



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

(11) PI 0517573-9 B1

(22) Data do Depósito: 28/12/2005

(45) Data de Concessão: 13/12/2016



(54) Título: TECIDO COMPÓSITO E PROCESSO PARA FORMAÇÃO DE UM TECIDO COMPÓSITO

(51) Int.Cl.: B01D 39/16; B01D 39/18; B01D 46/22; B01D 46/52; B01D 46/54; B32B 5/02; B32B 5/26; D04H 13/00; D04H 3/16

(52) CPC: B01D 39/1615, B01D 39/163, B01D 39/18, B01D 46/22, B01D 46/521, B01D 46/546, B32B 5/022, B32B 5/024, B32B 5/26, D04H 13/002, D04H 13/007, D04H 3/16

(30) Prioridade Unionista: 28/12/2004 US 60/639.771

(73) Titular(es): E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

(72) Inventor(es): HYUN SUNG LIM; HAGEUN SUH; B. LYNNE WISEMAN

“TECIDO COMPÓSITO E PROCESSO PARA FORMAÇÃO DE UM TECIDO COMPÓSITO”

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se aos tecidos não-tecidos
5 compósitos apropriados o uso como meios de filtração, para filtrar materiais
particulados de correntes gasosas.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

O meio de filtração utilizado tipicamente para filtros de ar HVAC
que atuam em eficiências inferiores a 99,97% em um desafio de 0,3 μ m são
10 tanto de base de vidro, de celulose ou de polímero. Os filtros feitos com meios
nesse intervalo de desempenho são tipicamente referidos como “filtros
ASHRAE” já que a Sociedade Americana de Projetos de Aquecimento,
Refrigeração e Ar-Condicionado designam padrões de desempenho de meios
de filtração em tais aplicações. Os meios de filtração com base em polímeros
15 são tipicamente não-tecidos de filamentos contínuos ou de processo por via
fundida que são, freqüentemente, aumentados eletrostaticamente para fornecer
maior eficiência de filtração em menores quedas de pressão quando
comparado ao vidro ou aos meios de celulose fabricados por um processo de
fabricação de papel via úmida.

20 Atualmente, os meios de filtração de ar eletrostaticamente
aprimorados e os meios fabricados pelo processo via úmida, mais
especificamente, com o uso de fibras de vidro, possuem limitações. Os meios
de filtração por via fundida tratados eletrostaticamente, conforme descrito nas
patentes US 4.874.659 e US 4.178.157, possuem bom desempenho
25 inicialmente, mas perdem rapidamente a eficiência de filtração no uso devido
ao carregamento de poeira conforme os meios começam a capturar partículas
e a carga eletrostática se torna, desta maneira, isolada. Adicionalmente, como
a captura eficaz dos particulados é baseada na carga elétrica, o desempenho

de tais filtros é enormemente influenciado pela umidade do ar, causando a dissipação da carga.

Os meios de filtração que utilizam fibras de micro vidro e misturas contendo fibras de micro vidro contêm, tipicamente, fibras de vidro de pequeno diâmetro organizadas em uma estrutura tecida ou não-tecida, possuindo 5 resistência substancial ao ataque químico e tamanho de poro relativamente pequeno. Tais meios de fibra de vidro estão descritas nas seguintes patentes US Smith et al., patente US 2.797.163; Waggoner, patente US 3.228.825; Raczek, patente US 3.240.663; Young et al., patente US 3.249.491; Bodendorf 10 et al., patente US 3.253.978; Adams, patente US 3.375.155; e Pews et al., patente US 3.882.135. Tipicamente, as fibras de micro vidro e as misturas contendo as fibras de microvidro são relativamente frágeis, e assim, quando pregueadas, quebram resultando em perdas indesejáveis no rendimento. As fibras de micro vidro também podem ser liberadas dentro dos filtros de ar 15 contendo as fibras de micro vidro, criando um perigo potencial à saúde caso os micro vidros forem inalados.

Seria desejável fornecer um meio para atingir um nível de filtração do ar ASHRAE enquanto se evita as limitações listadas acima dos meios de filtração conhecidos.

20 DESCRIÇÃO RESUMIDA DA INVENÇÃO

Em uma primeira realização, a presente invenção está direcionada a um tecido compósito que compreende uma rede de nanofibras poliméricas eletrofiadas ligadas com solvente a uma primeira rede de suporte, que compreende fibras de diâmetros médios maiores que as nanofibras fiadas 25 a partir de um material compatível com ditas nanofibras, na ausência de um adesivo entre as redes.

Outra realização da presente invenção está direcionada a um processo para a formação de um tecido compósito, que compreende a

eletrofiação de uma rede de nanofibras poliméricas e um solvente para tal, em uma rede de suporte móvel que compreende fibras maiores fiadas a partir de um material que é compatível com dito polímero de nanofibra, e a aplicação de uma pressão de vácuo entre cerca de 4 mm de H₂O e 170 mm de H₂O nas
5 redes combinadas para ligar com solvente a rede de nanofibra à rede de suporte.

DEFINIÇÕES

O termo "nanofibras" refere-se a fibras que possuem diâmetros médios inferiores a 1.000 nm.

10 O termo "meios de filtro" ou "meios" refere-se a um material ou conjunto de materiais através do qual passa um fluido carregador de partículas, com uma deposição concomitante e pelo menos temporária do material particulado dentro do meios ou sobre estes.

O termo "filtro ASHRAE" refere-se a qualquer filtro apropriado
15 para o uso em sistemas de aquecimento, ventilação e ar-condicionado para a filtração de partículas do ar.

O termo "estrutura SN" refere-se a um material não-tecido multicamadas contendo uma camada suporte ou "malha" (S) e uma camada de nanofibra (N).

20 O termo "estrutura SNS" refere-se a um material não-tecido multicamadas contendo uma camada de nanofibras colocada entre duas camadas de suporte.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

A Figura 1 é uma ilustração de um equipamento de eletrofiação
25 do estado da técnica anterior para formar nanofibras adequadas para o uso na presente invenção.

A Figura 2 é uma ilustração de uma linha de processamento para a produção de tecidos ligados com solvente SNS de acordo com a presente

invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a tecidos não-tecidos compósitos apropriados para o uso como um meio de filtração, que compreendem pelo menos uma camada de nanofibra e pelo menos uma camada de malha. A
5 camada de nanofibra compreende um conjunto de nanofibras poliméricas orgânicas substancialmente contínuas que possuem diâmetros inferiores a cerca de 1 μm ou 1.000 nm. Tais meios do filtro podem ser utilizados em aplicações de filtração para remover o material particulado de uma corrente de fluido, em particular, o material particulado de uma corrente gasosa, tal como o ar.
10

Os meios de filtração apropriados para o uso em aplicações de filtração de ar, incluindo a filtração ASHRAE e a filtração de ar de cabine veicular, podem ser feitos pela deposição de uma ou mais camada(s) de nanofibras com uma camada de malha para formar uma estrutura SN_x , ou ao
15 colocar uma ou mais camadas de nanofibras entre duas camadas de malha para formar uma estrutura SN_xS , onde x é pelo menos 1. Cada camada de nanofibra possui um peso de base de pelo menos cerca de 2,5 g/m^2 , o peso de base total das camadas de nanofibras é cerca de 25 g/m^2 ou mais.

