

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES PLC, London, Nagy-Britannia

ELJÁRÁS MEMBRÁNOK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

A bejelentés napja: 1990. 08. 15.

Elsőbbsége: 1989. 09. 15. (890996.9) Nagy-Britannia

K i v o n a t

A találmány tárgya eljárás csőalakú membrán előállítására, amelynek során 70-30 tömeg % első hőre lágyuló polimer és 30-70 tömeg % második, nem elegyedő hőre lágyuló polimer keverékét csővé extrudálják, amelynek fala a polimereket egymást átszövő hálózatok formájában tartalmazza, és a második polimer által alkotott hálózatot a második polimert oldó oldószerrel kioldva az első polimer által alkotott hálózathoz álló porózus csőfalat alakítanak ki. A találmány szerint első polimerként aromás poliéter-ketont, második polimerként pedig aromás poliéter-szulfont használnak, és a polimer-párt úgy választják meg, hogy a keverék első polimer-tartalmának felső (70 tömeg %-os) határértékénél az első polimer ömledék-viszkozitása nagyobb a második polimerénél, míg a keverék első polimer-tartalmának alsó (30 tömeg %-os) határértékénél az első polimer ömledék-viszkozitása kisebb a második polimerénél.

158/823

felvezető ábra: ϕ
Példány

50.16/90

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

"A"

64877

Képviselő:

BUDAPESTI 14. SZ. ÜGYVÉDI MUNKAKÖZÖSSÉG

Dr.Tóth-Urbán László és Dr.Jalsovszky Györgyné ügyvédek

61/00
NSZQ-1 B01D 13/06
B01D 63/06

158/823

csőalaku
ELJÁRÁS MEMBRÁNOK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES PLC, London, Nagy-Britannia

Feltalálók:

BIRCH Robin Davis, Woodchester Stroud, Gloucestershire,

ARTUS Kevin James, Abbeymead, Gloucester,

Nagy-Britannia

A bejelentés napja: 1990. 08. 15.

Elsőbbsége: 1989. 09. 15. (890996.9)

Nagy-Britannia

A találmány tárgya *csőalaku* eljárás membránok előállítására. A találmány szerinti eljárással aromás poliéter-éter-ketonokból készült, nagy porozitású csőves membránokat állítunk elő.

A 88 301 982 sz. európai közzétételi irat eljárást ismertet kis sűrűségű, porózus filmek és szalagok előállítására oly módon, hogy egy hőre lágyuló polimer és egy második hőre lágyuló polimer keverékéből olvadákfonással filmet vagy szala-

got készítenek, amiből megfelelő oldószerrel kioldják a második polimert. Az így kapott, nagymértékben porózus filmek különböző célokra, köztük szűrésre és közegek elválasztására használhatók fel.

A 4 755 540 sz. Amerikai Egyesült Államok-beli szabadalmi leírás szerint poli-aril-éter-keton alapú porózus membránokat állítanak elő úgy, hogy

a) első polimerből - poli-aril-éter-ketonból - és egy második, az első polimerrel részlegesen inkompatibilis polimerből keveréket készítenek,

b) a kapott keveréket filmmé alakítják, és

c) a kapott filmet az első polimert nem oldó folyadékkal kezelik, és így a filmből legalább a második polimer főtömegét eltávolítják.

A 246 752 sz. európai közzétételi irat két rostos polimer komponensből álló, olvadákból fonással készített csövet ismertet. A cső 30-70 tömeg % első komponenszt és 70-30 tömeg % második komponenszt tartalmaz. Mindkét komponens lényegében a cső tengelye felé irányuló rostok formájában van jelen a cső falában, a cső tengelye felé irányuló rostok véletlenszerűen kapcsolódnak egymáshoz, az összekapcsolódások a másik komponens rostjain keresztülhaladnak, így mindkét komponens egymást átszövő hálózata formájában van jelen a cső falában. A cső jellemző tulajdonsága, hogy a csőfalat alkotó két egymást átszövő hálózata egyike megfelelő oldószerrel kioldható, és így olyan nagymértékben porózus cső képződik, amelynek falát a másik polimer rostjainak hálózata alkotja. Az ilyen porózus csövek előnyösen használhatók fel membránok készítéséhez.

