las fibras metálicas se fijan entre sí solo están presentes en zonas separadas, es posible que las fibras entre estas zonas tengan una gran flexibilidad y al mismo tiempo se garantice la estabilidad mecánica y una buena conductividad eléctrica.

El grosor de la red de la invención no está particularmente limitado. Sin embargo, puede ser preferido si la red tiene un grosor de 0,01 mm o más. Es más preferido que el grosor de la red sea de 0,03 mm o más, y aún más preferentemente de 0,05 mm o más, aún más preferido de 0,07 mm o más y lo más preferentemente de 0,1 mm o más. Si el grosor de la red es inferior a 0,01 mm, existe el riesgo de que la estabilidad mecánica de la red no sea suficiente. El límite superior del grosor de la red no está particularmente limitado. Sin embargo, dependiendo de la aplicación, el límite superior puede ser de 3,0 mm o menos, o de 2,5 mm o menos. Para aplicaciones en batería, un grosor preferido de la red está en el intervalo de 0,1 mm a 0,5 mm. Una red con un grosor en este intervalo es ventajosa en lo que respecta al apilamiento y laminado de la red revestida de material activo para producir baterías. Otro intervalo de grosor preferido está en el intervalo de más de 0,5 mm a 5 mm, más preferentemente en el intervalo de 1 a 3 mm.

De acuerdo con otro aspecto de la invención se proporciona una red de fibras metálicas, en donde dicha red puede ser, por ejemplo, la red de acuerdo con la invención, que se puede obtener por el método de acuerdo con la invención.

La invención se describirá ahora con más detalle y a modo de ejemplo únicamente con referencia a los dibujos e imágenes adjuntos, así como mediante diversos ejemplos de la red y el método de la invención. En los dibujos se muestran:

- Fig. 1: un esquema ilustrativo que ilustra los procesos típicos que pueden ocurrir durante la sinterización;
- Fig. 2: fotogramas de un vídeo que muestra la sinterización y relajación del CuSi<sub>4</sub>;
- Fig. 3: fotogramas de un vídeo que muestra la sinterización y relajación del AlSi<sub>1</sub>;
- Fig. 4: micrografías de una red de fibras sinterizadas convencionalmente;

Fig. 5: micrografías de fibras de  $\text{CuSi}_4$  sinterizadas que tienen una forma plana;

Fig. 6: micrografías de fibras de  $\text{AlSi}_1$  sinterizadas que tienen una forma plana; y

Fig. 7: micrografías de fibras de  $\text{AlSi}_1$  limpiadas y sinterizadas que tienen una forma plana.

La Figura 1 muestra los procesos de difusión típicos que provocan la relajación durante un proceso de sinterización. Las diferentes flechas muestran la difusión superficial 1, la difusión reticular (de la superficie) 2, la evaporación y la condensación 3, la difusión en el límite del grano 4, la difusión reticular (de la región límite) 5 y la difusión volumétrica 6. Mientras que los procesos 1-3 no producen contracción y solo conectan las fibras entre sí, los procesos 4-6 eliminan material de la región limítrofe y lo depositan en los cuellos sinterizados. La razón de ello, como ya se ha explicado anteriormente, es la reducción de la superficie de las fibras y la reducción asociada de su energía libre  $\Delta G$ .

Mediante el método de la presente invención solo se activa térmicamente la región limítrofe de las fibras metálicas para que las fibras 10 se sintericen juntas pero no se redondee toda la fibra 10 con el fin de mantener la forma y la dimensión de la fibra, que puede asociarse a una superficie ampliada que proporciona propiedades ventajosas para muchas aplicaciones, p. ej., aplicaciones electroquímicas o de filtrado.

El método, de acuerdo con la invención, proporciona una red suelta de fibras 10 en el lugar de ensamblaje 12. Dichas fibras 10 se fijan a continuación entre sí formando puntos de contacto 14 entre las fibras 10 individuales. Para crear dichos puntos de contacto 14, el método de acuerdo con la invención consta de tres etapas:

A. La pluralidad de fibras 10 se calienta a una velocidad superior a 50 K/min, en particular superior a 100 K/min, especialmente superior a 200 K/min, preferentemente superior a 1000 K/min, a una temperatura de fijación seleccionada en el intervalo del 50 al 98 % de la temperatura de su punto de fusión.

B. A continuación, opcionalmente, dicha temperatura de fijación puede mantenerse durante un tiempo de fijación seleccionado en el intervalo de 0 segundos a 30 minutos, en particular en el intervalo de 0 segundos a 15 minutos, preferentemente en el intervalo de 0 segundos a 5 minutos.

C. Por último, dicha pluralidad de fibras 10 se enfría a una velocidad de enfriamiento superior a 50 K/min, preferentemente superior a 100 K/min, en particular a una temperatura inferior al 60 % de su punto de fusión

Adicionalmente, antes de realizar dichas tres etapas A, B y C, las fibras 10 pueden someterse a una presión para garantizar que las fibras 10 individuales entren en contacto entre sí. Dicha presión puede ser relativamente baja, es decir, en el intervalo de 0,05 a 1 GPa y sirve para la formación de contactos entre las fibras metálicas no conectadas. No es necesario mantener la presión al realizar las etapas A, B y C, es decir, basta con comprimir brevemente las fibras aplicando dicha presión solo antes, pero no durante la realización de las etapas A, B y C. Se prefiere no aplicar una fuerza de presión externa durante las etapas A, B y C. Evitando la fuerza de presión externa, se puede evitar el riesgo de transformar las fibras metálicas en una lámina metálica, en particular cuando se trabaja con temperaturas de fijación próximas a la temperatura de fusión.

Asimismo, antes de realizar las etapas anteriores A, B y C, puede llevarse a cabo una etapa de limpieza adicional que incluye el calentamiento de la pluralidad de fibras 10 a una temperatura de limpieza de tal manera que los aditivos y/o impurezas, que pueden estar presentes en las superficies de las fibras 10, se descomponen, es decir, se evaporan o se queman, quedando, de este modo, las superficies de las fibras 10 limpias. Esta etapa de limpieza de las fibras 10 se explica más adelante en relación con la Fig. 7.

Como puede verse, en comparación con los métodos conocidos convencionalmente, las etapas A, B y C se realizan más rápidamente. El tiempo máximo para realizar las tres etapas puede ser inferior a 45 minutos, incluso en el intervalo de aproximadamente 15 minutos. Ya podría demostrarse que con el método de acuerdo con la invención son posibles tiempos inferiores a 5 minutos e incluso inferiores a 1 minuto. Este tiempo está muy por debajo de los tiempos habituales de sinterización, que suelen ser de varias horas.