No meio da presente invenção, a camada de nanofibra possui
20 uma espessura inferior à cerca de 100 μm ; vantajosamente a espessura da camada de nanofibra é superior a 5 μm e inferior a 100 μm . A espessura da camada de nanofibra pode variar dependendo da densidade do polímero de nanofibra. A espessura da camada de nanofibra pode ser reduzida sem a redução substancial na eficiência ou outras propriedades do filtro se a fração
25 de volume de sólidos da camada de nanofibra for aumentada, tal como pela prensa ou pela coleta da camada de nanofibra sob forte vácuo. Ao aumentar a solidez, em espessura de camada constante, reduz-se o tamanho do poro e aumenta-se a eficiência de filtração.

A camada de nanofibra na presente invenção pode ser feita de acordo com as redes de barreira descritas no pedido de patente US 2004/0116028 A1, que é incorporado no presente como referência.

A camada de nanofibra é feita de fibras poliméricas
5 substancialmente contínuas que possuem diâmetros inferiores a 1.000 nm, vantajosamente entre cerca de 100 nm e cerca de 700 nm, ou mesmo entre cerca de 200 nm e cerca de 650 nm, ou mesmo entre cerca de 200 nm e cerca de 500 nm, ou mesmo entre cerca de 300 nm e 400 nm. As fibras poliméricas contínuas da camada de nanofibras podem ser formadas pelo processo de
10 eletrofiação descrito no documento WO 03/080905A (que corresponde ao pedido de patente US 10/477.882, depositado em 20 de novembro de 2002), que é incorporado no presente como referência. O documento WO 03/080905A descreve um equipamento e um método para a produção de uma rede de nanofibra, sendo o equipamento essencialmente como ilustrado na Figura 1. O
15 método compreende suprir uma corrente de solução polimérica que compreende um polímero e um solvente de um tanque de armazenamento (100) a uma série de bocais de fiação (104) dentro de uma fieira (102) a qual uma alta voltagem é aplicada e através da qual a solução polimérica é descarregada. Enquanto isso, o ar comprimido que é opcionalmente aquecido
20 no aquecedor de ar (108), é emitido dos bocais de ar (106) dispostos nos lados ou na periferia dos bocais de fiação (104). O ar é geralmente direcionado para baixo como uma corrente de gás soprada que envolve e leva adiante a solução polimérica inovadora emitida e auxilia na formação da rede fibrosa, que é coletada em um conjunto de correia porosa de base (110) acima de uma câmara de vácuo
25 (114), que possui vácuo aplicado na entrada da ventoinha de ar (112).

As camadas de nanofibras depositadas pelo processo de eletrofiação possuem, invariavelmente, uma quantidade significativa do solvente do processo arrastado deste modo. Em realizações anteriores do

processo de formação de tecido compósito, tal como descrito no pedido de patente US 60/639771, depositado em 28 de dezembro de 2004 e incorporado como referência no presente, na maioria dos casos, uma camada de nanofibra foi primeiramente depositada e, com o auxílio de uma câmara de vácuo (114), a
5 maioria do solvente do processamento arrastado foi removido antes da coleta da camada de nanofibra em um rolo. Então, a camada de nanofibra foi manualmente combinada com uma camada de malha pela ligação adesiva para formar um tecido compósito SN ou SNS.

Foi descoberto que a deposição das nanofibras eletrofiadas e o
10 processamento do solvente diretamente sobre uma camada de malha, especialmente uma camada de malha contendo as fibras maiores feitas de um material que é compatível com o polímero de nanofibra, permitem a ligação *in situ* da camada de nanofibra diretamente à malha, sem a adição de um adesivo de separação entre as redes.

15 De acordo com a presente invenção, polímeros "compatíveis" são aqueles que são livremente solúveis no solvente do processamento ou onde o polímero de malha é, pelo menos, parcialmente solúvel ou expansível com o solvente do processamento, ou onde as nanofibras e os polímeros da malha possuem polaridades relativas que não são de tal modo desiguais, que os
20 polímeros não irão aderir entre si na ausência de um adesivo de separação. Os presentes inventores acreditam que a "ligação com solvente" da presente invenção ocorre devido a um intervalo de interações solvente/ polímero, discutidos abaixo.

As combinações polímero/solvente apropriadas para a
25 eletrofiação são descritas no documento WO 03/080905 A, e incluem a poliamida/ ácido fórmico. O uso de uma malha contendo uma pequena camada de fibras poliméricas que são compatíveis com as fibras eletrofiadas serão ótimas na obtenção de uma boa ligação com solvente. Em uma realização, por

polímeros “compatíveis” entende-se que as diferentes fibras poliméricas são feitas a partir de polímeros que possuem conjuntos químicos substancialmente similares, isto é, feitos a partir de combinações similares de monômeros. Por exemplo, as fibras de nylon 6 podem ser ligadas com solvente, de maneira bem sucedida, às fibras de nylon 6,6 com um solvente de eletrofiação apropriado para qualquer uma delas. Não é necessário que os polímeros de fibras quimicamente similares possuam as mesmas distribuições de peso molecular, nem que as quantidades de ditos monômeros sejam necessariamente as mesmas, nem que todos os monômeros sejam idênticos. A solubilidade relativa dos polímeros quimicamente similares no solvente do processo determina a eficácia da ligação com solvente.

De acordo com a técnica de ligação com solvente da presente invenção, o polímero de nanofibra pode ser quimicamente diferente do polímero de fibra da malha, contanto que o polímero de fibra da malha seja compatível com o polímero de nanofibra, tal como onde o polímero de fibra da malha seja pelo menos parcialmente solúvel ou expansível com o solvente de eletrofiação. Conforme descrito acima, quando ambas as fibras de malha e de nanofibra são feitas a partir do mesmo polímero, ou polímeros os quais são solúveis no mesmo solvente, uma ligação de junção do solvente pode ser formada entre as duas camadas, quando as porções adjacentes das fibras de polímeros co-dissolvem no solvente de eletrofiação, que é subsequente removido. Da mesma maneira, mesmo se a malha polimérica não for livremente solúvel no solvente do processo, contanto que ela seja expansível por dito solvente, pode ser obtida uma ligação apropriada ao solvente. Alternativamente, mesmo quando o material de fibra de malha não é solúvel ou expansível no solvente de eletrofiação, a “ligação com solvente” suficiente pode ser obtida devido à aderência das nanofibras inchadas dos solventes que se aderem às fibras de malha antes da remoção do solvente, contanto que os dois

polímeros possuam polaridades relativas compatíveis, isto é, não sejam muito desiguais na polaridade.