A 89 16440.4 sz. nagy-britanniai szabadalmi bejelen-

tés eljárást ismertet lényegében egyenletes porozitású membrán előállítására, amelynek során egy első hőre lágyuló polimer és egy második, nem elegyedő hőre lágyuló polimer keverékéből extrudálással előre meghatározott keresztmetszetű szerkezetet készítenek, amelynek fala a polimereket egymást átszövő hálózatok formájában tartalmazza, majd a nem elegyedő polimer által alkotott hálózatot a nem elegyedő polimert oldó oldószerrel kioldják, és így olyan porózus szerkezetet alakítanak ki, amelynek falát az első polimer hálózata alkotja. Az eljárás jellemzője, hogy a nem elegyedő polimer viszkozitása kisebb az első polimerénél, vagy ömledék-viszkozitása azonos az első polimerével.

Előzőer bevétele, elritűrés?

Vizsgálataink során azt tapasztaltuk, hogy ha aromás poliéter-éter-ketonokból kívánunk megfelelő porozitású csőalakú membránt kialakítani a 246 752 sz. európai közzétételi iratban ismertetett eljárással, az első komponens (a poliéter-éter-keton) ömledék-viszkozitása és a második komponens ömledék-viszkozitása között meghatározott összefüggést kell fenntartani.

A találmány tárgya eljárás csőalakú membrán előállítására, amelynek során 70-30 tömeg % első hőre lágyuló polimer és 30-70 tömeg % második, nem elegyedő hőre lágyuló polimer keverékét csővé extrudáljuk, amelynek fala a polimereket egymást átszövő hálózatok formájában tartalmazza, és a második polimer által alkotott hálózatot a második polimert oldó oldószerrel kioldva az első polimer által alkotott hálózathoz álló porózus csőfalat alakítunk ki. A találmány értelmében első polimerként aromás poliéter-ketont, második polimerként pedig aromás poliéter-szulfont használunk, és a polimer-párt úgy választjuk meg, hogy a keverék első polimer-tartalmának felső

(70 tömeg %-os) határértékénél az első polimer ömledék-viszkozitása nagyobb a második polimerénél, míg a keverék első polimer-tartalmának alsó (30 tömeg %-os) határértékénél az első polimer ömledék-viszkozitása kisebb a második polimerénél.

Ha az első és második polimer ömledék-viszkozitása nem felel meg a fent meghatározott összefüggésnek, a második polimert nem lehet kioldani anélkül, hogy az extrudált cső megtartsa összefüggő szerkezetét, vagy a cső porozitása a második polimer kioldása után elfogadhatatlanul kis érték lesz.

Az első polimerrel és a második, nem elegyedő polimerrel kapcsolatban használt "ömledék-viszkozitás" megjelölésen a polimernek az extrudálás hőmérsékletén és a matricán keresztül történő extrudáláskor fellépő nyirási körülmények között észlelt ömledék-viszkozitását értjük.

A találmányt az oltalmi kör korlátozása nélkül az alábbi példákban részletesen ismertetjük. A példákban ismertetett műveletekben 22 mm átmérőjű csigával és szabványos homoktöltésű gyűrűs matricával (hossz : átmérő arány 22:1) ellátott kis csigás extrudert használtunk.

1. példa

70 tömeg % 450G minőségű poliéter-éter-ketonból (PEEK), amelynek ömledék-viszkozitása 2230 poise, és 30 tömeg % 3600G minőségű poliéter-szulfonból (PES), amelynek ömledék-viszkozitása 1420 poise, keveréket készít^{ett}ünk. 30 tömeg % 450G minőségű PEEK-ből és 70 tömeg % 3600G minőségű PES-ből egy újabb keveréket készítettünk. Mindkét polimert az ICI Advanced Materials cégtől szereztük be.

