

República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) PI0617554-6 A2



\* B R P I 0 6 1 7 5 5 4 A 2 \*

(22) Data de Depósito: 29/09/2006  
(43) Data da Publicação: 26/07/2011  
(RPI 2116)

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

(54) Título: MEIO DE FILTRAGEM, PROCESSO DE FORMAÇÃO DE MEIO DE FILTRAGEM, FILTRO E MÉTODO DE REMOÇÃO DE PARTICULADOS DE UM LÍQUIDO

(30) Prioridade Unionista: 30/09/2005 US 11/240,517

(73) Titular(es): E.I. Du Pont de Nemours and Company

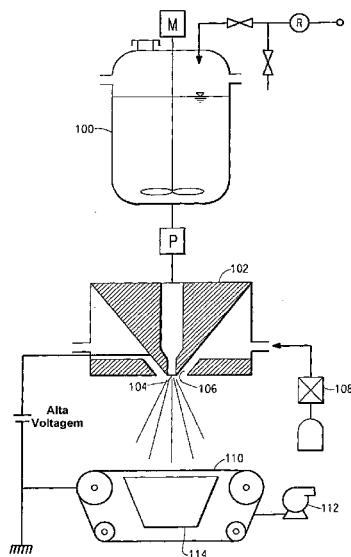
(72) Inventor(es): Hageun Suh, Henricus Jacobus Cornelis Gommeren, Rachel Elizabeth Montejo, W. Douglas Bates III

(74) Procurador(es): Priscila Penha de Barros Thereza

(86) Pedido Internacional: PCT US2006038096 de 29/09/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/041311de 12/04/2007

(57) Resumo: MEIO DE FILTRAGEM, PROCESSO DE FORMAÇÃO DE MEIO DE FILTRAGEM, FILTRO E MÉTODO DE REMOÇÃO DE PARTICULADOS DE UM LÍQUIDO descritas meios de filtragem que incluem pelo menos uma camada de nanofibras que possuem diâmetro médio de menos de mil nanômetros com camada(s) de forro opcional(is) para filtragem de material particulado em líquido. Os meios atingem velocidades de fluxo de pelo menos 0,055 L/min/cm<sup>2</sup> em níveis de solidez relativamente altos. Também se descobriu que os meios possuem convenientemente velocidades de fluxo não redutoras à medida que as pressões diferenciais aumentam de 14 kPa a 100 kPa.



**“MEIO DE FILTRAGEM, PROCESSO DE FORMAÇÃO DE MEIO DE  
FILTRAGEM, FILTRO E MÉTODO DE REMOÇÃO DE PARTICULADOS DE  
UM LÍQUIDO”**

**CAMPO DA INVENÇÃO**

5           A presente invenção refere-se a meios de filtragem que compreendem uma ou mais camadas de nanofibras. Os meios de filtragem são especialmente apropriados para a filtragem de contaminantes de líquidos.

**ANTECEDENTES DA INVENÇÃO**

Meios de filtragem de líquidos são geralmente classificados em 10 um dentre dois tipos. Um tipo são os não-tecidos fibrosos, que incluem, mas sem limitar-se ao spunbonded (por fiação contínua), melt blown (soprados por fusão) ou spunlaced (hidroentrelaçado) formados a partir de fibras contínuas, não tecidos hidroentrelaçados formados a partir de fibra básica cardada e que 15 são fabricados a partir de combinação das tecnologias acima. Meios não-tecidos para filtragem de líquidos possuem tamanhos de poro de mais de 1 µm. O segundo tipo de meios de filtragem de líquidos é membrana de filme poroso que pode ser utilizada sem sustentação ou em conjunto com camada de suporte. Membranas de filtragem possuem tamanhos de poros de menos de 20 0,01 µm e são tipicamente utilizadas para realizar tarefas de filtragem fina, tais como microfiltragem em que particulados na faixa de cerca de 0,1 µm a cerca de 10 µm são filtrados do líquido, ultrafiltragem em que particulados na faixa de cerca de 50 nm a cerca de 0,5 µm são filtrados e osmose reversa em que matéria na faixa de cerca de 1 Å a cerca de 1 nm é filtrada. Meios não-tecidos e membranas são ambos apropriados para uso em microfiltragem.

25           A fim de atingir retenções de partículas equivalentes a tamanhos de poro de menos de 1 µm com meios não-tecidos, foram elaborados meios não-tecidos com maior profundidade aumentando-se a quantidade de camadas de material fibroso. Isso desejavelmente resulta em aumento da tortuosidade

de trajeto com defeito através do qual partícula contaminante necessitaria passar para escapar da captura pelo meio e aumento da capacidade de retenção de contaminantes do meio. O aumento da quantidade de camadas fibrosas em meios não-tecidos também aumenta indesejavelmente a queda de pressão ou pressão diferencial ao longo dos meios sendo utilizados, o que se traduz em aumento da energia para o usuário do filtro e vida do filtro mais curta. Membranas, por outro lado, podem oferecer combinação de boa retenção de partículas, queda de pressão e fluxo, mas tendem a ter custo proibitivo e não fornecem boa capacidade de retenção de contaminantes ao longo de toda a faixa de queda de pressão, de forma a limitar a vida de filtros que utilizam membranas.

A Patente US nº 2004/0038014A descreve a filtragem de meio não-tecido para a filtragem de contaminantes de ar ou líquidos, em que o meio compreende uma única camada ou várias camadas de fibras finas. A fibra fina é formada por meio de processo de fiação eletrostática que utiliza aparelho que inclui dispositivo emissor e grade que possui campo eletrostático de alta voltagem mantido entre eles. Solução de polímero em solvente é fornecida ao dispositivo emissor do qual uma gotícula da solução é acelerada pelo campo eletrostático em direção à grade, mediante o quê o solvente evapora e o polímero é depositado em fibra fina e recolhido na forma de fibra seca sobre substrato de recolhimento localizado entre o dispositivo emissor e a grade.