Para poder realizar plazos tan cortos, las etapas A, opcionalmente también las etapas B, y C se realizan con un horno u otro dispositivo de calentamiento que esté configurado para proporcionar altas velocidades de calentamiento y enfriamiento tal como un horno de inducción, horno de infrarrojos, elementos calefactores cerámicos de alta temperatura y/u hornos de zona tales como, por ejemplo, hornos transportadores (no representados en los dibujos).

Es de particular interés que las fibras 10 que se supone están conectadas entre sí, se calienten hasta una temperatura de fijación precisa que está en el intervalo del 50 al 98 %, en particular en el intervalo del 80 al 98 %, más en particular en el intervalo del 90 al 98 %, de la temperatura de fusión de dichas fibras 10. La temperatura precisa de fijación depende de los materiales utilizados para las fibras 10 (véanse también las Tablas 1 y 2 a continuación). La selección de la temperatura de fijación adecuada permite conectar las fibras 10 entre sí sin que empiecen a cambiar de forma, es decir, a redondearse, debido a los procesos de relajación descritos anteriormente, o sin que tengan que empezar

a fundirse.

Para poder determinar dicha temperatura y tiempo de fijación, pueden realizarse experimentos de ensayo y error y/o exámenes de microscopía electrónica en muestras de las fibras metálicas reales. Para el examen de microscopía electrónica, las fibras se colocan en una etapa de calentamiento in situ del SEM (microscopio electrónico de barrido). Para esto, las fibras necesitan una buena conexión térmica con la etapa de calentamiento debido a la casi inexistente transferencia de calor en alto vacío. Por lo tanto, se pueden usar papeles de grafito termoestables: por ejemplo, una hoja como soporte entre las fibras y la etapa de calentamiento y otra con un orificio en el centro para ver las fibras. Tales sándwiches de fibra se transfieren a continuación en la fase de calentamiento y se prensan. Después de eso, la etapa de calentamiento se calienta a una temperatura próxima a la de fusión. A continuación, se observa la sección transversal de la fibra con el SEM hasta que las fibras empiezan a conectarse entre sí. De esta manera, se determina la temperatura de fijación. En un segundo experimento, al menos las etapas A y C mencionadas anteriormente se llevan a cabo hasta que se alcanza el grado de conexión deseado y, por lo tanto, la fuerza de conexión deseada. Para tales experimentos de ensayo y error, se introduce una cantidad de fibras en un horno de calentamiento rápido. Para conseguir puntos de contacto entre las fibras, la red puede prensarse o colocarse en una placa con un soporte de espacio y una cubierta protectora. Después de eliminar el aire/oxígeno del horno y establecer la atmósfera de prueba, el horno se calienta hasta la temperatura de fijación, es decir, la temperatura de fijación determinada, y se mantiene durante cierto tiempo, que podría ser el tiempo de fijación. Dependiendo del resultado de las fibras, p. ej., dependiendo de si las fibras se conectaron entre sí y/o de si las fibras cambiaron de forma, deben ajustarse los parámetros. A este respecto, cabe señalar que cabe esperar tres resultados posibles: 1) las fibras no están sinterizadas, 2) las fibras están sinterizadas pero son redondas o 3) las fibras no están sinterizadas pero son redondas. Para el primer resultado, debe aumentarse la temperatura y/o el tiempo de fijación. Para el segundo resultado, debe reducirse la temperatura y/o el tiempo de fijación, y para el tercero, debe aumentarse la velocidad de calentamiento y reducirse la temperatura y/o el tiempo de fijación.

Para algunos materiales también es beneficioso si un gas protector, tal como por ejemplo argón, nitrógeno Ar-W5 (5 % en vol. de H<sub>2</sub> en Ar), Ar-W2 (2 % en vol. de H<sub>2</sub> en Ar), un gas formador (5 % en vol. de H<sub>2</sub> en N<sub>2</sub>) u otros gases nobles, se proporciona en la zona de ensamblaje 12 para impedir la oxidación de las fibras metálicas 10. Se puede seleccionar de acuerdo con el material o materiales de las fibras 10 si es necesario proporcionar dicho gas protector o no.

Los puntos de contacto 14 de la red ensamblada pueden distribuirse de forma ordenada o desordenada por toda la red dependiendo de la aplicación de la red ensamblada y fijar las fibras entre sí. También, la cantidad de puntos de contacto 14 puede seleccionarse de acuerdo con la aplicación de la red sometiendo las fibras 10 a una presión mayor o menor antes de realizar al menos las etapas A y C de tal manera que se creen más o menos puntos de contacto 14. También la densidad de la fibra, es decir, la cantidad de fibras por volumen y/o la finura de las fibras pueden utilizarse para ajustar el número de puntos de contacto 14.

Dichos puntos de contacto 14 permiten también una conductividad eléctrica en toda la red ensamblada. Por lo tanto, una gran cantidad de puntos de contacto 14 puede ser ventajosa para aplicaciones en las que se necesita una gran conductividad eléctrica de la red. Para los filtros, por otra parte, puede no ser tan crucial cuántos puntos de contacto 14 se proporcionan a través de la red, siempre y cuando todavía se mantengan todas las fibras 10 juntas.

Las fibras 10, que se utilizan para ensamblar una red de acuerdo con la invención tienen una longitud de 1,0 mm o más y/o una anchura de 100 µm o menos y/o un grosor de 50 µm o menos (véanse las Figuras. 2 a 6). Tales fibras 10 pueden, por ejemplo, producirse mediante los denominados procesos de hilatura en estado de fusión vertical u horizontal, que se describen en los documentos PCT/EP2020/063026 (aún no publicados), WO2016/020493 A1 y WO2017/042155 A1. Estas fibras 10 a menudo tienen una sección transversal que tiene forma ovalada, rectangular o plana en general. Asimismo, las fibras 10 producidas por hilatura en estado de fusión suelen almacenar una gran cantidad de energía.

Para comprender mejor el método de acuerdo con la invención, se han realizado varios experimentos que se describen a continuación en relación con las Figuras. 2 a 7.