Összekeverés előtt mindkét polimert legalább 12 órán át vákuumban 110°C-on szárítottuk. A szárított polimereket gravitációsan összekevertük, majd az extruder adagoló tölcse-

rébe töltöttük. A keverékeket 1795 s^{-1} nyirási sebességgel, 5 g/perc teljesítménnyel, 380°C hőmérsékleten extrudáltuk a gyűrűalakú matricán. A gyűrűalakú matrica belső átmérője 2,2 mm, réstávolsága 0,18 mm volt. A gyűrűalakú matrica belsőjébe a cső gyártási sebességével összemérhető sebességgel nitrogénáramot vezettünk annak érdekében, hogy egyenletes méretű, kellően koncentrikus falú terméket kapjunk. Az extrudált csövek külső átmérője 2-3 mm, falvastagsága $250 \mu\text{m}$ volt. A csöveket hagyományos légűtéssel hűtöttük.

A kétféle keverékből készült csöveket ezután kis darabokra vágtuk, és a csődarabokat 2 órán át forrásban lévő dimetil-formamidban tartottuk. Ezután kiemeltük azokat a csődarabokat, amelyek megtartották összefüggő szerkezetüket, és a csődarabokat 8 órán át vákuumban 95°C -on szárítottuk.

A 70 tömeg % PEEK-t és 30 tömeg % PES-t tartalmazó keverékből készített cső mintáiból a PES komponens 100 %-a kioldódott, és nagy porozitású, egybefüggő szerkezetű cső képződött. A kioldási folyamat végén az oldószer (dimetil-formamid) átlátszó maradt.

Ezzel szemben a 30 tömeg % PEEK-t és 70 tömeg % PES-t tartalmazó keverékből készített cső mintái a kioldási folyamat során szétestek; a PEEK komponenst a dimetil-formamid finoman szuszpendált állapotban tartalmazta.

2. példa

30 tömeg % 150G minőségű PEEK-ből, amelynek ömledék-viszkozitása 740 poise, és 70 tömeg % 4800G minőségű PES-ből, amelynek ömledék-viszkozitása 1750 poise, keveréket készítettünk. Mindkét polimert az ICI Advanced Materials cégtől szereztük be.

Összekeverés előtt mindkét polimert legalább 12 órán át

vákuumban 110°C -on szárítottuk. A szárított polimereket gravitációsan összekevertük, majd az extruder adagoló tölcserébe töltöttük. A PEEK és PES keverékét 5384 s^{-1} nyirási sebességgel, 15 g/perc teljesítménnyel, 380°C hőmérsékleten extrudáltuk a gyűrűalakú matricán. A gyűrűalakú matrica belső átmérője $2,2\text{ mm}$, réstávolsága $0,18\text{ mm}$ volt. A gyűrűalakú matrica belsejébe a cső gyártási sebességével összemérhető sebességgel nitrogénáramot vezettünk annak érdekében, hogy egyenletes méretű, kellően koncentrikus falú terméket kapjunk. Az extrudált csövek külső átmérője $2-3\text{ mm}$, falvastagsága $250\text{ }\mu\text{m}$ volt. A csöveket hagyományos léghűtéssel hűtöttük. Az így kapott csövet kis darabokra vágtuk, a csődarabokat 2 órán át forrásban lévő dimetil-formamidban tartottuk, majd 8 órán át vákuumban 95°C -on szárítottuk. A csődarabokból a PES komponens $100\text{ }\%$ -a kioldódott, és nagymértékben porózus, egybefüggő, PEEK-ből álló csődarabok képződtek.