Conseqüentemente, sob estas circunstâncias, as fibras de malhas podem ser polímeros, combinações de fibras de polímeros e fibras naturais, tais como celulose, rayon, algodão e similar, ou mesmo todas as fibras naturais, contanto que as nanofibras fiadas aderentes possam aderir, com sucesso, a pelo menos algumas das fibras de malha.

Por exemplo, as nanofibras de poliamida eletrofiadas em ácido fórmico podem ser ligadas com solvente, de maneira bem sucedida, à uma malha de fibra de poliéster de acordo com a presente invenção, apesar do poliéster ser apenas pouco solúvel, se estiver todo em ácido fórmico. Entretanto, as nanofibras de poliamida eletrofiadas em ácido fórmico não se aderem ou ligam adequadamente às fibras em uma malha de polipropileno, que é altamente não-polar (Exemplo Comparativo B, abaixo). Assim, as nanofibras formadas a partir de polímeros relativamente polares não são "compatíveis" com fibras de malhas de polímero altamente não polar, tal como poliolefinas, dentro do significado da presente invenção. Foi descoberto que as nanofibras poliméricas eletrofiadas podem ser "ligadas com solvente", de maneira bem sucedida, às malhas contendo pelo menos uma porção de fibras feitas a partir de materiais naturais, tais como fibras de celulose, fibras de rayon, fibras de algodão e similares. Tais materiais de fibras naturais são "compatíveis" dentro do significado da presente invenção.

Os exemplos de combinações compatíveis apropriadas de polímeros/ solventes incluem, mas não estão limitados a, poliamidas, tais como nylon 6, nylon 6,6, nylon 6,10 em ácido fórmico, *meta*-aramida em DMAc (acetamida de dimetila) e *para*-aramida em ácido sulfúrico, poliésteres, tais como PET (tereftalato de polietileno), PBT (tereftalato de polibutileno) e PPT (tereftalato de polipropileno) em ácido trifluoroacético/ cloreto de metileno ou N-

metil-2-pirrolidona (NMP), PAN (poliacrilonitrila) em DMF (formamida de dimetila) ou DMAc, PVA (polivinilálcool) em água, poliuretano em DMAc e PVdF em DMAc ou DMF. Não existem outras escolhas de solventes apropriadas para algumas poliamidas, tais como HFIP (1,1,1,3,3,3-hexafluoroisopropanol), que também dissolve PET. Os técnicos no assunto de solubilidade de polímero irão apreciar que pela combinação de parâmetros de solubilidade das referências (tais como o *CRC Handbook of Solubility Parameters and Other Cohesion Parameters* por Allan F. M. Barton), um intervalo de sistemas de eletrofiação de polímero/ solvente apropriados podem ser combinados para materiais de malhas.

Também é provável que as camadas de malhas que possuem superfícies relativamente ásperas irão fornecer melhor ligação às camadas de nanofibras que as camadas de malha que possuem superfícies lisas, tais como malhas ligadas lisas.

Assim, de acordo com a presente invenção, um tecido compósito é feito ao ligar com solvente a camada de nanofibra à malha pela eletrofiação de uma camada de nanofibra em combinação com o solvente do processo arrastado diretamente sobre a camada de malha substancialmente contínua que é suportada pelo conjunto de correia móvel (110), para formar uma estrutura SN (fig. 1).

Quando se liga com solvente as estruturas SN, foi descoberto que a ligação particularmente robusta ocorre quando a combinação nanofibra/ solvente é depositada na camada suporte sobre o coletor de câmara a vácuo (114) em níveis de vácuo superiores a cerca de 60 mm de H₂O, tal como em níveis de vácuo de cerca de 60 mm de H₂O a até cerca de 170 mm de H₂O e, vantajosamente, entre cerca de 60 mm de H₂O a cerca de 100 mm de H₂O.

O tecido compósito da presente invenção pode ser feito ao formar uma camada de nanofibra sobre a malha em uma única passagem ou ao

formar uma camada de nanofibra na espessura ou peso de base desejado utilizando múltiplas passagens, por exemplo, em um processo de eletrofiação. O processo de eletrofiação permite uma camada de nanofibra, de peso de base apropriado para o uso em um meio de filtro de ar, ser formada em uma única
5 passagem porque é possível um maior rendimento da solução polimérica que as previamente conhecidas na produção de nanofibras. Dependendo da taxa de fluxo de solução polimérica e da velocidade da correia coletora, as camadas de nanofibras únicas possuem pesos de base entre cerca de $2,5 \text{ g/m}^2$ e mesmo até 25 g/m^2 pode ser formado em uma única passagem. Os benefícios na
10 eficiência de tal processo inovador são óbvios ao técnico no assunto. Ao formar a camada de nanofibra em uma passagem de acordo com a presente invenção, menos manuseio é requerido, reduzindo a oportunidade de defeitos serem introduzidos no meio de filtração final e permitindo a camada de nanofibra a ser ligada com solvente diretamente à camada da malha sem
15 interromper o fluxo do processo. Obviamente, os técnicos no assunto irão reconhecer que sob certas circunstancias, pode ser vantajoso utilizar múltiplos suportes de eletrofiação para depositar múltiplas camadas de nanofibra de pelo menos $2,5 \text{ g/m}^2$ em sucessão, a fim de formar o peso de base da camada de nanofibra total tanto quanto cerca de 25 g/m^2 ou mais. As variações nas
20 condições de fiação para modificar a velocidade de deposição da nanofibra e, portanto, o peso de base de uma única camada de nanofibra, podem ser realizadas no conjunto da correia de velocidade, na taxa de fluxo da solução polimérica e mesmo pela variação da concentração do polímero na solução.