Las fibras de la aleación de cobre (CuSi4 (4 % en peso de Si y 96 % en peso de Cu) y AlSi1 (1 % en peso de Si y 99 % en peso de Al)) se han sinterizado juntas manteniendo la estructura plana, a modo de cinta, de las fibras. Para examinar sistemáticamente los procesos, las fibras se calentaron en un microscopio electrónico con una velocidad de calentamiento de 10 K/min y se grabó un vídeo. La Figura 2 muestra fotogramas individuales de los vídeos de CuSi4 en puntos especiales como el inicio de la sinterización (para ver que las transiciones 14 nítidas entre las fibras 10 están borrosas, izquierda) y el punto en el que las fibras 10 empiezan a redondearse tanto (derecha) que se forman constricciones 15 e interrupciones 16, descomponiendo las fibras 10. Las temperaturas correspondientes están muy próximas entre sí, por lo que es necesaria la máxima precisión y control de la temperatura para obtener buenos resultados.

La Figura 3 muestra fotogramas de un vídeo tomado con fibras de AlSi1 en las mismas condiciones que el vídeo de la Figura 2. La Figura 3 muestra los mismos puntos característicos que la Figura 2, es decir, el inicio de la sinterización

y el comienzo de los procesos de redondeo. Se pudo observar que las fibras se sinterizan juntas a unos 602 °C, en contraste con 624 °C. Además, entre 602 °C y 624 °C las fibras se transforman de fibras planas tipo cinta en fibras que tienen una sección transversal redonda. Esto puede reconocerse porque las fibras a 624 °C son más delgadas que a 602 °C. Cabe decir que los vídeos de los que se muestran fotogramas en las Figuras 2 y 3 se grabaron en condiciones de bajo calentamiento (10 K/min) en condiciones de alto vacío. Estas condiciones son diferentes de las de la presente invención. Esta es la razón por la que los valores indicados en las Figuras 2 y 3 son diferentes de los descritos en las tablas siguientes. No obstante, las Figuras 2 y 3 muestran las dificultades de sinterización de las fibras con métodos convencionales que aplican velocidades de calentamiento más bajas.

Con la sinterización térmica clásica mediante hornos, tales como hornos calentados por resistencia, las fibras 10 se calientan a una velocidad de 10-20 K/min, es decir, relativamente despacio. Durante este tiempo, las fibras 10 sufren un proceso denominado de relajación y la energía almacenada en estas fibras durante su producción, por ejemplo, mediante el proceso de hilatura en estado de fusión, se libera lentamente y ya no está disponible para formar puntos de conexión entre las fibras metálicas. La liberación de la energía almacenada durante el calentamiento lento no solo influye en las propiedades mecánicas de las fibras 10, sino que también aumenta la necesidad de energía durante la sinterización propiamente dicha, ya que las fibras 10 ya no se encuentran en el desequilibrio termodinámico en que se encontraban después de la producción. Por este motivo, las fibras 10 no tratadas obtenidas de un proceso de hilatura en estado de fusión y, a modo de comparación, las fibras 10 templadas a 300 °C durante 1 hora se llevaron a la temperatura de sinterización en un horno de calentamiento rápido (en este caso, un horno de infrarrojos) en 1 minuto. Esta temperatura se mantuvo durante 1 minuto y a continuación se enfrió lo más rápidamente posible (desde la temperatura de sinterización hasta menos de 600 °C en menos de 30 segundos). Además de calentadores de infrarrojos, son posibles otros dispositivos de calentamiento, por ejemplo, los calentadores cerámicos o los calentadores de inducción. La brevísima duración del proceso, de solo 1 minuto o menos, es suficiente para que las fibras 10 sintericen entre sí en los puntos de contacto 14, pero la energía y el tiempo no son suficientes para que las fibras 10 realicen una transición a la forma redonda favorecida termodinámicamente. Esto no es posible cuando se aplican velocidades de calentamiento y enfriamiento convencionales, que requieren mucho tiempo para alcanzar la temperatura objetivo (desde la temperatura de sinterización hasta menos de 600 °C en algunas horas). La aplicación de velocidades de calentamiento y enfriamiento convencionales sigue permitiendo sinterizar las fibras 10 entre sí. Sin embargo, las fibras sinterizadas se han adaptado entonces a la forma redonda idealizada y han sido dañadas por constricciones 15 o incluso interrupciones 16 que pueden producirse, p. ej., en los puntos de retorcedura. Debido a los recorridos de difusión muy largos cuando las fibras se vuelven redondas, se necesitan altas temperaturas y/o largos periodos de tiempo para la transformación en la forma redonda favorecida termodinámicamente. Esto puede evitarse utilizando fibras que contengan la energía almacenada, p. ej., procedentes de la producción por hilatura en estado de fusión. La energía almacenada puede medirse, p. ej., mediante medición de DSC, donde puede observarse en forma de acontecimiento exotérmico.

Además, se ha probado durante cuánto tiempo las fibras 10 de AlSi1 y CuSi4, respectivamente, tienen que calentarse a determinadas temperaturas hasta que alcanzan su forma redonda idealizada. Las fibras de AlSi1 tenían una estructura en forma de cinta con una longitud promedio de 30 mm, una anchura promedio de 75 µm y un grosor promedio de 15 µm. Las fibras de CuSi4 tenían una estructura en forma de cinta con una longitud promedio de 20 mm, una anchura promedio de 35 µm y un grosor promedio de 7 µm. Para estas pruebas, las fibras se calentaron durante 1 min a la temperatura de fijación determinada que se indica en la tabla siguiente. Dichas temperaturas de fijación se mantuvieron durante algún tiempo, antes de un enfriamiento natural rápido durante 30 seg a unos 500 °C y unos 20 min a temperatura ambiente para el CuSi4 y durante 30 seg a unos 330 °C y 15 min a temperatura ambiente para el AlSi1. Tras el enfriamiento, se examinaron las fibras para determinar si tenían una sección transversal redondeada. Los experimentos se repitieron con tiempos de fijación crecientes a las respectivas temperaturas de fijación. Los resultados de estas pruebas se indican en la tabla siguiente:

| Material de la fibra | Temperatura de fijación en °C | Tiempo en minutos hasta que las fibras tienen una sección transversal redonda |
|----------------------|-------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|
| AlSi1                | 630                           | 30                                                                            |
| AlSi1                | 660                           | 5                                                                             |
| CuSi4                | 850                           | 30                                                                            |
| CuSi4                | 900                           | 15                                                                            |
| CuSi4                | 950                           | 5                                                                             |

Se puede ver claramente que cuanto mayor es la temperatura de fijación seleccionada, menos tiempo se tiene para sinterizar las fibras 10 entre sí sin que éstas transformen su forma exterior. Asimismo, se observa que la temperatura depende claramente del material del que están hechas las fibras 10. Además, el tamaño de la fibra, en particular el grosor y la anchura tienen cierta influencia en la velocidad con la que la forma transversal de la fibra se transforma de plana a redonda. Los experimentos anteriores demostraron cómo el experto puede determinar fácilmente las condiciones adecuadas por simple ensayo y error para cada material de fibra.