Polímeros sintéticos foram formados em teias com fibras de diâmetro muito pequeno, ou seja, da ordem de alguns micrômetros ou menos de 1 µm, utilizando vários processos que incluem sopro por fusão, fiação eletrostática e eletro-sopro. Essas teias são úteis como materiais de barreira de líquidos e filtros. Freqüentemente, elas são combinadas com folhas mais fortes para formar compostos, em que as folhas mais fortes fornecem a resistência para atender às necessidades do produto de filtro final.

Seria desejável ter meio de filtragem não-tecido apropriado para a filtragem de contaminantes de líquidos que forneça combinação aprimorada de queda de pressão e velocidade de fluxo. Acredita-se que esse meio forneceria maior longevidade do filtro.

5                   DESCRÍÇÃO RESUMIDA DA INVENÇÃO

Em primeira realização, a presente invenção refere-se a meio de filtragem que comprehende pelo menos uma camada de nanofibras de nanofibras poliméricas em que as nanofibras possuem diâmetros médios de fibra de menos de cerca de 1 µm e o meio de filtragem possui tamanho de poros de fluxo médio de cerca de 0,5 µm a cerca de 5,0 µm, solidez de cerca de 15% em volume a cerca de 90% em volume e velocidade de fluxo ao longo do meio de mais de cerca de 0,055 L/min/cm<sup>2</sup> de água sob pressão diferencial de 69 kPa (10psi).

Segunda realização da presente invenção refere-se a processo de formação de meio de filtragem que comprehende as etapas de fornecimento de aparelho de fiação de fibras finas compreendendo feixe de fiação que comprehende pelo menos um feixe de fiação que comprehende bocal de fiação, bocal de injeção de gases de sopro e coletor, em que o feixe de fiação e o coletor possuem campo eletrostático de alta voltagem mantido entre eles, fornecimento ao bocal de fiação solução de polímero que comprehende polímero e solvente, descarregamento compressivo da solução de polímero do bocal de fiação e sopro da mencionada solução com gás de sopro descarregado do mencionado bocal de injeção de gás para formar teia fibrosa de nanofibras e recolhimento da teia fibrosa que possui peso base de cerca de 2 g/m<sup>2</sup> a cerca de 100 g/m<sup>2</sup>, conforme medido em base seca, em aparelho de recolhimento móvel em uma única passagem abaixo do feixe de fiação isolado.

Outra realização da presente invenção refere-se a filtro que comprehende meio de filtragem que contém pelo menos uma camada de

nanofibras de nanofibras poliméricas em que as nanofibras possuem diâmetros médios de fibra de menos de cerca de 1 µm e o meio de filtragem possui tamanho médio de poro de fluxo de cerca de 0,5 µm a cerca de 5,0 µm, solidez de cerca de 15% em volume a cerca de 90% em volume e velocidade de fluxo ao longo do meio de mais de cerca de 0,055 L/min/cm<sup>2</sup> de água sob pressão diferencial de 69 kPa (10psi).

Outra realização da presente invenção refere-se a método de remoção de particulados de líquido que compreende a passagem do líquido que contém particulados através do meio de filtragem que compreende pelo menos uma camada de nanofibras de nanofibras poliméricas em que as nanofibras possuem diâmetros médios de fibra de menos de cerca de 1 µm e o meio de filtragem possui tamanho médio de poros de fluxo de cerca de 0,5 µm a cerca de 5,0 µm, solidez de cerca de 15% em volume a cerca de 90% em volume e velocidade de fluxo ao longo do meio de mais de cerca de 0,055 L/min/cm<sup>2</sup> de água sob pressão diferencial de 69 kPa (10psi).

#### BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

As figuras anexas, que são incorporadas ao presente relatório descritivo e dele constituem parte, ilustram as realizações da presente invenção contempladas no presente e, junto com o relatório descritivo, servem para explicar os princípios da presente invenção.

A Figura 1 é esquema de aparelho de preparação de teias de nanofibras do estado da técnica para a preparação de meio de filtragem de acordo com a presente invenção.

A Figura 2 é gráfico de velocidade de fluxo específica contra pressão diferencial ao longo de meios de filtragem de acordo com a presente invenção.

#### DESCRÍÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a meios de filtragem para a remoção de agentes deterioradores ou contaminantes de líquido, em que os meios de

filtragem incluem pelo menos uma camada de nanofibras, processo de formação dos meios de filtragem e processo de remoção de particulados de líquido.

O termo “nanofibras” designa fibras que possuem diâmetros que variam de algumas dezenas de nanômetros até várias centenas de 5 nanômetros, mas geralmente menos de um micrômetro.

As expressões “meio de filtragem” ou “meios de filtragem” designam material ou coleção de materiais através do qual passa fluido que conduz particulados, com deposição concomitante e pelo menos temporária do material particulado no material ou sobre ele.

10 As expressões “fluxo” e “velocidade de fluxo” são utilizadas de forma intercambiável para designar a velocidade em que volume de fluido passa através de meio de filtragem de uma dada área.

