



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 278 066 A1

4(51) B 01 D 39/20

PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP B 01 D / 323 185 0	(22)	15. 12. 88	(44)	25. 04. 90
(71)	VEB Kombinat Medizin- und Labortechnik Leipzig, Franz-Flemming-Straße 43/45, Leipzig, 7035, DD				
(72)	Scholz, Ralph-Peter, Dr. rer. nat. Dipl.-Ing.; Elmer, Klaus, Dipl.-Ing.; Stöbe, Regine; Schulle, Wolfgang, Prof. Dr.-Ing.; Melzer, Dieter, Dipl.-Ing., DD				
(54)	Keramikfilter zur Gasfiltration und Verfahren zu dessen Herstellung				

(55) Keramikfilter, Gasfiltration, Gassterilisation, Herstellungsverfahren, Cordieritkeramik, Sprühgranaliengerüst, Sprühgranulat, Kaolin, Speckstein, Aluminiumoxid

(57) Die Erfindung betrifft ein Keramikfilter zur Gasfiltration, insbesondere zur Gasfiltration im Sterilbereich der Humanmedizin und ein Verfahren zu dessen Herstellung. Ziel und Aufgabe besteht in der Schaffung einer Cordieritkeramik mit höheren Gebrauchseigenschaften. Gemäß der Erfindung besteht der Keramikfilter aus einem Sprühgranaliengerüst mit einem Porenvolumen von etwa 40 % und Porengrößen von 7,5 nm bis 10000 nm, das aus einem im gebrauchsfähigen Zustand erhärteten, vor seiner Fertigstellung zuerst zerstäubungstrockenem, dann breiigem Sprühgranulat in der Zusammensetzung von Kaolin, Speckstein und Aluminiumoxid/Aluminiumhydroxid hergestellt ist.

Patentansprüche:

1. Keramikfilter zur Gasfiltration, insbesondere zur Sterilfiltration in medizinischen Bereichen, dessen Werkstoff Cordieritkeramik ist, **gekennzeichnet dadurch**, daß es aus einem Sprühgranaliengerüst mit einem Porenvolumen von etwa 40 % und Porengrößen von 7,5 nm bis 10000 nm besteht.
2. Keramikfilter nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Sprühgranaliengerüst aus einem im gebrauchsfähigen Zustand erhärteten, vor seiner Fertigstellung zuerst zerstäubungstrockenem, dann breiigem Sprühgranulat besteht, welches aus einem Gemisch mehrerer Siebfiltrationen unter 0,3 mm aus Kaolin, Spreckstein, Aluminiumoxid und Aluminiumhydroxid hergestellt ist.
3. Keramikfilter nach Anspruch 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Sprühgranulat nach seiner Aufbereitung als Schlicker unter Zugabe eines Porenbildners und eines Verformungshilfsstoffes mit diesem vermischt ist.
4. Keramikfilter nach Anspruch 2 und 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Sprühgranalien zu 86 % Korngrößen von 0,2 mm bis 0,225 mm aufweisen.
5. Keramikfilter nach Anspruch 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Silikatanalyse des Werkstoffes Cordieritkeramik wie folgt lautet:

SiO ₂ ...	43	bis	51 %
Al ₂ O ₃ ...	34,4	bis	35,5 %
MgO ...	13,5	bis	14,5 %
Fe ₂ O ₃ ...	0,34	bis	0,38 %
TiO ₂ ...	0,15	bis	0,5 %
Na ₂ O ...	0,1	bis	0,25 %
K ₂ O ...	0,1	bis	0,15 %
CaO ...	0,05	bis	0,06 %
6. Keramikfilter nach Anspruch 1 bis 5, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Porosität des Keramikfilters maximal 43 % und die spezifische innere Oberfläche des Porenraumes etwa 50 m²/g beträgt.
7. Verfahren zur Herstellung von Filtermaterial aus dem Werkstoff Cordieritkeramik, **gekennzeichnet dadurch**, daß ein Gemisch von 40 % Kaolin, 42 % Speckstein und 18 % Aluminiumoxid/Aluminiumhydroxid bei einem Feststoff-Flüssigkeits-Mahlverhältnis von 1:1 zu einem Schlicker aufbereitet und dieses durch Zerstäubungstrocknung zu einem Sprühgranulat hergestellt wird, das mit 15 % Ausbrennstoff, der als Porenbildner wirkt und einem Preßhilfsmittel, das als Verformungshilfsstoff wirkt, vermischt, dann in durch Pressung bei einem Verhältnis von Rohdichte zu Reindichte gleich 0,75 verdichtet, bis zu einer Dichte von 1,3 bis 1,4 g/cm³ trocken gepreßt und anschließend bei 1670 K gesintert wird.
8. Verfahren nach Anspruch 7, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Preßhilfsmittel Olein verwendet wird.
9. Verfahren nach Anspruch 7 und 8, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Schüttgewicht der Filtermasse 0,845 kg/l beträgt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Keramikfilter zur Gasfiltration, insbesondere zur Sterilfiltration in medizinischen Bereichen und ein Verfahren zu dessen Herstellung, insbesondere zur Herstellung von porösen Silikatkeramiken für die Gasfiltration im Sterilbereich der Humanmedizin.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

In der Praxis und bevorzugt im medizinischen Bereich Infusions- und Transfusionswesen werden bakteriendichte BelüftungsfILTER verwendet (DE-OS 3203954). Für diese kommen Lamine, Vliese oder auch perforierte Folien sowie kombinierte Mehrschichtwerkstoffe zum Einsatz. Sie wirken vorwiegend als Oberflächenfilter. Filter, die auf keramischer Basis hergestellt werden, fanden bisher keine Verwendung bei der Sterilfiltration. Mit diesen für die Mikrofiltration und Ultrafiltration bestimmten Filtern sollen sehr feinteilige Schwebstoffe aus Flüssigkeiten ausgefiltert werden. Die Keramikfilter sind mit einem mineralischen Träger versehen, auf den eine poröse mineralische Membran aufgebracht ist (EP 0250346, 0263468). Fast gleichzeitig wurde ein Keramikfilter mit einer auf der inneren Oberfläche einer Trägerschicht aufgetragenen Filterschicht vorgeschlagen, die aus einem Aluminiumoxidkeramikmaterial hoher Reinheit hergestellt ist und deren innere Oberfläche als Filteroberfläche wirkt (DE-OS 3727274). Dieser in der Form eines Rohres gestaltete Keramikfilter ist ebenfalls für die Ultrafiltration vorgesehen, vorrangig jedoch für die Filtration von sogenannten Milchkulturen aus abgelagerter Maische oder Getränken.