Aunque las fibras metálicas que difieren en cuanto a su material y/o dimensiones pueden requerir condiciones diferentes para fijarse entre sí, los estudios empíricos anteriores demuestran que si el tiempo durante el cual las fibras

10 se sinterizan entre sí se reduce al mínimo, dichas fibras 10 pueden conectarse a una red sin que las fibras 10 cambien de longitud, forma y/o diámetro.

La Figura 4 muestra una red sinterizada convencionalmente de fibras 10 previamente planas. Puede verse claramente la formación de constricciones 15 e interrupciones 16 de las fibras 10. Además, la sección transversal de las fibras se transformó de plana a redonda. La formación de cuellos de sinterización, es decir, constricciones, corresponde a la teoría actual como se describe en relación con la Figura 1.

La Tabla 1 muestra las temperaturas de sinterización (tiempo de mantenimiento 1 min en cada caso) para las fibras 10 de CuSi4 no tratadas térmicamente (como las obtenidas de la hilatura en estado de fusión) y para las templadas (1 hora a 300 °C en atmósfera de argón) con una estructura similar a una cinta que tiene una longitud promedio de 20 mm, una anchura promedio de 35 µm y un grosor promedio de 7 µm. La Tabla 2 muestra análogamente lo mismo para las fibras 10 de AlSi1 que tiene una longitud promedio de 30 mm, una anchura promedio de 75 µm y un grosor promedio de 15 µm. Se hicieron comparaciones entre fibras sin tratar y fibras templadas, utilizando un horno tubular en una atmósfera de gas protector (argón) que proporciona velocidades de calentamiento de 10 K/min. Se ha comprobado que se necesita una temperatura de al menos 950 °C y un tiempo de mantenimiento de al menos 1 hora para las fibras 10 de CuSi4 templadas con el fin de sinterizar las fibras 10 entre sí. Después de la sinterización, las fibras 10 previamente templadas son casi perfectamente redondas y, en algunos casos, están fuertemente restringidas en longitud por constricciones 15 e interrupciones 16. En cambio, la sinterización de las fibras de CuSi4 no tratadas térmicamente comienza a temperaturas significativamente más bajas (entre 890 y 910 °C) en comparación con las fibras templadas (comienzo de la sinterización por encima de 950 °C) y se completa en 0,5 a 5 minutos para las fibras de CuSi4 y en 0,5 a 5 minutos para las fibras de AlSi1, dependiendo de la temperatura de fijación, requiriendo las temperaturas de fijación más bajas tiempos de fijación más largos.

Tabla 1: Parámetros de sinterización de CuSi4

| Temperatura de fijación °C | fibras no tratadas térmicamente   | fibras templadas                     |
|----------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|
| 890                        | no sinterizadas                   | no sinterizadas                      |
| 910                        | sinterizadas                      | no sinterizadas                      |
| 930                        | sinterizadas                      | no sinterizadas                      |
| 950                        | sinterizadas                      | no sinterizadas; inicio del redondeo |
| 970                        | sinterizadas; inicio del redondeo | sinterizadas; redondeadas            |

Tabla 2: Parámetros de sinterización de AlSi1.

| temperatura °C | fibras no tratadas térmicamente | fibras templadas                  |
|----------------|---------------------------------|-----------------------------------|
| 620            | no sinterizadas                 | no sinterizadas                   |
| 630            | sinterizadas                    | no sinterizadas                   |
| 640            | sinterizadas                    | sinterizadas; inicio del redondeo |
| 660            | sinterizadas                    | sinterizadas; redondeadas         |

Experimentos comparativos con fibras 10 relajadas (tratadas térmicamente durante 1 h a 300 °C en gas protector, ningún cambio de forma, solo degradación de los defectos y liberación de las energías almacenadas) muestran que la sinterización aquí descrita no es posible o solo lo es a temperaturas más elevadas en comparación con las fibras 10 que no fueron tratadas. Para las fibras relajadas, la ventana de temperatura entre el inicio de la sinterización y el cambio de forma de la fibra es muy estrecha. Sin embargo, cuando se usan fibras que tienen energía almacenada, p. ej., fibras que muestran una señal exotérmica durante la medición de DSC, la ventana de temperatura para sinterizar las fibras entre sí sin que se redondeen, es mucho más amplia. Con las lentas velocidades de calentamiento y enfriamiento de los procesos de sinterización conocidos, las fibras 10 experimentan un proceso de relajación antes de alcanzar las temperaturas de sinterización, liberando la energía almacenada demasiado pronto, por lo que no está disponible para impulsar el proceso de sinterización. Cuando se aplican velocidades de calentamiento bajas, las fibras se templan antes de alcanzar la temperatura de sinterización. En consecuencia, se comportarán de forma similar a las fibras templadas indicadas en las tablas 1 y 2. Cuanto mayor sea la energía almacenada en las fibras 10 durante el proceso de fabricación, más bajos pueden ser la temperatura y el tiempo de sinterización necesarios.

La mayor energía posible puede introducirse a través de altas velocidades de enfriamiento, p. ej., mediante el conocido proceso de hilatura en estado de fusión. Debido a los mecanismos fundamentales del proceso, el método de acuerdo con la invención puede transferirse a casi todos los materiales metálicos, metálicos-inorgánicos y aleaciones comparables, siempre que se almacene suficiente energía en ellos.

La Figura 5 muestra fibras 10 de CuSi4 que han sido sinterizadas con el método de acuerdo con la invención de tal manera que han conservado su forma plana original. La Figura 6 muestra lo mismo para las fibras 10 de AlSi1. Puede verse claramente que las fibras 10 de las Figuras 5 y 6 tienen una anchura casi constante a lo largo de su longitud, es decir, no se formaron constricciones 15 ni siquiera interrupciones 16 que puedan conducir a una destrucción completa de las fibras 10. Es decir, la anchura de las fibras 10 en la red de acuerdo con la invención no varía en más del 40 %, preferentemente ni siquiera en más del 30 %.