Em outra realização da presente invenção, os tecido compósitos
25 SNS podem ser formados e ligados em uma operação contínua. Nesta realização (Fig. 2), um suporte substancialmente contínuo ou camada de malha (122) é fornecido a partir do rolo de fornecimento (121) em um conjunto de correia móvel (110) e é direcionado para dentro da célula de fiação (120) e sob

um ou mais suportes de eletrofiação (102) para depositar uma ou mais camadas de nanofibras contendo solvente sobre a malha móvel, sob vácuo moderado, para formar uma estrutura SN (123). O nível de vácuo ou a câmara a vácuo (114) é mantida a cerca de 4 mm de H₂O até cerca de 30 mm de H₂O com um soprador a vácuo (112), a fim de auxiliar na coleta da camada de nanofibra, mas não tão alta que remova quantidades significantes do solvente do processamento. Subseqüentemente, uma segunda malha (125), que pode ser a mesma ou diferente a partir da malha suporte (122), é fornecida da malha de cima do rolo de fornecimento (124) e direcionada acima de um primeiro rolo de tensão (118), cerca do rolo de consolidação (126) e depositado acima da(s) camada(s) de nanofibra com leve compressão do rolo de consolidação para formar o tecido compósito SNS multicamadas (127). A leve compressão age para assegurar contato total entre as camadas de tecido adjacente para permitir que o solvente remanescente na camada de nanofibra amacie e mantenha as fibras das diversas camadas unidas. A pressão de compressão é, de preferência, mantida de modo a assegurar contato e ligação adequada entre as camadas, mas não tão alto a ponto de deformar as fibras individuais ou reduzir significativamente a permeabilidade total dos tecidos. Subseqüentemente, o tecido compósito SNS de ligação com o solvente (127) é direcionado sobre outro rolo de tensionamento (118), então sobre uma segunda câmara a vácuo (115), operando em maiores níveis de vácuo para remover o solvente remanescente e girar ou enrolar o rolo (130).

Os técnicos no assunto irão reconhecer que os níveis de vácuo ótimo na câmara a vácuo (114) e na câmara a vácuo (115), irão depender amplamente das combinações polímero/ solvente utilizado nos processos de ligação e de eletrofiação. Por exemplo, um solvente mais volátil pode requerer menos vácuo e um ou ambos os estágios para atingir a ligação com solvente e remover as funções descritas no presente.

Vantajosamente, as camadas de malha são camadas não-tecidas fiadas por ligação (SB), mas as camadas de malha podem ser cardadas, por via úmida, por via fundida ou formadas de outra maneira e redes consolidadas de fibras naturais e/ou poliméricas não-tecidas, tecidos de fibras naturais e/ou poliméricas tecidas e similares. As camadas de malha requerem rigidez suficiente para manter as pregas e as dobras não presas. A rigidez de uma única camada de malha é, vantajosamente, pelo menos 10 g, conforme medida por um instrumento Handle-o-meter, descrito abaixo. Em particular, a elevada rigidez pode ser alcançada pela utilização de uma carda de ligação acrílica ou malha por via úmida compreendendo fibras de filamentos contínuos ásperas. As camadas de malhas podem ser tecidos multicamadas, tais como laminados de camadas de fibras cardadas de poli(tereftalato de etileno) (PET) e fibras de nylon cardadas ou outros tecidos multicamadas. Vantajosamente, o meio de filtração da presente invenção possui uma dureza total Handle-o-meter de pelo menos 45 g, e uma estrutura de SN_xS , em que pelo menos duas camadas de malhas contribuem para a dureza, e o número de camadas de nanofibras, x , é pelo menos um. No caso de uma estrutura SNS, as duas camadas de malhas podem ser as mesmas ou podem diferir quanto ao peso de base, a composição da fibra ou a técnica de formação. Por exemplo, a malha suporte pode ser uma rede não-tecida de poliamida fiada por ligação, na qual é depositada uma camada de nanofibra de poliamida e a malha superior pode ser um tecido de camada fiada por ligação ou cardado feito de um terceiro polímero, contanto que o terceiro polímero seja compatível com o polímero de nanofibra. Outra combinação vantajosa de camadas é uma camada de nanofibra de poliamida eletrofiada de ligação com solvente a uma malha não-tecida de via úmida feita de fibras de PET, fibras de celulose ou mesmo de misturas de PET e fibras de celulose. Outra combinação vantajosa das camadas são as fibras de álcool de polivinila eletrofiadas ligadas a uma camada compósita por via úmida de fibras

de PVA e rayon.

O tecido compósito da presente invenção pode ser fabricado em qualquer formato de filtro desejado tal como cartuchos, discos planos, canastrel, painéis, sacos e bolsas. Em tais estruturas, os meios podem ser substancialmente pregueados, enrolados ou posicionados de outra maneira nas estruturas suporte. O meio de filtração da presente invenção pode ser utilizado em, virtualmente, qualquer estrutura convencional, incluindo os filtros de painéis planos, filtros ovais, filtros de cartuchos, estruturas de filtros enrolados espirais e podem ser utilizados em pregueados, filtros-Z, banco-V ou outras configurações geométricas envolvendo a formação do meio para formatos úteis ou perfis. As geometrias vantajosas incluem padrões pregueados e cilíndricos.

A queda de pressão inicial (também referida no presente como “queda de pressão” ou “diferença de pressão”) do meio do filtro é, vantajosamente, inferior a cerca de 30 mm H₂O, com maior vantagem, inferior a cerca de 24 mm H₂O. A queda de pressão através do filtro aumenta ao longo do tempo, conforme os particulados obstruem o filtro. Assumindo outras variáveis a serem mantidas constantes, quanto maior a queda de pressão através do filtro, mais curta a vida do filtro. Um filtro é, tipicamente, determinado precisar de substituição quando uma queda de pressão limitante selecionada através do filtro é satisfeita. A queda de pressão limitante varia dependendo da aplicação. Já que a formação da pressão é um resultado da carga de pó (ou particulado), para sistemas de igual eficiência, uma vida maior é, tipicamente, associada diretamente com a maior capacidade de carga. A eficiência é a propensão dos meios para capturar, ao invés de passar, os particulados. Em geral quanto mais eficiente os meios do filtro são na remoção de particulados de uma corrente de fluxo fluido, mais rápido os meios do filtro irão aproximar da diferença de pressão de “vida útil”, assumindo outras variáveis a serem

mantidas constantes.

Foi descoberto que os tecidos compósitos de ligação com solvente da presente invenção fornecem uma combinação incomum da permeabilidade fluida e da eficiência quando comparados tanto aos meios de micro vidro de via úmida convencional para aplicação de filtração do ar quanto aos compósitos de ligação adesiva do pedido de patente US 60/639771.

O meio de filtração da presente invenção possui uma eficiência de pelo menos 20%, significando que o meio é capaz de filtrar pelo menos 20% das partículas que possuem um diâmetro de 0,3 μm em um fluxo de ar em uma velocidade de face de 5,33 cm/s. Para o uso em filtros ASHRAE, vantajosamente, o meio da presente invenção é capaz de filtrar pelo menos 30% e até cerca de 99,97% de 0,3 μm de partículas no fluxo de ar em uma velocidade de face de 5,33 cm/s.

Quanto maior a permeabilidade do meio do filtro, menor a queda de pressão, portanto, maior a vida do filtro, assumindo que outras variáveis são mantidas constantes. Vantajosamente, a permeabilidade do ar Frazier do meio do filtro da presente invenção é de pelo menos cerca de 0,91 $\text{m}^3/\text{min}/\text{m}^2$ e, tipicamente, até cerca de 48 $\text{m}^3/\text{min}/\text{m}^2$.