3. példa

$60\text{ tömeg }\%$ 150G minőségű PEEK-ből, amelynek ömledékviszkozitása 770 poise , és $40\text{ tömeg }\%$ 4800G minőségű PES-ből, amelynek ömledékviszkozitása 1860 poise , keverékét készítettünk. Mindkét polimert az ICI Advanced Materials cégtől szereztük be.

Összekeverés előtt mindkét polimert legalább 12 órán át vákuumban 110°C -on szárítottuk. A szárított polimereket gravitációsan összekevertük, majd az extruder adagoló tölcserébe töltöttük. A keverékét 4666 s^{-1} nyirási sebességgel, 13 g/perc teljesítménnyel, 380°C hőmérsékleten extrudáltuk a gyűrűalakú matricán. A gyűrűalakú matrica belső átmérője $2,2\text{ mm}$, réstávolsága $0,18\text{ mm}$ volt. A gyűrűalakú matrica belsejébe a

cső gyártási sebességével összemérhető sebességgel nitrogénáramot vezettünk annak érdekében, hogy egyenletes méretű, kellően koncentrikus falú terméket kapjunk. Az extrudált cső külső átmérője 2-3 mm, falvastagsága 250 μ m volt. A csövet hagyományos léghűtéssel hűtöttük. Az így kapott csövet kis darabokra vágtuk, a csődarabokat 2 órán át forrásban lévő dimetil-formamidban tartottuk, majd 8 órán át vákuumban 95°C-on szárítottuk.

A 60 tömeg % PEEK és 40 tömeg % PES keverékből készített csődarabokból csak a PES komponens 4,5 %-a oldódott ki. A kapott termék porozitása a membránkénti felhasználáshoz elégtelen volt.

Ezzel szemben az azonos eljárással, de 40 tömeg % PEEK és 60 tömeg % PES keverékből készített csődarabokból a PES komponens 87,3 %-a kioldódott, és egybefüggő szerkezetű, porózus cső maradt vissza.

Megjegyezzük, hogy az extrudáláshoz a példákban megadottaktól eltérő méretű és alakú (azaz nem körkörös) matricákat is használhatunk. A szárított polimereket más módszerrel (például Brabender keverővel vagy iker-extruderrel) is összekeverhetjük egymással.

A keverékek kompatibilitást fokozó és/vagy viszkozitást módosító adalékanyagot is tartalmazhatnak. A kompatibilitást fokozó adalékanyag módosítja a komponensek összekeverhetőségét, míg a viszkozitást módosító adalékanyag felhasználásával csökkenthető a keverék ömledék-viszkozitása és ezáltal az extrudáláshoz szükséges nyomás értéke.

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás csőalaku membrán előállítására, amelynek során 70-30 tömeg % első hőre lágyuló polimer és 30-70 tömeg % második, nem elegyedő hőre lágyuló polimer keverékét csővé extrudáljuk, amelynek fala a polimereket egymást átszövő hálózatok formájában tartalmazza, és a második polimer által alkotott hálózatot a második polimert oldó oldószerrel kioldva az első polimer által alkotott hálózathból álló porózus csőfalat alakítunk ki, azzal j e l l e m e z v e, hogy első polimerként aromás poliéter-ketont, második polimerként pedig aromás poliéter-szulfont használunk, és a polimer-párt úgy választjuk meg, hogy a keverék első polimer-tartalmának felső (70 tömeg %-os) határértékénél az első polimer ömledék-viszkozitása nagyobb a második polimerénél, míg a keverék első polimer-tartalmának alsó (30 tömeg %-os) határértékénél az első polimer ömledék-viszkozitása kisebb a második polimerénél.

~~2. Az 1. igénypont szerint előállított csőalaku membrán.~~

rajz: $\emptyset$
Pály!

A bejelentő helyett

a meghatalmazott:

Budapesti 14. sz. Ügyvédi Munkaközösség
1370 Budapest V. Engels tér 2.
Telefon 172-199, 172-193
Ügyintéző:
Dr. JALSOVSKY ZYÖRGYNE
Ügyvéd