

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁶

B01D 39/00

(45) 공고일자 1999년06월15일

(11) 등록번호 10-0200001

(24) 등록일자 1999년03월08일

(21) 출원번호 10-1993-0700672

(65) 공개번호 특 1993-0702055

(22) 출원일자 1993년03월05일

(43) 공개일자 1993년09월08일

(30) 우선권주장 91-289087 1991년10월07일 일본(JP)

(73) 특허권자 니폰 세이센 가부시키가이샤 오다 다카시

일본 오사카후 오사카시 쥬오쿠 고라이바시 4쵸메 2반 7고

(72) 발명자 이시베 히데오미

일본국 573 오오사까후 히라까따시 이께노미야 4죠오메 17반 1고오 낫쁜 세
이센 가부시키가이샤 히라까따 고오죠

(74) 대리인 이대선, 장용식

심사관 : 김장강

(54) 적층여과재와 그 제조방법 및 적층여과재를 사용한 필터

요약

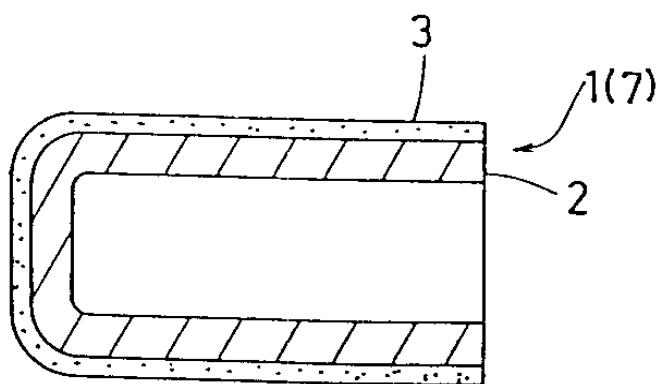
액체, 기체등에 포함되는 이물질을 고정확도로 제거하는 적층 여과재, 그 제조방법 및 적층 여과재를 사용한 필터이다.

적층 여과재(1)는, 다공질의 금속으로 이루어지는 지지체(2)의 요철면에, 결합재를 사용하는 일없이 입자를 혼탁한 혼탁액(15)으로의 상기 지지체(2)의 침지 및 진공 흡인에 의하여 적층된 입자층(3)을 형성한다.

그 제조방법은, 지지체(2)의 평균기공직경보다 미세의 입자를 결합재를 사용하는 일없이 혼탁하고 분산시킨 혼탁액(15)을 준비하는 단계와 지지체(2)를 상기 혼탁액(15)중에 침지하고 진공흡인하는 단계를 포함한다.

필터(F)는 상기 적층 여과재(1)를 고정하는 그 적층 여과재(1)의 단면에 접하는 금속성의 부착부(24)를 갖는 금속 지지구(20)의 상기 부착부(24)와 상기 단면와를, 상기 부착부(24)의 타면측에서 용착한다.

대표도



영세서

[발명의 명칭]

적층여과재와 그 제조방법 및 적층여과재를 사용한 필터

[도면의 간단한 설명]

제1도는 본 발명의 1실시예를 도시하는 단면도.

제2도는 경계면을 예시하는 확대단면도.

제3도는 지지체와 입자층을 예시하는 현미경 확대사진.

제4도는 지지체의 다른 예를 도시하는 사시도.

제5도는 지지체의 다른 예를 도시하는 단면도.

제6도는 지지체의 다른 예를 도시하는 단면도.

제7도는 입자층에 구상(球狀)의 분말을 사용한 본발명의 다른 실시예를 도시하는 현미경 확대사진.

제8도는 제조장치를 예시하는 단면도.

제9도는 지지체의 분체의 입자크기와 입자층의 두께의 관계를 예시하는 선도.

제10도는 필터의 일실시예를 도시하는 단면도.

제11도는 용착 부분을 확대하는 단면도.

제12도는 유량 특성을 예시하는 선도.

제13도는 입자층의 두께와 유량 특성을 예시하는 선도.