Por último, la Figura 7 muestra una red de fibras 10 de AlSi1 sinterizadas con una sección transversal plana y cuyas superficies se han limpiado con la etapa de limpieza mencionada antes de calentar dichas fibras 10 a la temperatura de fijación. En la Figura 7 puede observarse que las superficies de las fibras 10 parecen más lisas en comparación con las fibras de AlSi1 mostradas en la Figura 6. Por tanto, se puede concluir que las superficies de las fibras 10 se han limpiado de las impurezas que estaban presentes anteriormente. Tales impurezas se producen a menudo como subproducto de los procesos de fabricación de las fibras 10 que no pueden evitarse. Por tanto, para conseguir un buen resultado de sinterización, la etapa adicional de limpieza de las fibras 10 calentándolas a una temperatura seleccionada en el intervalo del 40 % al 60 % de su punto de fusión puede ser una opción preferida.

Para demostrar la eficacia de la etapa adicional de limpieza de las fibras 10, se han realizado tres experimentos para demostrar las ventajas de la etapa de limpieza.

#### **Experimento 1: Sinterización de fibras metálicas (hilatura en estado de fusión) en un horno de elementos calefactores cerámicos**

Para el experimento 1 se ha utilizado un horno autoconstruido que incluye un elemento calefactor cerámico. Una pluralidad de fibras 10 fabricadas con una aleación de aluminio y silicio (1 % en peso de Si en Al) y producidas mediante hilatura en estado de fusión convencional (como se ha explicado anteriormente) se ha colocado en las superficies de calentamiento del horno. A continuación, las superficies calefactoras calentaron las fibras 10 en 4 minutos hasta una temperatura de 640 °C, lo que se corresponde a una velocidad media de calentamiento de aproximadamente 155 K/min. A este respecto, se observa adicionalmente que los hornos comúnmente conocidos comienzan a calentar a una velocidad de calentamiento más elevada y tienden a reducir la velocidad de calentamiento en cuanto alcanzan temperaturas más altas.

Después de calentar las fibras 10 a la temperatura de fijación antes mencionada de 640 °C, dicha temperatura se mantuvo durante 10 segundos, 20 segundos, 30 segundos y 60 segundos, respectivamente. De este modo, todas las fibras 10 se conectaron, es decir, se sinterizaron, independientemente del tiempo que las fibras 10 hayan permanecido a dicha temperatura de fijación.

La siguiente etapa de enfriamiento se realizó de forma natural, es decir, las fibras 10 se enfriaron sin interferencias externas. Al cabo de aproximadamente 1 minuto, la temperatura de las fibras 10 ya estaba por debajo de 500 °C, y a continuación por debajo de 300 °C al cabo de aproximadamente 5 minutos, lo que corresponde a una velocidad media de enfriamiento de aproximadamente 68 K/min para enfriar las fibras desde 640 °C hasta 300 °C.

Como resultado se pudo observar que las fibras 10 sinterizaban entre sí sin cambiar las secciones transversales durante dicho proceso.

El experimento 1 anterior se realizó además en un gas protector (es decir, Ar) para impedir que las fibras 10 se oxidaran.

#### **Experimento 2: Sinterización de fibras metálicas (rueda de extracción) en un horno con elementos calefactores cerámicos**

Este experimento 2 se realizó de la misma manera que el experimento 1. Sin embargo, aunque las fibras 10 utilizadas fueran de la misma aleación, es decir, AlSi1, se han producido con el llamado método de la rueda de extracción. Dicho método de rueda de extracción es un método comúnmente conocido para producir fibras (metálicas) (véase p. ej., Cramer, A., *et al.*, *Tailored magnetic fields in the melt extraction of metallic filaments*. Metallurgical and Materials Transactions B, 2009. 40(3): págs. 337-344; o Park, M.H., Y.S. Song, y J.H. Won. *A Study on the Fabrication of Metal Fiber by Fine Melt Extraction Process*. en *Advanced Materials Research*. 2007. Trans Tech Publ.). Debido al uso del método de la rueda de extracción, las fibras 10 producidas con el mismo eran más ásperas, es decir, no tan finas, como las producidas por hilatura en estado de fusión.

Por lo tanto, se ha colocado adicionalmente una cubierta protectora sobre las fibras 10, de tal manera que la pluralidad de fibras 10 puedan conectarse mejor entre sí.

Tras realizar las etapas de calentamiento y enfriamiento en las mismas condiciones mencionadas anteriormente, se pudo observar que también estas fibras 10 sinterizadas no cambiaron sus secciones transversales después del proceso de sinterización de tal manera que todavía comprendían sus secciones transversales en forma de media luna

(causada por el método de producción), incluso después de ser conectadas entre sí.

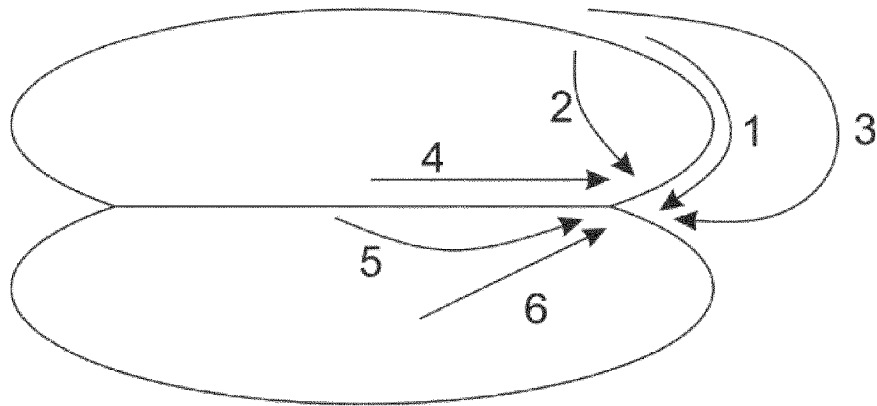
**Experimento 3: Sinterización de fibras metálicas (hilatura en estado de fusión) en un horno de elementos calefactores cerámicos con un proceso de limpieza adicional**