Os meios do filtro da presente invenção são, vantajosamente, eletricamente e substancialmente neutros e, portanto, muito menos afetados pela umidade do ar quando comparados com os filtros descritos nas patentes US 4.874.659 e US 4.178.157, descritas acima, que devem suas performances às cargas associadas a elas. Por "eletricamente e substancialmente neutra" entende-se que os meios não carregam uma carga elétrica detectável.

MÉTODOS DE TESTES

A eficiência de filtração foi determinada por um Filtro de Teste de Eficiência Fracional Modelo 3160, comercialmente disponível pela TSI Incorporated (St. Paul, Minnesota). Os tamanhos de partículas desejados das

partículas de aerossol recusadas foram colocadas no software do teste e a velocidade de fluxo desejada do filtro foi estabelecida. Foram utilizados uma velocidade do fluxo de ar volumétrica de 32,4 L/min e uma velocidade de face de 5,33 cm/s. O teste continuou automaticamente até o filtro ter sido recusado com cada tamanho de partícula selecionada. Um relatório foi então gerado
5 contendo os dados de eficiência do filtro para cada tamanho de partícula com queda de pressão. As eficiências relatadas nos dados abaixo são para 0,3 μm de partículas recusadas apenas.

A queda da pressão foi relatada pelo Teste de Filtro de Eficiência
10 Fracional 3160 comercialmente disponível pela TSI Incorporated (St. Paul, Minnesota). As condições de teste são descritas sob o método de teste de Eficiência de Filtração. A queda da pressão é relatada em milímetros (mm) de coluna de água, também referida no presente como mm de H_2O .

O peso de base foi determinado pela norma ASTM D-3776, que é
15 incorporado no presente como referência e relatado em g/m^2 .

A espessura foi determinada pela norma ASTM D-177-64, que é incorporada no presente como referência e é reportada em micrômetros (μm).

O diâmetro da fibra foi determinado conforme segue. Dez
imagens de microscópios de varredura de elétrons (SEM) a 5.000 x de
20 aumento foram tiradas de cada amostra da camada de nanofibra. O diâmetro de onze (11) nanofibras claramente distinguíveis foram medidas das fotografias e gravadas. Os defeitos não foram incluídos (isto é, pedaços de nanofibras, pedaços de polímeros, intersecções de nanofibras). A média do diâmetro da fibra para cada amostra foi calculada.

25 A rigidez foi medida utilizando um instrumento "Handle-o-meter" fabricada pela Thwing Albert Instrument Co. (Philadelphia, Pennsylvania). O Handle-o-meter mede, em gramas, a resistência que uma lâmina encontra quando força um espécime do material em uma fenda de extremidades

paralelas. Esta é uma indicação da dureza do material, que possui uma relação inversa com a flexibilidade do material. A dureza é medida na direção longitudinal (direção da máquina) do material e na direção transversa (direção transversal da máquina).

5 A permeabilidade Frazier é uma medida da permeabilidade ao ar de materiais porosos e é relatada em unidades de pés³/min/pés². Ela mede o volume do fluxo de ar através de um material em uma diferença de pressão de 0,5 polegada (12,7 mm) de água. Um orifício é montado em um sistema a vácuo para restringir o fluxo de ar através da amostra para uma quantidade
10 mensurável. O tamanho do orifício depende da porosidade do material. A permeabilidade Frazier é medida em unidades de pés³/min/pés² utilizando um manômetro dual Sherman W. Frazier Co. com orifício calibrado e convertido a unidades de m³/min/m².

EXEMPLOS

EXEMPLO 1

15 As camadas de nanofibras foram feitas por eletrofiação de uma solução de polímero de nylon 6,6 que possui uma densidade de 1,14 g/cc (disponível pela E. I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware) a 24% em peso em ácido fórmico de 99% de pureza (disponível pela
20 Kemira Oyj, Helsinki, Finlândia). O polímero e o solvente foram alimentados em um tanque de mistura de solução, a solução transferida para dentro de um reservatório e medida por uma bomba de marcha a um conjunto de giro do eletrofiador possuindo bocais de fiação, conforme descrito no documento WO 03/080905. O conjunto de giro era de 0,75 metros de largura e possuía 76
25 bocais de fiação. O conjunto estava à temperatura ambiente com a pressão da solução no bocal de fiação a 10 bar. A fieira foi eletricamente isolada e foi aplicada uma voltagem de 75 kV. O ar comprimido a uma temperatura de 44° C foi injetado através dos bocais de ar dentro do conjunto de giro a uma

velocidade de 7,5 m³/min e uma pressão de 660 mm de H₂O. A solução saiu dos bocais de fiação para o ar a pressão atmosférica, uma umidade relativa de 65% a 70% e a uma temperatura de 29° C. O rendimento da solução polimérica do processo de formação de nanofibra foi cerca de 2 cm³/min/orifício. As fibras foram depositadas a 310 mm abaixo da saída do conjunto sobre uma malha porosa em cima de uma correia porosa movendo-se de 5 a 12 m/min. Uma câmara de vácuo exercendo um vácuo de 100 a 170 mm de H₂O abaixo da correia auxiliou na deposição das fibras. Um material não-tecido PET de filamentos contínuos de peso de base de 40 g/m² (Finon C 3040) obtido pela Kolon Company (Coréia do Sul) foi utilizado como a malha. A malha possuía uma rigidez de 35 g na direção longitudinal e 55 g na direção transversa.

A estrutura SN produzida foi testada para vários tamanhos de partículas para a eficiência de filtração e queda de pressão utilizando um teste TSI 3160, e os resultados são dados na Tabela 1.

15

EXEMPLO 2

Uma estrutura SN foi feita conforme descrita no Exemplo 1, mas em um peso de base maior da camada de nanofibra. A estrutura resultante foi testada em vários tamanhos de partículas para eficiência de filtração e queda de pressão e os resultados são dados na Tabela 1.

20

TABELA 1

Exemplo nº	Diâmetro de nanofibra (nm)	Peso de base de nanofibra (g/m ²)	Eficiência (%)	Queda de pressão (mm H ₂ O)	Permeabilidade ao ar Frazier (m ³ /m ² /min)
1	341/387	3	69,9	3,7	37
2	374/362	5	85	6,4	22

*primeira medida/ segunda medida

EXEMPLO 3

O meio de filtração que possui uma estrutura SN foi formado

como no Exemplo 1 pela deposição de uma camada de nanofibra de nylon que contém solvente, possuindo um peso de base de cerca de 3 g/m^3 em um Finon C 3070 de malha PET de filamentos contínuos que possui um peso de base de cerca de 70 g/m^2 . O diâmetro médio das nanofibras era cerca de 400 nm. A rede de nanofibra foi coletada sobre a malha sob uma pressão a vácuo do coletor de 60 mm de H_2O para formar o tecido SN compósito, e o tecido compósito foi passado através de um secador a 110°C e uma pressão a vácuo de 200 mm H_2O . O tecido compósito foi pregueado para formar um meio de filtro pregueado. O processo de ligação com solvente resultou em uma boa ligação da rede de nanofibra à malha com nenhuma delaminação e boa resistência à abrasão da camada de nanofibra ao desgaste manual do meio pregueado. A queda de pressão e a eficiência do meio de filtração antes e depois de pregueados estão listadas na Tabela 2.