Hingegen sieht die bevorzugte Anwendung in den medizinischen Bereichen Transfusionswesen, Intensivtherapie, Anaesthesie und Chirurgie einen porösen keramischen Filter vor, der mit einem Filterelement verbunden und mit in Strömungsrichtung ausgerichteten durchgängigen Poren versehen ist. Der Filter ist aus Magnesium-Aluminium-Silikaten unter Zugabe von Stärkemehl hergestellt und wird nach erfolgter Formgebung gesintert und anschließend hydrophobiert. Die formstabile Festigkeit wird durch Pressung der Filtermaterialien und Aufheizung des Formkörpers auf etwa 1400°C erreicht. Die für die Flüssigkeitsfiltration vorgeschlagenen Keramikfilter erfordern relativ aufwendige, besonders material- und energieintensive Nachbehandlungen, um die für ihre Zwecke erforderliche Festigkeit, Filtration und Genauigkeit zu erreichen. Außerdem besitzen sie, wie auch der zur Eliminierung von Mikropartikeln und mikrobiellen Bestandteilen aus Gasen entwickelte Filter, noch keinen optimalen Tiefenfiltrationseffekt.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die Nachteile poröser keramischer Filter zu vermeiden, einen Keramikfilter zur Anwendung für die Gasfiltration, vorzugsweise Luft, mit hohen Gebrauchseigenschaften, hoher Filterzuverlässigkeit, für den Anwendungsfall ausreichender Durchlässigkeit und verbesserter Reproduzierbarkeit sowie ein ökonomisch günstigeres Verfahren zu seiner Herstellung zu schaffen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, durch Verwendung eines Magnesiumaluminiumsilikats und eines feinkörnigen Porenbildners sowie durch Anwendung einer verbesserten Verfahrensweise die Porengröße und das Porenvolumen der herzustellenden Cordieritkeramik so zu optimieren, daß einerseits der aus ihr gebildete Keramikfilter eine sichere Sterilfiltration ermöglicht, andererseits seine Festigkeit auch mit größerem Eindringvolumen erhalten bleibt. Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß der aus dem Werkstoff Cordieritkeramik hergestellte Keramikfilter aus einem Sprühgranaliengerüst mit einem Porenvolumen von etwa 40% und Porengrößen von 7,5 nm bis 10000 nm besteht. Es wurde insbesondere hierbei gefunden, daß sich poröse Silikatkeramiken für die Gasfiltration im Sterilbereich dann mit Vorteil herstellen lassen, wenn sie aus einem im gebrauchsfähigen Zustand erhärteten, vor ihrer Fertigstellung zuerst zerstäubungstrockenem, dann breiigem Sprühgranulat aufgebaut sind, welches aus einem Gemisch mehrerer Siebfiltrationen unter 0,3 mm aus Kaolin, Speckstein, Aluminiumoxid und Aluminiumhydroxid hergestellt ist. Die Erfindung betrifft dabei ein Sprühgranulat, das nach seiner Aufbereitung als Schlücker unter Zugabe eines Porenbildners und eines Verformungshilfsstoffes mit diesem vermischt ist. Dabei weisen die Sprühgranalien zu 86% Kornrößen von 0,2 mm bis 0,225 mm auf. Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung betrifft ein Keramikfilter, dessen Zusammensetzung innerhalb der folgenden Werte liegt:

SiO ₂	43 bis 51 %
Al ₂ O ₃	34,4 bis 35,5 %
MgO	13,5 bis 14,5 %
Fe ₂ O ₃	0,34 bis 0,38 %
TiO ₂	0,15 bis 0,5 %
Na ₂ O	0,1 bis 0,25 %
K ₂ O	0,1 bis 0,15 %
CaO	0,05 bis 0,06 %

und dessen Porosität maximal 43% sowie spezifische innere Oberfläche des Porenraumes etwa 50 m²/g beträgt. Die Erfindung umfaßt weiterhin ein verbessertes Verfahren, das durch technologisch einfache Verfahrensschritte gekennzeichnet ist und Keramikfilter ohne material- und energieintensive Nachbehandlung herstellt. Dazu wird ein Gemisch von 40% Kaolin, 42% Speckstein und 18% Aluminiumoxid/Aluminiumhydroxid bei einem Feststoff-Flüssigkeits-Mahlverhältnis von 1:1 zu einem Schlücker aufbereitet und dieser durch Zerstäubungstrocknung zu einem Sprühgranulat verarbeitet. In Fortsetzung dieses Verfahrens konnte erfindungsgemäß festgestellt werden, daß bei einer weiteren Vermischung mit 15% Ausbrennstoff, der als Porenbildner wirkt und einem Preßhilfsmittel, das als Verformungshilfsmittel wirkt, das Sprühgranulat dann im Rahmen der Erfindung beschriebene Porosität erhält, wenn es durch Pressung bei einem Verhältnis von Rohdichte zu Reindichte gleich 0,75 verdichtet, bis zu einer Dichte von 1,3 bis 1,4 g/cm³ trocken gepreßt und anschließend bei 1670 K gesintert wird. Als Preßhilfsmittel wird bevorzugt Olein verwendet, das allgemein als technische Ölsäure bekannt, überraschenderweise für die gewünschte Filterfestigkeit bedeutungsvoll ist. Das Schüttgewicht der Ausgangsmaterialien beträgt 0,845 kg/l.