- 5 Este experimento 3 se ha realizado de la misma manera que el experimento 1. Sin embargo, las fibras 10 se han calentado adicionalmente a una temperatura de aproximadamente 400 °C antes de ser sinterizadas entre sí para demostrar que pueden quedar impurezas y/o aditivos en las superficies de las fibras 10 durante su producción. Como ejemplo, se han utilizado un aceite de parafina fina, así como PVA (alcohol polivinílico). En ambos casos, las fibras 10
- 10 se han mantenido a la temperatura de limpieza antes mencionada durante aproximadamente 5 minutos, de tal manera que los aditivos presentes en las superficies se descompusieron y pudieron eliminarse con una corriente de gas aplicada en el lugar de ensamblaje 12 de las fibras 10.
- 15 Después de retirar los aditivos descompuestos, es decir, evaporados/descompuestos/quemados, desde el lugar de ensamblaje 12 las fibras se han calentado desde 400 °C hasta la temperatura de fijación de 640 °C en aproximadamente 2 minutos, es decir, a una velocidad media de calentamiento de aproximadamente 70 K/min. Igual que en el experimento 1, dicha temperatura de fijación se ha mantenido durante varios segundos antes de enfriarse de nuevo a una velocidad media de enfriamiento de aproximadamente 68 K/min.
- 20 Se pudo comprobar de nuevo que las fibras seguían teniendo las mismas secciones transversales que antes y que además no habían quedado residuos en sus superficies. Esto puede observarse en la Figura 7, que muestra las fibras 10 sinterizadas que siguen teniendo una sección transversal plana y que no muestran ningún residuo de aceite de parafina y/o PVA en sus superficies.
- 25 Por tanto, tras comparar los tres experimentos anteriores 1 a 3, se podía ver que, en general, la etapa adicional de limpieza no es necesaria para poder sinterizar las fibras unas con otras sin que cambien sus secciones transversales. Sin embargo, la etapa adicional de limpieza puede ayudar a mejorar la calidad de la sinterización, ya que las superficies limpias resultantes pueden conectarse mejor entre sí en comparación con las superficies contaminadas.

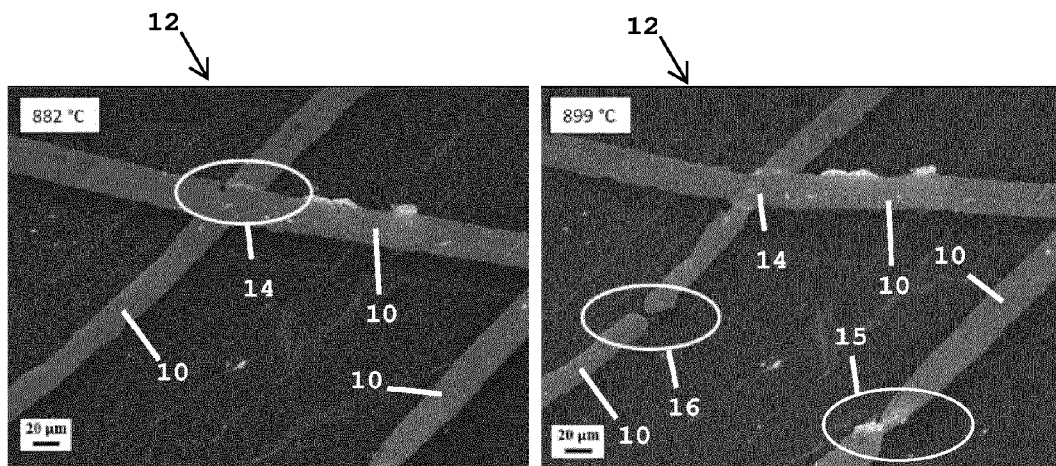
# REIVINDICACIONES

1. Método de ensamblaje de una red de fibra que comprende una pluralidad de fibras metálicas (10), en donde el método comprende las siguientes etapas:
  - 5 - proporcionar una red suelta a partir de la pluralidad de fibras metálicas (10) en un lugar de ensamblaje (12);
  - fijar la pluralidad de fibras metálicas (10) entre sí mediante la formación de puntos de contacto (14) entre las fibras metálicas (10) individuales mediante las siguientes etapas de:
    - calentar la pluralidad de fibras (10) a una velocidad de calentamiento superior a 50 K/min, en particular superior a 100 K/min, especialmente superior a 200 K/min, preferentemente superior a 1000 K/min, a una temperatura de fijación seleccionada en el intervalo del 50 al 98 % de la temperatura de su punto de fusión; y
    - 10 enfriar la pluralidad de fibras (10) a una velocidad de enfriamiento superior a 50 K/min, preferentemente superior a 100 K/min.
2. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además una etapa de mantenimiento de dicha temperatura de fijación durante un tiempo de fijación seleccionado en el intervalo de 0 segundos a 30 minutos, en particular en el intervalo de 0 segundos a 15 minutos, preferentemente en el intervalo de 0 segundos a 5 minutos, llevándose a cabo dicha etapa de mantenimiento de dicha temperatura de fijación antes de enfriar la pluralidad de fibras.
3. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, que comprende una etapa adicional que debe llevarse a cabo antes de la etapa de fijación de la pluralidad de fibras entre sí, comprendiendo dicha etapa adicional limpiar la pluralidad de fibras calentando la pluralidad de fibras a una temperatura de limpieza seleccionada en el intervalo del 20 al 60 % de la temperatura de fusión de las fibras, en particular desde la temperatura ambiente hasta el 60 % de la temperatura de fusión de las fibras,
  - 25 en donde la etapa de limpieza de la pluralidad de fibras comprende opcionalmente aplicar un flujo de gas en el lugar de ensamblaje, y/o
  - en donde la etapa de limpieza de la pluralidad de fibras comprende opcionalmente reducir la presión atmosférica en el lugar de ensamblaje, preferentemente a una presión inferior a 80 kPa, más preferentemente inferior a 50 kPa, aún más preferentemente inferior a 10 kPa, en particular inferior a 1 kPa, inferior a 0,1 kPa o incluso a 0,0001 kPa o menos,
  - 30 y/o
  - en donde dicha etapa adicional de limpieza comprende opcionalmente determinar un compuesto a eliminar y seleccionar una reducción de la presión y/o el aumento de la temperatura basados en una curva de presión de vapor de dicho compuesto a eliminar, y comprende en particular además, reducir la presión y/o aumentar la temperatura basándose en la curva de presión de vapor, ya sea de forma escalonada o continua.
4. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde antes de fijar la pluralidad de fibras metálicas (10) entre sí, el método comprende además una etapa de someter la pluralidad de fibras metálicas (10) a una presión predeterminada, que es en particular inferior a 1 GPa.
5. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde se proporciona un gas protector en dicho lugar de ensamblaje (12), tal como argón, Ar-W5 (5 % en vol. de H2 en Ar), Ar-W2 (2 % en vol. de H2 en Ar), un gas formador (5 % en vol. de H2 en N2) u otros gases nobles.
6. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde la etapa de calentamiento de las fibras (10) se lleva a cabo mediante un horno de inducción, horno de infrarrojos, elementos calefactores cerámicos de alta temperatura y/u hornos de zona tales como, por ejemplo, hornos transportadores, en donde la etapa de calentamiento se realiza preferentemente mediante un horno continuo.
7. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde la temperatura de fijación se selecciona en el intervalo del 80 al 98 %, en particular en el intervalo del 90 al 98 %, de la temperatura del punto de fusión de las fibras metálicas.
8. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde las etapas de calentamiento de la pluralidad de fibras, la etapa opcional de mantener una temperatura de fijación y la etapa de enfriar la pluralidad de fibras se llevan a cabo en un período de tiempo predeterminado que es inferior a 30 minutos, preferentemente inferior a 15 minutos, en particular inferior a 5 minutos, especialmente inferior a 1 minuto.
9. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde en la etapa de enfriamiento de las fibras, la velocidad de enfriamiento se mantiene superior a 50 K/min, preferentemente superior a 100 K/min, hasta que las fibras se enfríen a una temperatura igual o inferior al 60 % de la temperatura del punto de fusión de las fibras metálicas.
10. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras metálicas (10) tienen una longitud de 1,0 mm o más y/o una anchura de 100 µm o menos y/o un grosor de 50 µm o menos.