EXEMPLO 4

O meio de filtração foi formado como no Exemplo 3, com a exceção de que a camada de nanofibra foi coletada na malha sob uma pressão a vácuo do coletor de 80 mm de H_2O . O tecido compósito foi pregueado para formar um meio de filtro pregueado. O processo de ligação com solvente resultou em uma boa ligação da rede de nanofibra à malha com nenhuma delaminação e boa resistência à abrasão pelo desgaste manual da camada de nanofibra do meio pregueado. A queda de pressão e a eficiência do meio de filtração antes e após o pregueado estão listadas na Tabela 2.

EXEMPLO COMPARATIVO A

O meio de filtração foi formado como no Exemplo 3, com a exceção de que a camada de nanofibra foi coletada na malha sob uma pressão a vácuo do coletor de 40 mm de H_2O . O tecido compósito foi pregueado para formar um meio de filtro pregueado. O processo de ligação com solvente resultou em uma boa ligação da rede de nanofibra à malha com nenhuma

delaminação, mas a camada de nanofibra foi facilmente desgastada pelo desgaste manual do meio pregueado. A queda de pressão e a eficiência do meio de filtração antes e após o pregueado estão listadas na Tabela 2.

EXEMPLO COMPARATIVO B

5 O meio de filtração foi formado como no Exemplo 3, com a exceção de que a camada de nanofibra foi coletada em uma malha PP de filamentos contínuos. Nenhuma ligação era evidente.

EXEMPLO 5

10 O meio de filtração foi formado pela deposição de uma camada de nanofibra de nylon contendo solvente, que possui um peso de base de cerca de 3 g/m² sobre uma malha PET de filamentos contínuos Finon C 3070 da Kolon Company. A camada de nanofibra foi coletada sobre a malha sob uma pressão de vácuo de 4 mm de H₂O e foi aplicado uma malha superior de um tecido cardado bicamada (HDK Industries, Inc., Greenville, SC). O tecido
15 cardado possuía uma camada de fibras de nylon cardadas e uma camada de fibras PET cardadas. A camada de fibra de nylon cardada estava diretamente em contato com a camada de nanofibra de nylon, para formar um tecido SNS compósito. O tecido SNS compósito foi passado através de uma laminação de consolidação para efetuar a ligação com o solvente da camada de nanofibra às
20 camadas de malha superior e inferior. Subseqüentemente, o compósito de ligação com o solvente foi passado através de um secador em uma temperatura de 90° C e uma pressão a vácuo de 20 mm H₂O. O tecido compósito foi pregueado para formar um meio de filtro pregueado. O processo de ligação com solvente resultou em uma boa ligação da rede de nanofibra às
25 malhas com nenhuma delaminação no manuseio, e apenas leve delaminação ao desgastar as duas camadas do meio pregueado juntas. A queda de pressão e a eficiência do meio de filtração antes e depois do pregueado estão listadas na Tabela 2.

EXEMPLO 6

O meio de filtração foi formado como no Exemplo 5, exceto que o peso de base da camada de nanofibra era de 5 g/m². O tecido compósito foi pregueado para formar um meio de filtro pregueado. O processo de ligação com solvente resultou em uma boa ligação da rede de nanofibra às malhas com nenhuma delaminação no manuseio, e nenhuma delaminação ao desgastar as duas camadas do meio pregueado juntas. A queda de pressão e a eficiência do meio de filtração antes e depois do pregueado estão listadas na Tabela 2.

EXEMPLO 7

O meio de filtração foi formado como no Exemplo 5, exceto que o a malha inferior era uma malha PET de filamentos contínuos Finon F 5070 e a pressão a vácuo do coletor era de 5 mm de H₂O. O tecido compósito foi pregueado para formar um meio de filtro pregueado. O processo de ligação com solvente resultou em uma boa ligação da rede de nanofibra às malhas com nenhuma delaminação no manuseio, e apenas leve delaminação ao desgastar as duas camadas do meio pregueado juntas. A queda de pressão e a eficiência do meio de filtração antes e depois do pregueado estão listadas na Tabela 2.

EXEMPLO 8

O meio de filtração foi formado como no Exemplo 7, exceto que o a pressão a vácuo do coletor era de 10 mm de H₂O. O tecido compósito foi pregueado para formar um meio de filtro pregueado. O processo de ligação com solvente resultou em uma boa ligação da rede de nanofibra às malhas com nenhuma delaminação no manuseio, e nenhuma delaminação ao desgastar as duas camadas do meio pregueado juntas. A queda de pressão e a eficiência do meio de filtração antes e depois do pregueado estão listadas na Tabela 2.

EXEMPLO 9

O meio de filtração foi formado como no Exemplo 7, exceto que a pressão a vácuo do coletor era de 20 mm de H₂O. O tecido compósito foi pregueado para formar um meio de filtro pregueado. O processo de ligação com solvente resultou em uma boa ligação da rede de nanofibra às malhas com nenhuma delaminação no manuseio, e apenas leve delaminação ao desgastar as duas camadas do meio pregueado juntas. A queda de pressão e a eficiência do meio de filtração antes e depois do pregueado estão listadas na Tabela 2.

EXEMPLO COMPARATIVO C

Um meio de filtração foi formado pela deposição de uma camada de 3 g/m² de nanofibras de poliamida em uma malha de base PET de filamentos contínuos de 30 g/m² (Finon C 3040) de acordo com a presente invenção, e uma malha superior PET de filamentos contínuos de 70 g/m² pré formada (Finon C 3040) foi laminada de modo adesivo à camada de nanofibra para formar uma estrutura SNS. A queda de pressão e eficiência do meio de filtração antes do pregueado está listada na Tabela 2.

EXEMPLO 10

Um meio de filtração foi formado pela deposição de uma camada de 3 g/m² de nanofibras de poliamida em uma malha de base PET de filamentos contínuos de 70 g/m² (Finon C 3040) de acordo com a presente invenção, e uma malha superior PET de filamentos contínuos de 30 g/m² (Finon C 3040) foi depositada na camada de nanofibra de acordo com o processo de ligação com solvente em série da presente invenção, para formar uma estrutura SNS. A queda de pressão e eficiência do meio de filtração antes do pregueado está listada na Tabela 2.