O meio de filtragem de acordo com a presente invenção inclui pelo menos uma camada de nanofibras de nanofibras poliméricas. As 15 nanofibras possuem diâmetros médios de fibra de menos de cerca de 1 µm, preferencialmente cerca de 0,1 µm a cerca de 1 µm. O meio de filtragem possui tamanho médio de poros de fluxo de cerca de 0,5 µm a cerca de 5,0 µm. O meio de filtragem possui solidez de pelo menos cerca de 15% em volume, até cerca de 15% em volume a cerca de 90% em volume e mesmo cerca de 30% 20 em volume a cerca de 75% em volume. O meio de filtragem possui velocidade de fluxo através do meio de mais de cerca de 0,055 l/min/cm<sup>2</sup> de água sob pressão diferencial de 69 kPa. O meio de filtragem possui espessura de cerca de 10 µm a cerca de 600 µm, até cerca de 30 µm a cerca de 130 µm. O meio 25 de filtragem possui peso base de cerca de 2 g/m<sup>2</sup> a cerca de 100 g/m<sup>2</sup>, até cerca de 15 g/m<sup>2</sup> a cerca de 90 g/m<sup>2</sup>.

O meio de filtragem pode consistir unicamente de nanofibras ou pode ser combinação de camada de nanofibras com substrato poroso (também denominado forro) para suporte estrutural.

Os polímeros apropriados para uso na presente invenção incluem polímeros termoplásticos e termo-retráteis. Os polímeros apropriados para uso na presente invenção incluem, mas sem limitar-se a poliimida, poliamida alifática, poliamida aromática, polissulfona, acetato de celulose, poliéster sulfona, poliuretano, poli(uréia uretano), polibenzimidazol, polieterimida, poliacrilonitrila, tereftalato de (poli)etileno, polipropileno, polianilina, óxido de (poli)etileno, naftalato de (poli)etileno, tereftalato de (poli)butileno, borracha de estireno butadieno, poliestireno, cloreto de (poli)vinila, álcool (poli)vinílico, fluoreto de (poli)vinilideno, poli(vinil butileno), seus copolímeros ou compostos derivados e suas combinações.

O processo de fabricação da(s) camada(s) de nanofibras do meio de filtragem é descrito na Publicação Internacional WO 2003/080905 (Número de Série 10/822.325), que é incorporada ao presente como referência. A Figura 1 é diagrama esquemático de aparelho de eletro-sopro útil para a condução do processo de acordo com a presente invenção utilizando eletro-sopro (ou “fiação eletro soprada”) conforme descrito na Publicação Internacional WO 2003/080905. Este método de eletro-sopro do estado da técnica compreende a alimentação de solução de polímero em solvente da câmara de mistura 100, através de feixe de fiação 102, para bocal de fiação 104 ao qual é aplicada alta voltagem, enquanto gás comprimido é dirigido para a solução de polímeros em fluxo de gás de sopro 106 à medida que sai do bocal para formar nanofibras e recolhimento das nanofibras em teia sobre coletor aterrado 110 a vácuo criado pela câmara de vácuo 114 e soprador 112.

Em realização da presente invenção, o meio de filtragem compreende uma única camada de nanofibras fabricada por meio de passagem isolada de aparelho de recolhimento móvel posicionado entre o feixe de fiação e o coletor ao longo do processo. Apreciar-se-á que a teia fibrosa pode ser formada por um ou mais feixes de fiação em funcionamento

simultaneamente acima do mesmo aparelho de recolhimento móvel.

Em realização da presente invenção, uma única camada de nanofibras é elaborada por meio de depósito de nanofibras a partir de um único feixe de fiação em uma única passagem do aparelho de recolhimento móvel, 5 em que a camada de nanofibras possui peso base de cerca de 2 g/m<sup>2</sup> a cerca de 100 g/m<sup>2</sup>, até cerca de 10 g/m<sup>2</sup> a cerca de 90 g/m<sup>2</sup> e mesmo cerca de 20 g/m<sup>2</sup> a cerca de 70 g/m<sup>2</sup>, conforme medido em base seca, ou seja, após a evaporação ou remoção do solvente residual.

O aparelho de recolhimento móvel é preferencialmente correia de 10 recolhimento móvel posicionada dentro do campo eletrostático entre o feixe de fiação 102 e o coletor 110. Após o recolhimento, a camada de nanofibras isolada é dirigida a rolo de enrolamento e sobre ele enrolada no lado abaixo no fluxo do feixe de fiação.

Em realização da presente invenção, qualquer dentre uma série 15 de substratos porosos pode ser disposto sobre a correia de recolhimento móvel para recolher e combinar com a teia de nanofibras fiada sobre o substrato, de forma que o composto resultante da camada de nanofibras e o substrato poroso é utilizado como meio de filtragem de acordo com a presente invenção.

Exemplos do substrato poroso incluem não tecidos spunbonded, não tecidos 20 soprados por fusão, não tecidos punctionados com agulha, não tecidos spunlaced, não tecidos depositados úmidos, não tecidos unidos com resina, tecidos, tecidos de malha, filmes com aberturas, papel e suas combinações.

A(s) camada(s) de nanofibras recolhida(s) é (são) 25 convenientemente unida(s). A união pode ser realizada por meio de métodos conhecidos, que incluem, mas sem limitar-se a calandragem térmica entre rolos de estreitamento macios aquecidos, união ultra-sônica e por meio de união de gás. A união aumenta a resistência e a resistência à compressão do meio, de forma que o meio possa suportar as forças associadas à manipulação,

formação em filtro útil e uso em filtro e, dependendo do método de união utilizado, ajustar propriedades físicas tais como espessura, densidade e o tamanho e forma dos poros. Calandragem térmica pode ser utilizada, por exemplo, para reduzir a espessura e aumentar a densidade e a solidez do meio 5 e reduzir o tamanho dos poros. Isso, por sua vez, reduz a velocidade de fluxo através do meio em dada pressão diferencial aplicada. Geralmente, união ultrasonica une área menor do meio que a calandragem térmica e, portanto, possui efeito menor sobre a espessura, densidade e tamanho de poro. A união de gás geralmente possui efeito mínimo sobre a espessura, densidade e tamanho do 10 poro e, portanto, este método de união pode ser preferível em aplicações em que a manutenção de alta velocidade de fluxo é muito importante.