[기술분야]

본 발명은 액체, 기체등을 고정확도로 여과할수 있는 적층여과재, 그 제조방법 및 적층여과재를 사용한 필터의 개량에 관한 것이다.

[배경기술]

근년, 고분자 폴리머 등의 수 μm 정도의 이율질을 제거하는 액체의 여과와 동시에, 예를 들면 반도체를

중심으로하는 전자분야에서 사용하는 프로세스 가스에 있어서 0.1 μm 정도이하의 이율질을 여과하는 기체의 여과가 필요하게 되는 등, 여과 정확도의 향상이 요망되고, 또 여과에 있어서 압력손실을 감소하는 것이 요청되고 있다. 특히 상기 반도체의 제조에 있어서 프로세스 가스의 여과용으로서 사용하는 것은 시스템의 베이킹 처리를 위한 내열성을 필요로 하고 그리고 부식성 가스를 사용하는 일이 있기 때문에 내식성도 요구된다. 더욱이 인성, 가용성 등의 특성에 더하여, 하우징에의 부착성, 후가공의 용이성 등도 요망

된다. 더욱 베이킹 처리란 필터를 포함하는 여과시스템 전체를, 예를들면 200~400 $^{\circ}\text{C}$ 정도로 가열하고 시스템 내에 부착하고, 존재하는 유해한 수분 등을 미리 제거하는 것이다.

그런데 필터의 재질로서 고분자재료, 세라믹, 금속 등이 사용되고 있지만 고분자 재료로 이루어지는 것은, 내열성, 내식성의 이유에 의하여 사용범위가 제한되고, 또 세라믹을 사용하는 것은 인성, 가용성이 떨어지고, 이지러짐, 절손 등이 생기기 쉽다. 그리고 가스여과용으로 사용하기 위한 하우징에 수용할때에도 용접을 할 수 없기 때문에 하우징과의 접속부에 고탄성 고무 등의 비내열재를 이용하여 봉합하지 않으면 안된다는 불편도 있다

더욱 정밀여과용 필터에 있어서는 가스용, 액체용을 불문하고, 필터자체로 부터의 불순물의 발생을 극력 억제하지 않으면 안된다. 이와같은 불순물은, 여과후의 액체, 기체에 흔입하고 여과정확도를 현저히 저하시킨다. 또 이와같은 불순물로서 고분자를 소재로한 필터, 패킹류를 사용할때 생기는 이 고분자 재료자체로 부터의 수분, 하이드로 카아본 등외. 특히 분체, 입자를 사용하여 필터를 성형할때에 있어서 그 보형(保形)을 위하여 훈입하는 유기바인더 등의 결합재가 불순물의 발생원이라는 것을 발견하였다.

이와같은 결합재는 성형된 예비성형품의 소질, 소성에 의하여 대부분은 기화되고 제거할 수 있다고는 하더라도 성형품의 깊숙한 곳의 것은 완전히 제거되지 않아 잔류하기 쉽고 또 소결, 소성에 의하여 결합재는 탄화물로서 존재하는 일이 있고, 정밀여과용의 필터, 특히 상기 프로세스가스 여과용의 필터에 있어서는 이와같은 불순물이 없는 것이 불가결의 요건으로 되어 있다.

다른 한편 미세입자를 훈합한 혼탁액에 다공질로 이루어지는 지지체를 담그고, 그리고 내압을 저하함으로써 지지체의 일면에 입자층을 형성하는 소위 습식흡인 성형법이 알려져 있다. 또 이 습식 흡인성형법에 대하여 예를들면, 일본특공소 56-8643호 공보(이하, 전자라함), 일본특공소 63-66566호 공보 (이하후자라함) 등의 것이 제안되어 있다.

전자는, 분체를 혼탁액으로 하는 일없이 분체대로 사용되는 경우외에, 분체를 결합재를 사용하지 않는 혼탁액으로하고 지지체에 분체층을 형성하는 것도 나타내고 있다.