TABELA 2**PROPRIEDADES DOS MEIOS**

Ex.	Estrutura média	Peso de base da nanofibra (g/m ²)	Eficiência do pré-pregueado	Queda de pressão do pré-pregueado (mm de H ₂ O)	Eficiência do pós-pregueado	Queda de pressão do pós-pregueado (mm de H ₂ O)
3	SN	3	48,2	2,19	52,4	2,27
4	SN	3	40,1	2,08	54,9	2,43
Comp A	SN	3	45	1,2	55	2,55
5	SNS	3	41,4	1,57	38,1	1,68
6	SNS	5	57,4	2,95	48,1	2,4
7	SNS	3	37,5	1,21	35,3	1,68
8	SNS	3	40,3	1,25	37,8	1,9
9	SNS	3	38,4	1,51	34,8	1,57
Comp C	SNS	3	62,3	3,4	-	-
10	SNS	3	65,1	2,8	-	-

Conforme discutido acima, o Exemplo Comparativo A que foi depositado sob apenas 40 mm de H₂O a vácuo, possuía resistência insuficiente à abrasão, em contrastes aos Exemplos 3 e 4 da presente invenção, que demonstraram serem razoáveis a boa resistência a abrasão. O Exemplo comparativo B que utilizou uma malha de filamentos contínuos PP altamente não polar não poderia atingir ligação suficiente à malha e às camadas de nanofibra para o uso como um meio de filtração.

O Exemplo comparativo C, que foi laminado de modo adesivo, demonstrou eficiência reduzida e queda de pressão elevada, quando comparado à estrutura SNS idêntica do Exemplo 10, formada de acordo com o processo de laminação de ligação com solvente em série da presente invenção.

REIVINDICAÇÕES

1. TECIDO COMPÓSITO, caracterizado pelo fato de que compreende uma rede de nanofibras poliméricas eletrofiadas ligadas com solvente a uma primeira rede de suporte que compreende fibras de diâmetro
5 médio maior que as nanofibras fiadas a partir de um material compatível com ditas nanofibras, na ausência de um adesivo entre as redes.

2. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o polímero de nanofibra é selecionado a partir do grupo que consiste em poliamidas, poliésteres, poliuretanos, fluoreto de
10 polivinilideno e álcool polivinílico, e a rede de suporte compreende as fibras selecionadas a partir do grupo que consiste em poliamidas, poliésteres, poliuretanos, fluoreto de polivinilideno e álcool polivinílico, fibras naturais e suas combinações.

3. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 1,
15 caracterizado pelo fato de que o material compatível é polimérico.

4. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que tanto as nanofibras quanto as fibras da rede de suporte são poliamidas.

5. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 3,
20 caracterizado pelo fato de que o polímero de nanofibra e as fibras poliméricas de dita rede de suporte são polímeros diferentes.

6. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que a rede de suporte compreende uma combinação de fibras poliméricas diferentes.

25 7. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a rede de suporte compreende camadas múltiplas de fibras poliméricas diferentes.

8. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 1,

caracterizado pelo fato de que a rede de suporte é um tecido ou um tecido não-tecido.

9. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que a rede de suporte é uma rede não-tecida selecionada a partir do grupo que consiste em fibras fiadas por ligação, fibras fiadas por fusão, fibras cardadas, fibras depositadas por via úmida e suas combinações.

10. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a rede de nanofibra compreende as nanofibras de poliamida que possuem diâmetros de fibra médio entre 200 nm e 500 nm, possuindo um peso de base de pelo menos $2,5 \text{ g/m}^2$, e a rede de suporte compreende pelo menos uma camada de fibras fiadas por ligação.

11. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a rede de nanofibra compreende nanofibras de poliamida que possuem diâmetros de fibra médio entre 200 nm e 500 nm, possuindo um peso de base de pelo menos $2,5 \text{ g/m}^2$, e a rede de suporte compreende uma estrutura bicamada de fibras de poliamida cardadas e fibras de poliéster cardadas, em que a rede de nanofibra é ligada com solvente à camada de fibra de poliamida cardada.

12. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende ainda uma segunda rede de suporte que compreende fibras de diâmetro médio maior que as nanofibras fiadas a partir de um material compatível com ditas nanofibras, ligadas com solvente à dita rede de nanofibra oposta à primeira rede de suporte.

13. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que as ditas primeira e segunda redes de suporte são quimicamente as mesmas.

14. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 2,

caracterizado pelo fato de que as ditas nanofibras são poliamida e a rede de suporte compreende uma mistura de fibras de PET e natural.

15. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que as ditas fibras naturais são a celulose.

5 16. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que as ditas nanofibras são a poliamida e as fibras de rede de suporte são todas fibras naturais.

17. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato de que as ditas fibras naturais são a celulose.

10 18. TECIDO COMPÓSITO, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que as ditas nanofibras são o álcool polivinílico e dita rede de suporte compreende uma mistura de fibras álcool polivinílico e fibras de rayon.