Ao utilizar-se calandragem térmica, deve-se tomar cuidado para não unir excessivamente o material, de forma que as nanofibras fundam-se e não retenham mais a sua estrutura como fibras individuais. Na extremidade, a 15 união excessiva resultaria na fusão completa das nanofibras de maneira a formar filme. Um ou os dois rolos de estreitamento utilizados são aquecidos até temperatura de cerca da temperatura ambiente, tal como cerca de 25°C, a cerca de 300°C, até cerca de 50°C a cerca de 200°C. A(s) camada(s) de nanofibras é(são) comprimida(s) entre os rolos de estreitamento sob pressão 20 de cerca de 0 kg/cm a cerca de 178 kg/cm, até cerca de 8,9 kg/cm a cerca de 98 kg/cm. A(s) camada(s) de nanofibras é (são) convenientemente comprimida(s) em velocidade de linha de pelo menos cerca de 3 m/min, até pelo menos cerca de 9 m/min. As condições de calandragem, tais como 25 temperatura de rolo, pressão de estreitamento e velocidade da linha, podem ser ajustadas para atingir a solidez desejada. Geralmente, a aplicação de temperatura, pressão e/ou tempo de permanência mais alto sob temperatura e/ou pressão elevada resulta em maior solidez. Em alguns casos, é desejável calandrar levemente a(s) camada(s) de nanofibras recolhida(s) sob

temperatura de cerca de 65°C ou menos, pressão de estreitamento de menos de cerca de 17,8 kg/cm, velocidade de linha de mais de cerca de 9 m/min ou combinação das mencionadas condições, resultando em meio de filtragem que possui solidez de cerca de 15% em volume a cerca de 30% em volume.

5

### MÉTODOS DE TESTE

Peso base foi determinado por meio de ASTM D-3776, que é incorporado ao presente como referência e relatado em g/m<sup>2</sup>.

Solidez foi calculada dividindo-se o peso base da amostra em g/m<sup>2</sup> pela densidade de polímero em g/cm<sup>3</sup> e pela espessura da amostra em 10 micrômetros, multiplicando-se por 100, ou seja, solidez = peso base/(densidade x espessura) x 100.

Diâmetro da fibra foi determinado conforme segue. Dez imagens de microscópio eletrônico de varredura (SEM) em ampliação de 5000x foram tomadas de cada amostra de camada de nanofibras. O diâmetro de 11 (onze) 15 nanofibras claramente diferenciáveis foi medido a partir de cada imagem SEM e registrado. Defeitos não foram incluídos (ou seja, conjuntos de nanofibras, gotas de polímero, interseções de nanofibras). O diâmetro médio de fibra para cada amostra foi calculado.

Espessura foi determinada por meio de ASTM D1777-64 e é 20 relatada em micrômetros.

Tamanho mínimo de poros foi medido de acordo com a Denominação ASTM E 1294-89, *Standard Test Method for Pore Size Characteristics of Membrane Filters Using Automated Liquid Porosimeter*, que mede aproximadamente as características de tamanho de poros de 25 membranas com diâmetro de tamanho de poros de 0,05 µm a 300 µm utilizando método de ponto de borbulhamento automatizado da Denominação ASTM F 316, utilizando porosímetro de fluxo capilar (modelo número CFP-34RTF8A-3-6-L4, Porous Materials, Inc. (PMI), Ithaca NY). Amostras

individuais com tamanhos diferentes (diâmetro de 8, 20 ou 30 mm) foram umedecidas com fluido de baixa tensão superficial (1,1,2,3,3,3-hexafluoropropeno ou "Galwick", que possui tensão superficial de 16 dynes/cm). Cada amostra foi colocada em suporte, aplicou-se pressão 5 diferencial de ar e o fluido foi removido da amostra. O tamanho mínimo de poro é o último poro a ser aberto após a aplicação de pressão comprimida à folha de amostra e é calculado utilizando software proporcionado pelo fornecedor.

Tamanho médio de poros de fluxo foi medido de acordo com a Denominação ASTM E 1294-89, *Standard Test Method for Pore Size* 10 *Characteristics of Membrane Filters Using Automated Liquid Porosimeter*. Novamente, amostras individuais com tamanhos diferentes (diâmetro de 8, 20 ou 30 mm) foram umedecidas com o fluido com baixa tensão superficial conforme descrito acima, colocadas em suporte, aplicou-se pressão diferencial de ar e o fluido foi removido da amostra. A pressão diferencial em que o fluxo 15 úmido é igual à metade do fluxo seco (fluxo sem solvente umectante) é utilizada para calcular o tamanho médio de poros de fluxo utilizando software fornecido.

Ponto de borbulhamento foi medido de acordo com a Denominação ASTM F 316, *Standard Test Methods for Pore Size* 20 *Characteristics of Membrane Filters by Bubble Point and Mean Flow Pore Test*. Amostras individuais (diâmetro de 8, 20 ou 30 mm) foram umedecidas com o fluido de baixa tensão superficial conforme descrito acima. Após a colocação da amostra no suporte, aplica-se pressão diferencial (ar) e o fluido é removido da amostra. O ponto de borbulhamento é o primeiro poro aberto após a 25 aplicação da pressão de ar comprimido à folha de amostra e é calculado utilizando software proporcionado pelo fornecedor.

Velocidade de fluxo (também denominada fluxo) é a velocidade em que fluido passa através da amostra de uma dada área e foi medida por

meio da passagem de água deionizada através de amostras de meio de filtragem que possuem diâmetro de 8 mm. A água foi forçada através das amostras utilizando pressão hidráulica (pressão de cabeça d'água) ou pressão pneumática (pressão de ar sobre água). O teste utiliza coluna cheia com fluido que contém flutuador magnético e sensor fixado à coluna lê a posição do flutuador magnético e fornece informações digitais para computador. A velocidade de fluxo é calculada utilizando software de análise de dados fornecido pela PMI.