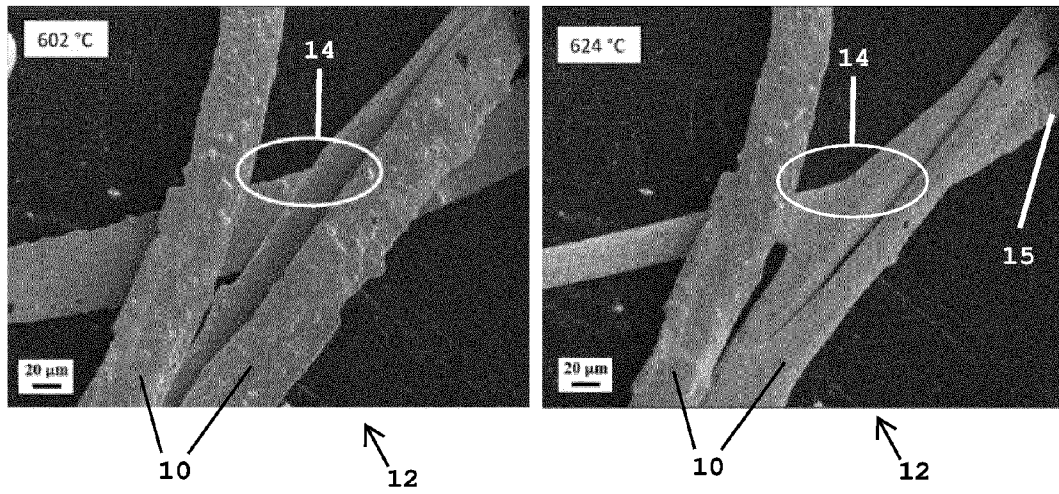
11. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde la anchura de las fibras a lo largo de su longitud cambia menos de un 20 %, más preferentemente menos de un 10 %, aún más preferentemente menos de un 5 % o, lo más preferentemente, menos de un 1 %, en comparación con la anchura inicial de las fibras antes de realizar la etapa de calentamiento de la pluralidad de fibras, y/o en donde las fibras metálicas (10) antes y/o después de fijarlas entre sí muestran un acontecimiento exotérmico cuando se calientan en una medición de DSC, en donde el acontecimiento exotérmico libera energía preferentemente en una cantidad de 0,1 kJ/g o más, más preferentemente en una cantidad de 0,5 kJ/g o más, aún más preferentemente en una cantidad igual o superior a 1,0 kJ/g y lo más preferentemente en una cantidad igual o superior a 1,5 kJ/g, y/o en donde las fibras metálicas (10) tienen una sección transversal no redonda, en particular una sección transversal rectangular, cuadrática, parcialmente circular o elíptica con un eje grande y un eje pequeño, en donde una relación entre el eje pequeño y el eje grande se encuentra opcionalmente en el intervalo de 1 a 0,05, preferentemente en el intervalo de 0,7 a 0,1, en particular en el intervalo de 0,5 a 0,1.
12. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras metálicas (10) están en contacto eléctrico entre sí.
13. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras metálicas (10) están en contacto eléctrico directo entre sí.
14. El método de ensamblaje de una red de fibra de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras metálicas (10) contienen al menos uno de cobre, plata, oro, níquel, paladio, platino, cobalto, hierro, cromo, vanadio, titanio, aluminio, silicio, litio, manganeso, boro, combinaciones de los anteriores y aleaciones que contengan uno o más de los anteriores, tales como CuSn8, CuSi4, AlSi1, Ni, acero inoxidable, Cu, Al o aleaciones vitrovac.
15. Red de fibras metálicas que se puede obtener mediante el método de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, que comprende una pluralidad de fibras metálicas fijadas entre sí en puntos de contacto (14); en donde las fibras metálicas (10) tienen una sección transversal no redonda, en particular una sección transversal rectangular, cuadrática, parcialmente circular o elíptica con un eje grande y un eje pequeño, o en donde las fibras metálicas (10) tienen una sección transversal redonda, y en donde las fibras (10) tienen una anchura que es generalmente constante a lo largo de una longitud de la fibra de tal manera que una variación de la anchura de la fibra a lo largo de su longitud es inferior al 40 %, preferentemente inferior al 30 %, en particular inferior al 20 %.