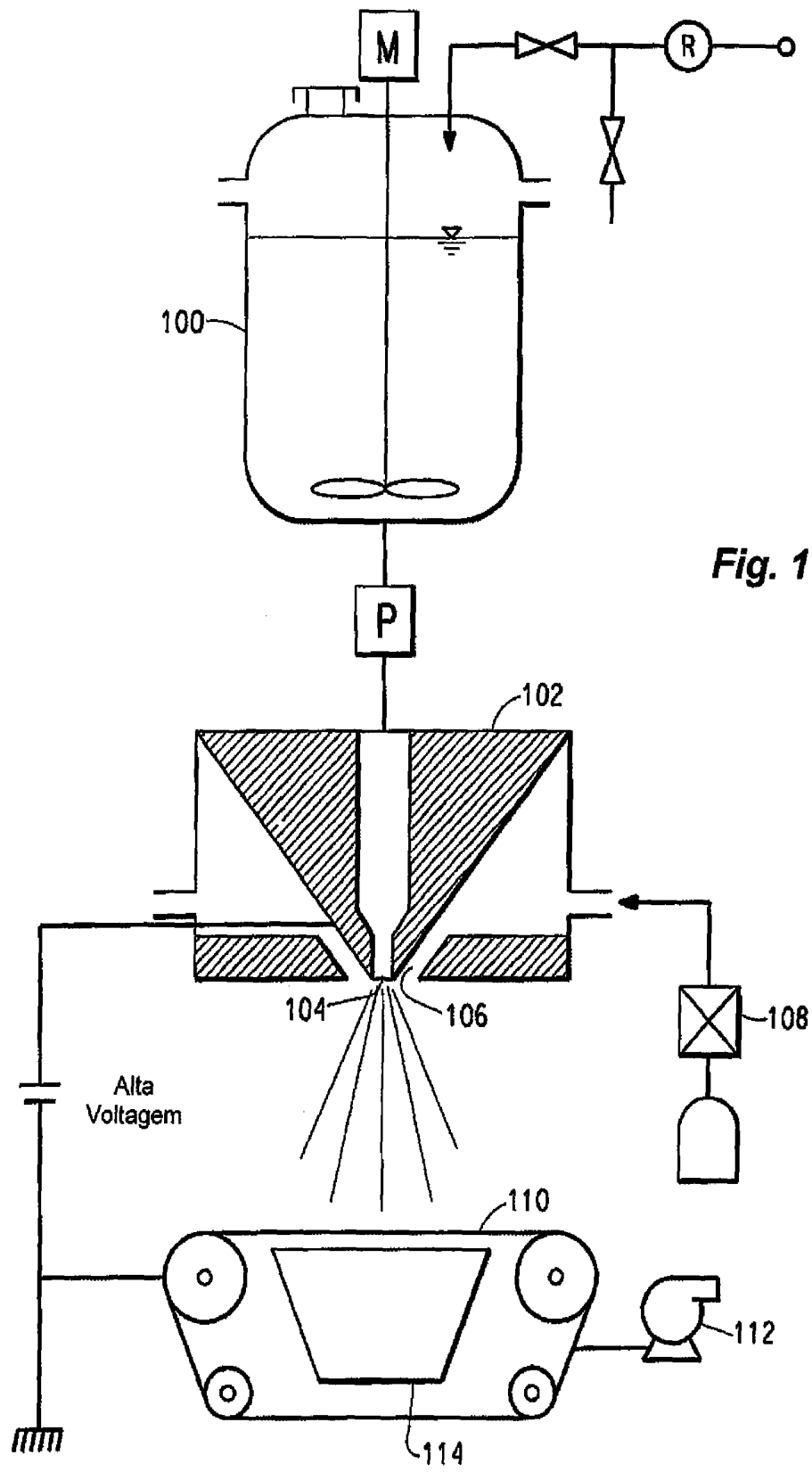
19. PROCESSO PARA FORMAÇÃO DE UM TECIDO
15 COMPÓSITO, conforme definido na reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende a eletrofiação de uma rede de nanofibras poliméricas e de um solvente para tal em uma rede de suporte móvel (122), que compreende fibras maiores fiadas a partir de um material que é compatível com dito polímero de nanofibra, e a aplicação de uma pressão a vácuo entre 4 mm de H₂O e 170
20 mm de H₂O às redes combinadas para ligar com solvente a rede de nanofibras à rede de suporte (122).

20. PROCESSO, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que a pressão a vácuo aplicada está entre 60 mm de H₂O e 170 mm de H₂O para formar uma rede de nanofibra ligada com solvente/
25 tecido compósito de rede de suporte (122).

21. PROCESSO, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que a pressão a vácuo aplicada está entre 4 mm de H₂O e 30 mm de H₂O e compreende ainda a deposição de uma segunda rede

de suporte (125), que compreende fibras maiores fiadas a partir de um material que é compatível com dito polímero de nanofibra em dita rede de nanofibra, para formar uma rede de suporte/rede de nanofibra/tecido compósito de rede de suporte (122), e passar dito tecido compósito através de uma laminagem de consolidação, para ligar com solvente o compósito.

22. PROCESSO, de acordo com a reivindicação 21, caracterizado pelo fato de que compreende ainda secar o tecido compósito de ligação com solvente sob vácuo para remover o solvente.

*Fig. 1*

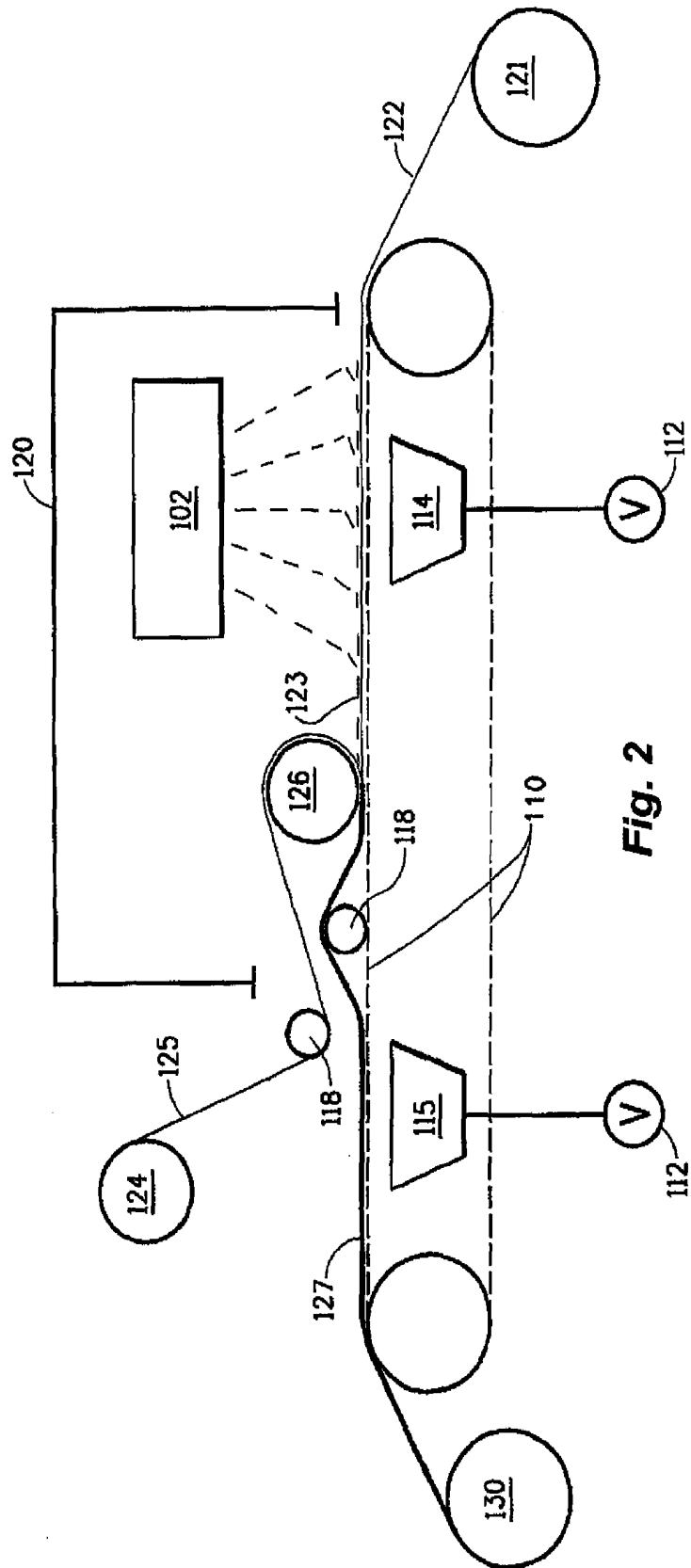


Fig. 2