#### EXEMPLOS

A presente invenção será descrita a seguir em mais detalhes nos exemplos a seguir. Aparelho e processo de eletro-sopro ou fiação eletrosoprada para a formação de teia de nanofibras de acordo com a presente invenção, conforme revelado no WO 2003/080905, segundo ilustrado na Fig. 1 do presente, foi utilizado para produzir as camadas de nanofibras e teias dos Exemplos abaixo.

As camadas de nanofibras foram realizadas por meio de eletro-sopro de solução de polímero nylon 6,6 que possui densidade de 1,14 g/cc (disponível por meio da E. I. Du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware) a 24% em peso em ácido fórmico a 99% de pureza (disponível por meio da Kemira Oyi, Helsinque, Finlândia). O polímero e o solvente foram alimentados a tanque de mistura de solução, a solução é transferida para reservatório e medida por meio de bomba de engrenagem para pacote de fiação de eletro-sopro que contém uma série de bocais de fiação e bocais de injeção de gás. O pacote de fiação foi mantido sob temperaturas de cerca de 13°C a cerca de 26°C com a pressão da solução nos bocais de fiação de cerca de 9 bar a cerca de 13 bar. A fieira foi isolada eletricamente e aplicou-se voltagem de 65 kV. Ar comprimido sob temperatura de cerca de 34°C a cerca de 79°C foi injetado através dos bocais de injeção de gás a partir do pacote de

fiação em velocidade de cerca de 4,7 m<sup>3</sup>/min a cerca de 6 m<sup>3</sup>/min e pressão de 240 mm H<sub>2</sub>O a cerca de 410 mm H<sub>2</sub>O. As fibras saíram dos bocais de fiação em ar sob pressão atmosférica, umidade relativa de cerca de 50% a cerca de 72% e temperatura de cerca de 13°C a cerca de 24°C. As fibras foram 5 depositadas na distância de cerca de 300 mm a cerca de 360 mm abaixo da saída do pacote sobre correia porosa que se move sob velocidade de cerca de 2,0 m/min a cerca de 15 m/min. Câmara a vácuo abaixo da correia porosa assistiu na deposição das fibras.

#### EXEMPLO 1

10 Foram elaboradas camadas de nanofibras. O pacote de fiação encontrava-se sob temperatura de 21 °C com a pressão da solução nos bocais de fiação a 1000 kPa. Ar comprimido à temperatura de 70 °C foi injetado através dos bocais de injeção de gás a partir do pacote de fiação em velocidade de 5 m<sup>3</sup>/min e pressão de 400 mm H<sub>2</sub>O. As fibras foram depositadas 330 mm abaixo da saída do 15 pacote sobre correia porosa que se move a 15 m/min. A amostra de camada de nanofibras foi elaborada sem forro, por meio de depósito das fibras diretamente sobre a correia de recolhimento móvel, em cinco passagens da correia móvel sob o pacote de fiação. Cada camada de nanofibras apresentou peso base alvo de cerca de 5 g/m<sup>2</sup>. A amostra de camada de nanofibras foi unida de acordo com as 20 condições exibidas na Tabela 1.

#### EXEMPLOS 2 A 4

Camadas de nanofibras foram elaboradas substancialmente conforme descrito no Exemplo 1, exceto pelo fato de que o pacote de fiação encontrava-se sob temperatura de 26°C, com a pressão da solução nos bocais de fiação a 1200 kPa, e o ar comprimido foi fornecido sob temperatura de 54°C, sob 25 velocidade de 5,7 m<sup>3</sup>/min e pressão de 320 mm H<sub>2</sub>O. As fibras foram depositadas a 330 mm abaixo da saída do pacote sobre correia porosa que se move a 7,4 m/min. As amostras de camada de nanofibras foram elaboradas sem forro, por meio de

depósito das fibras diretamente sobre a correia de recolhimento móvel, em quatro passagens da correia móvel sob o pacote de fiação. Cada camada de nanofibras apresentou peso base alvo de cerca de 10 g/m<sup>2</sup>. As amostras de camada de nanofibras foram unidas de acordo com as condições exibidas na Tabela 1.

5                   EXEMPLOS 5 A 7

Camadas de nanofibras foram elaboradas substancialmente conforme descrito no Exemplo 1, exceto pelo fato de que o pacote de fiação encontrava-se sob temperatura de 20 °C, com a pressão da solução nos bocais de fiação a 12 bar (1200 kPa) e o ar comprimido foi fornecido sob temperatura de 35°C, 10 sob velocidade de 5 m<sup>3</sup>/min e pressão de 280 mm H<sub>2</sub>O. As fibras foram depositadas a 300 mm abaixo da saída do pacote sobre correia porosa que se move a 11,3 m/min. As amostras de camada de nanofibras foram elaboradas sem forro, por meio de depósito das fibras diretamente sobre a correia de recolhimento móvel, em cinco passagens da correia móvel sob o pacote de fiação. Cada camada de nanofibras 15 apresentou peso base alvo de cerca de 5 g/m<sup>2</sup>. As amostras de camada de nanofibras foram unidas de acordo com as condições exibidas na Tabela 1.