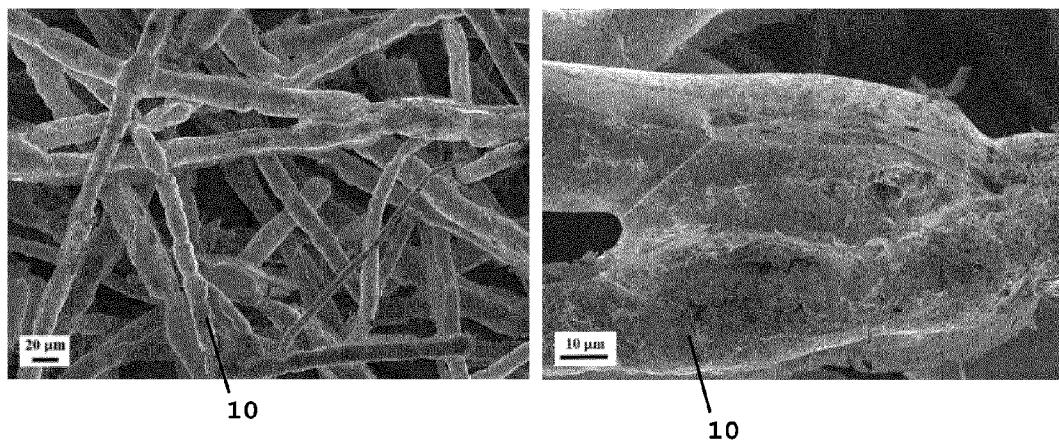
**FIG. 1**



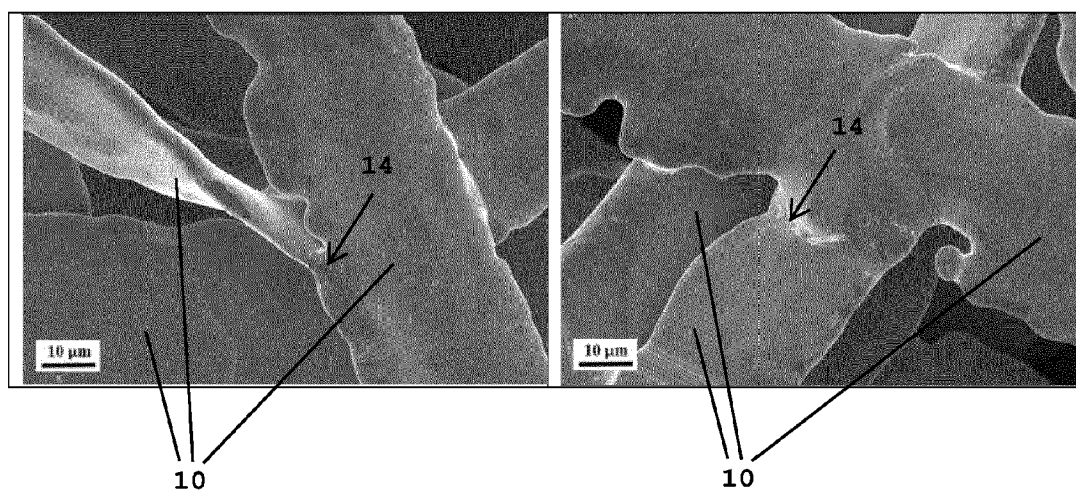
**FIG. 2**



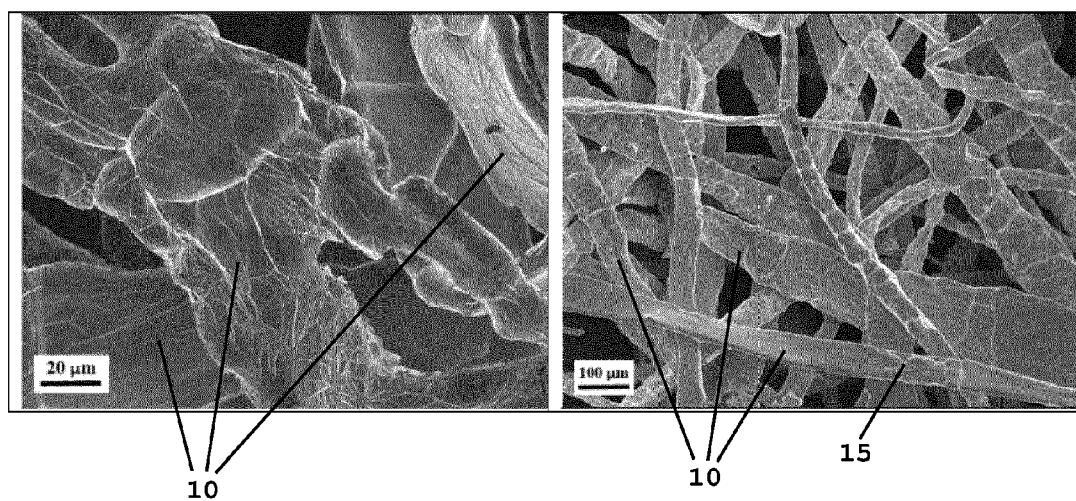
**FIG. 3**



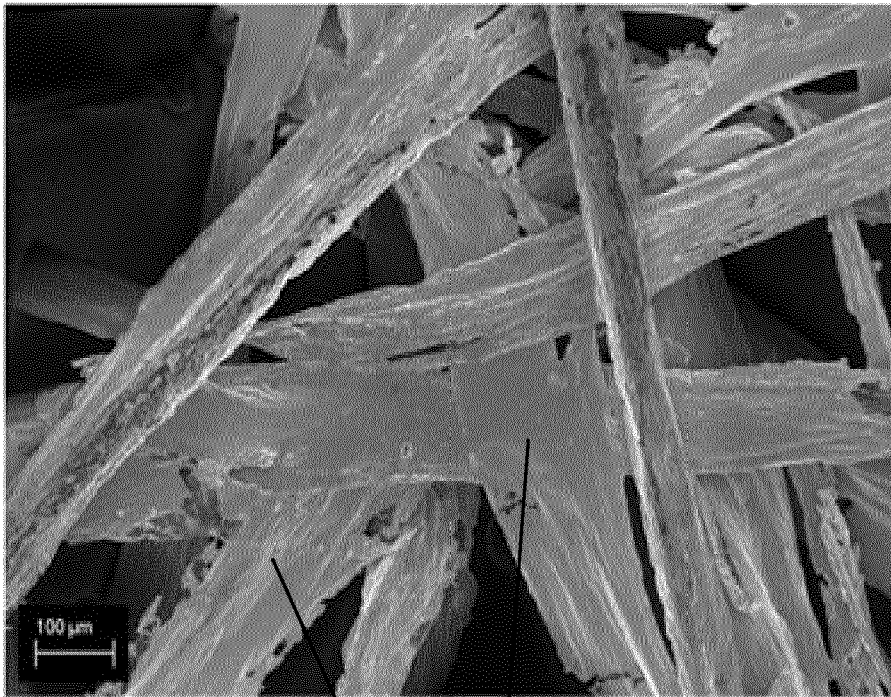
**FIG. 4**



**FIG. 5**



**FIG. 6**



10

**FIG. 7**