Ausführungsbeispiel

Der Keramikfilter sowie das Verfahren zur Herstellung von porösen Silikatkeramiken für die Gassterilisation im Sterilbereich sind mit der nachfolgenden Beschreibung näher erläutert. Gemäß der Erfindung besteht der in variablen Abmessungen und Formen herstellbare Keramikfilter aus einem porösen Sprühgranaliengerüst, das ein Porenvolumen von etwa 40% und Porengrößen von 7,5 bis 10000 nm aufweist. Es ist aus einem durch Zerstäubungstrocknung vorbereiteten Sprühgranulat aufgebaut und erhält durch die Zugabe eines Ausbrennstoffes eine offene Porenstruktur. Das Sprühgranulat besteht aus 40% Kaolin, 42% Speckstein und 18% Aluminiumoxid/Aluminiumhydroxid. Ihre Mischung durch mehrere Siebfraktionen besitzt ein Korngrößenspektrum bis maximal 0,3 mm, wobei 86% der Sprühgranalien in einem Größenbereich zwischen 0,200 mm und 0,225 mm liegen.

Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung wird bei einem porösen keramischen Filter erreicht, wenn die gewichtsmäßige Zusammensetzung seines Cordieritwerkstoffes bestimmte Werte innerhalb der folgenden Bereiche einnimmt:

SiO ₂	43 bis 51 %
Al ₂ O ₃	34,4 bis 35,5 %
MgO	13,5 bis 14,5 %
Fe ₂ O ₃	0,34 bis 0,38 %
TiO ₂	0,15 bis 0,5 %
Na ₂ O	0,1 bis 0,15 %
CaO	0,05 bis 0,06 %

Das Gemisch dieses Cordierits wird bei einem Feststoff-Flüssigkeits-Mahlverhältnis von 1:1 zu einem Schlicker aufgearbeitet, aus dem dann durch die Zerstäubungstrocknung das Sprühgranulat entsteht. Dieses wird wie vorn schon dargelegt mit 15% Ausbrennstoff und Preßhilfsmittel gemischt, dann durch Pressung bei einem Verhältnis von Rohdichte zu Reindichte gleich 0,75 verdichtet, bis zu einer Dichte von etwa 1,35g/cm³ in die gewünschte Form gepreßt und anschließend bei 1670K gebrannt. Der Wert 0,75 steht als Maß für die Verdichtung der Cordieritmase infolge Pressung, wobei Rohrein 1,75g/cm³ beträgt. Als Ausbrennstoff wird bevorzugt ein zur Gruppe der Polysaccharide gehörendes Kohlenhydrat und als Verformungshilfsstoff eine Ölsäure, z. B. Olein verwendet.

Die Ausführungsform der Erfindung hat gezeigt, daß ein Keramikfilter mit maximaler Porosität von 43% und einer spezifischen inneren Oberfläche von etwa 50m²/g die Mikroorganismen aus Gasen nicht nur sicher entfernt, sondern auch mehrmals und verfahrensunabhängig sterilisierbar und damit insbesondere in Prozessen einsetzbar ist, die keimfrei ablaufen müssen bzw. Reinraumbedingungen zu entsprechen haben. Die erfindungsgemäße Verwendung des feinkörnigen Porenbildners, der in Verbindung mit der Sintertemperatur einen in Strömungsrichtung offenen Porenraum bildet und durch den sehr geringen Preßdruck, der das Granaliengerüst nicht zerstört und somit die poröse Struktur der Sprühgranalien aufrecht erhält, wird ein sicherer Tiefenfiltrationseffekt erzielt.

Das gemäß vorheriger Silikatanalyse zusammengesetzte Sprühgranulat, welches vor seiner Aushärtung zu dem erfindungsgemäßen Sprühgranaliengerüst zuerst zerstäubungstrocknen und dann breiig ist, hat mit den Zusätzen eine für die serienmäßige Herstellung erforderliche Ausgangsmasse, deren Schüttgewicht 0,845kg/l beträgt.