EXEMPLO 8

Camadas de nanofibras foram elaboradas substancialmente conforme descrito no Exemplo 1, exceto pelo fato de que o pacote de fiação encontrava-se sob temperatura de 24°C, com a pressão da solução nos bocais de fiação a 1100 kPa e o ar comprimido foi fornecido sob temperatura de 59°C sob 20 velocidade de 5,5 m<sup>3</sup>/min e pressão de 330 mm H<sub>2</sub>O. As fibras foram depositadas 330 mm abaixo da saída do pacote sobre correia porosa que se move a 14,7 m/min. A amostra de camada de nanofibras foi elaborada sem forro, por meio de depósito 25 das fibras diretamente sobre a correia de recolhimento móvel, em treze passos da correia móvel sob o pacote de fiação. Cada camada de nanofibras apresentou peso base alvo de cerca de 5 g/m<sup>2</sup>. A amostra de camada de nanofibras foi unida de acordo com as condições exibidas na Tabela 1.

**TABELA 1**

Ex. nº	Condições de calandragem	Diâmetro de fibras nm			Peso base g/m <sup>2</sup>	Espessura μm	Solubili- dade % vol	Velocidade de fluxo específica a ΔP de 10 psi (69 kPa) l/min/cm <sup>2</sup>	Tamanho mínimo de poro μm	Tamanho médio de poros de fluxo μm	Ponto de borb. μm
		Temp. °C	Pressão lb/pol (kg/cm)	Vel. de linha pés/min (m/min)							
1	65	100 (18)	30 (9)	999	30,4	70	38,1	270	6,07	2,12	2,25
2	65	300 (53)	20 (6)	713	49,6	70	62,1	130	4,42	0,84	1,02
3	125	300 (53)	20 (6)	713	50,8	70	63,6	63	2,39	0,26	0,69
4	125	300 (53)	20 (6)	713	51,2	70	64,1	71	2,24	0,28	0,63
5	65	100 (18)	10 (3)	422	29,5	60	43,2	100	3,46	1,2	1,25
6	65	500 (89)	30 (9)	422	29,1	40	63,9	120		1,25	1,28
7	185	100 (18)	10 (3)	422	29,8	30	87,3	210		0,38	0,63
8	125	300 (53)	20 (6)	695	88,1	100	77,3	55		0,38	0,55

Em cada um dos Exemplos, as camadas de nanofibras isoladas não podem ser separadas em mais de uma camada de nanofibras por meios comuns.

As velocidades de fluxo de líquido foram consideradas 5 surpreendentemente altas por níveis de solidez de mais de 30% em volume. A velocidade de fluxo específica sob pressão diferencial de 14 kPa e 100 kPa foi plotada contra pressão diferencial para os Exemplos 4 e 8. Como se pode observar a partir do gráfico da Figura 2, a razão entre a alteração da velocidade de fluxo ao longo do meio e a alteração correspondente de pressão diferencial 10 ao longo do meio é positiva ao longo de toda esta faixa de pressão diferencial. Em outras palavras, à medida que a pressão diferencial aumenta nesta faixa, a velocidade de fluxo também aumenta. Esta é vantagem do meio de acordo com 15 a presente invenção, pois o fluxo através de filtro que inclui o meio de acordo com a presente invenção e, portanto, a vida do filtro, não é limitada pela queda de pressão nesta faixa.

Acredita-se que o meio de filtragem de acordo com a presente invenção seja capaz de fornecer a elevação necessária para reter alta massa de particulados antes de atingir queda de pressão indesejável. O meio de filtragem é capaz de fornecer velocidade de fluxo mais alta e/ou queda de 20 pressão mais baixa em dada retenção de particulados em comparação com membranas conhecidas.

Os meios de acordo com a presente invenção são úteis nas indústrias de alimentação e bebidas, farmacêutica, de biotecnologia, microeletrônica, processamento químico, tratamento de água e tratamento de 25 outros líquidos.

REIVINDICAÇÕES

1. MEIO DE FILTRAGEM, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos uma camada de nanofibras de nanofibras poliméricas em que as nanofibras possuem diâmetros médios de fibra de menos de cerca 5 de 1 µm e o meio de filtragem possui tamanho médio de poros de fluxo médio de cerca de 0,5 µm a cerca de 5,0 µm, solidez de cerca de 15% em volume a cerca de 90% em volume e velocidade de fluxo ao longo do meio de mais de cerca de 0,055 L/min/cm<sup>2</sup> de água sob pressão diferencial de 69 kPa.

2. MEIO DE FILTRAGEM, de acordo com a reivindicação 1, 10 caracterizado pelo fato de que a solidez é de cerca de 30% em volume a cerca de 70% em volume.

3. MEIO DE FILTRAGEM, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o meio de filtragem possui espessura de cerca de 10 µm a cerca de 600 µm.

15 4. MEIO DE FILTRAGEM, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o meio de filtragem possui peso base de cerca de 2 g/m<sup>2</sup> a cerca de 100 g/m<sup>2</sup>.

5. MEIO DE FILTRAGEM, de acordo com a reivindicação 1, 20 caracterizado pelo fato de que a razão entre a alteração da velocidade de fluxo ao longo do meio e à alteração correspondente de pressão diferencial ao longo do meio é positiva sob pressão diferencial na faixa de 14 kPa a 100 kPa.

6. MEIO DE FILTRAGEM, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente camada de forro de sustentação.

25 7. MEIO DE FILTRAGEM, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a camada de forro de sustentação é selecionada a partir do grupo que consiste de não tecidos spunbonded, não tecidos soprados por fusão, não tecidos punctionados com agulha, não tecidos

spunlaced, não tecidos depositados úmidos, não tecidos unidos com resina, tecidos, tecidos de malha, filmes com abertura, papel e suas combinações.

8. MEIO DE FILTRAGEM, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as nanofibras possuem diâmetros médios de 5 fibra de cerca de 0,10 µm a cerca de 1 µm.

9. MEIO DE FILTRAGEM, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as nanofibras poliméricas compreendem polímero selecionado a partir do grupo que consiste de poliimida, poliamida alifática, poliamida aromática, polissulfona, acetato de celulose, poliéster sulfona, poliuretano, poli(uréia uretano), polibenzimidazol, polieterimida, poliacrilonitrila, tereftalato de (poli)etileno, polipropileno, polianilina, óxido de (poli)etileno, naftalato de (poli)etileno, tereftalato de (poli)butileno, borracha de estireno butadieno, poliestireno, cloreto de (poli)vinila, álcool (poli)vinílico, fluoreto de (poli)vinilideno, poli(vinil butileno) e seus copolímeros ou compostos 15 derivados.

10. PROCESSO DE FORMAÇÃO DE MEIO DE FILTRAGEM, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

- fornecimento de aparelho de fiação de fibras finas 20 compreendendo feixe de fiação que compreende pelo menos um feixe de fiação que compreende bocal de fiação, bocal de injeção de gases de sopro e coletor, em que o feixe de fiação e o coletor possuem campo eletrostático de alta voltagem mantido entre eles;

- fornecimento ao bocal de fiação solução de polímero que compreende polímero e solvente;

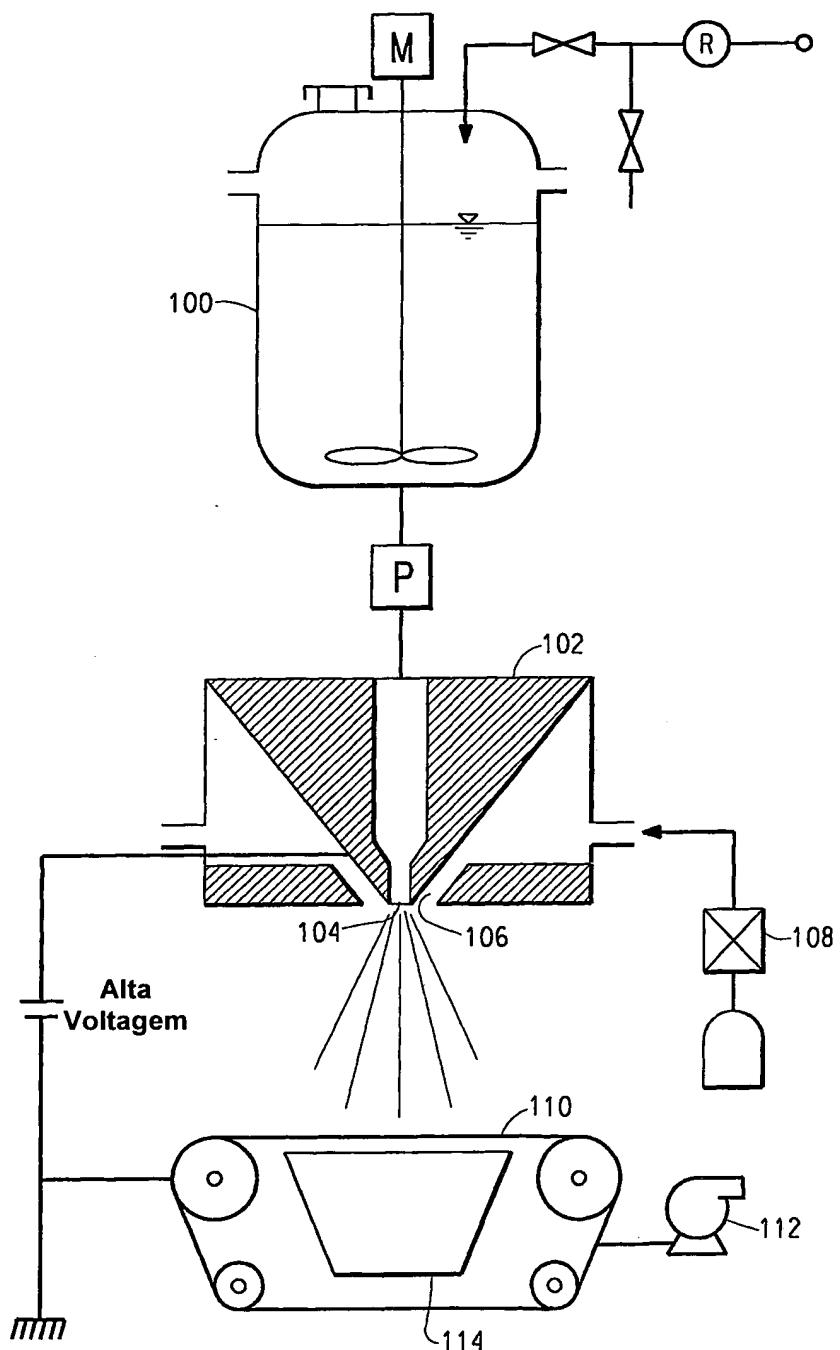
25 - descarregamento compressivo da solução de polímero do bocal de fiação e sopro da mencionada solução com gás de sopro descarregado do mencionado bocal de injeção de gás para formar teia fibrosa de nanofibras; e

- recolhimento da teia fibrosa que possui peso base de cerca de 2 g/m<sup>2</sup> a cerca de 100 g/m<sup>2</sup>, conforme medido em base seca, em aparelho de recolhimento móvel em uma única passagem abaixo do feixe de fiação isolado.

5 11. PROCESSO, de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente a calandragem da teia fibrosa entre rolos de laminagem macios sob temperatura de cerca de 25°C a cerca de 300°C e pressão de cerca de 0 a cerca de 178 kg/cm.

10 12. FILTRO, caracterizado pelo fato de que compreende meio de filtragem que contém pelo menos uma camada de nanofibras poliméricas, em que as nanofibras possuem diâmetros médios de fibra de menos de cerca de 1 µm e o meio de filtragem possui tamanho médio de poro de fluxo de cerca de 0,5 µm a cerca de 5,0 µm, solidez de cerca de 15% em volume a cerca de 90% em volume e velocidade de fluxo ao longo do meio de mais de cerca de 15 0,055 L/min/cm<sup>2</sup> de água sob pressão diferencial de 69 kPa.

13. MÉTODO DE REMOÇÃO DE PARTICULADOS DE UM LÍQUIDO, caracterizado pelo fato de que compreende a passagem do líquido que contém particulados através do meio de filtragem que compreende pelo menos uma camada de nanofibras poliméricas, em que as nanofibras possuem diâmetros médios de fibra de menos de cerca de 1 µm e o meio de filtragem possui tamanho médio de poros de fluxo de cerca de 0,5 µm a cerca de 5,0 µm, solidez de cerca de 15% em volume a cerca de 90% em volume e velocidade de fluxo ao longo do meio de mais de cerca de 0,055 L/min/cm<sup>2</sup> de água sob pressão diferencial de 69 kPa.



**Fig. 1**

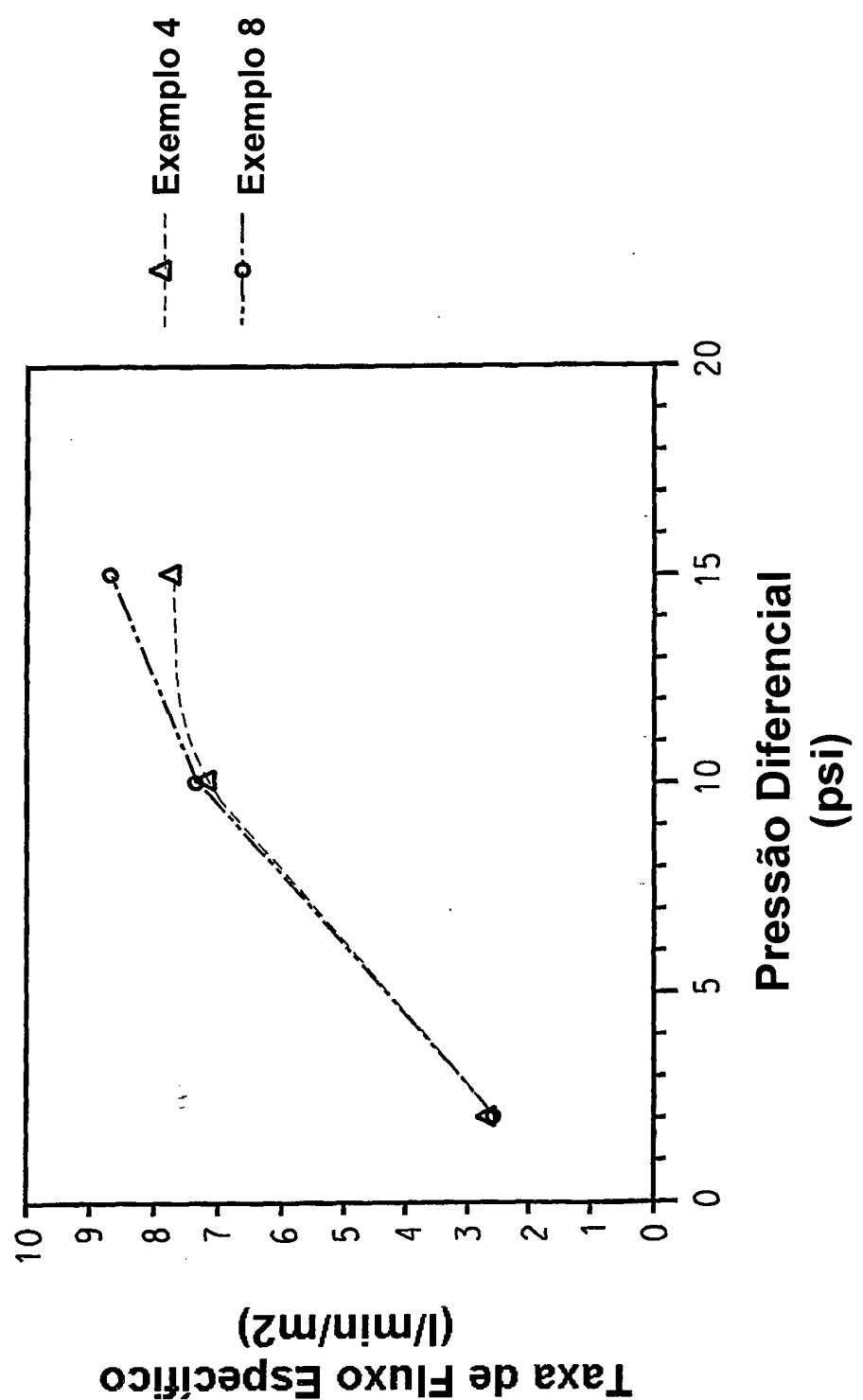


Fig. 2

RESUMO

**"MEIO DE FILTRAGEM, PROCESSO DE FORMAÇÃO DE MEIO DE FILTRAGEM, FILTRO E MÉTODO DE REMOÇÃO DE PARTICULADOS DE UM LÍQUIDO"**

5 São descritos meios de filtragem que incluem pelo menos uma camada de nanofibras que possuem diâmetro médio de menos de mil nanômetros com camada(s) de forro opcional(is) para filtragem de material particulado em líquido. Os meios atingem velocidades de fluxo de pelo menos 0,055 L/min/cm<sup>2</sup> em níveis de solidez relativamente altos. Também se descobriu que os meios  
10 possuem convenientemente velocidades de fluxo não redutoras à medida que as pressões diferenciais aumentam de 14 kPa a 100 kPa.