그러나 이 전자의 것은 지지체로서 관체를 사용할것, 그리고 지지체를 회전하여 원심력에 의하여 부착시키는 것을 요건으로 하고 있다. 더욱 혼탁액을 사용할 때에는, 분체층의 부착강도를 높이기 위하여, 내부로부터 고무탄성체, 정압성형을 사용하여 내부로부터 가압하는 것이 필요하다고 되어 있다(동공보 5란

33 6란 39줄). 그러나 이와같은 것으로 관체, 그리고 그 내면에 여과층이 있는것 밖에는 성형할수 없고, 또 공정이 복잡하게 되는 외에, 흐르는 혼탁액과 접속하기 때문에 여과층의 두께가 불균일하게 되기 쉽고, 또 적층한 분체의 재박리가 생길 염려도 있고, 그리고 원심력, 가압을 작용시키기 때문에 분체가 서로 압착됨으로써 공극율(porosity)이 감소되고 고농율의 필터가 얻어지기 어렵다. 또 후자의 것은 실질적으로 지지체가 관체로 이루어지는 것을 개시하고 또, 지지체에 액체를 담근후, 유과(流過)하는 혼탁액에 접촉시키는 것으로 공정이 복잡한 것 외에 이제안에서는 유기질 바인더를 첨가한 혼탁액을 사용한다.

(동공보 5란 37 39줄) 는 것을 전제로하고 있어 이와같은 것에서는 결합재가 잔류한다는 것은 명백하다.

본발명은 결합재를 사용하는 일없이 그리고 원심력 등을 가하는 일없이 단순한 혼탁액으로의 담금 및 진

공흡인에 의하여 소결하는데 충분한 보형성을 얻는 것을 발견하여 완성한것이고, 따라서 본 발명은, 높은 정확도, 낮은 압력손실 및 균질이며 결합재를 사용하지 않는 적층여과재, 그제법 및 적층여과재를 사용한 필터의 제공을 목적으로 하고 있다.

[발명의 개시]

본 발명의 적층여과재는, 다공질의 금속으로 이루어지는 지지체에, 이 지지체의 구멍 직경보다 미세한 입자로 이루어지는 입자층을 상기 지지체의 적어도 한면에 적층한 적층여과재에 있어서, 지지체의 한면을 요철로 형성하고 그리고 상기 입자층은, 결합재를 사용하는 일없이 상기 입자를 혼탁한 혼탁액으로의 상기 지지체의 침지, 진공흡인에 의하여 적층되어 지지체와의 경계면이 상기 요철을 따름과 동시에, 지지체와 입자층을 일체로 소결한 것을 특징으로 하고 있다.

본 발명의 적층여과재의 제조방법은, 하나의 면에 요철을 갖는 다공질의 지지체를 얻는 단계와 이 지지체의 평균 구멍직경 보다 미세한 입자를 결합재를 사용하지 않고 혼탁하고 또 분산시킨 혼탁액을 준비하는 단계와 지지체를 상기 혼탁액 중에 침지하고 그리고 혼탁액에 접하는 하나의 면측에서 다른면측으로 상기 혼탁액을 진공흡인함으로써 그 경계면이 상기 요철을 따라 입자층을 적층한 적층성형체를 얻는 단계와, 그 적층성형체를 상기 혼탁액에서 꺼내는 단계와 그 적층성형체를 소결하여 적층여과재로 하는 단계를 포함한다.

본 발명의 적층여과재를 사용하는 필터는, 상기 적층여과재를 금속지지구에 고정한 필터에 있어서, 일면이 상기 적층여과재를 고정하는 그 적층여과재의 단면에 접하는 금속성의 부착부를 갖는 상기 금속지지구의 상기 부착부와 상기 단면을 상기 부착부의 타면측에서 상기 입자층을 용융하는 용접에 의하여 고정한 것을 특징으로 하고 있다.

적층여과재는 금속의 소결체로 이루어지기 때문에 강도, 내열성, 가공성, 부착성등이 우수함과 동시에 입자는 지지체의 요철을 따르기 때문에 강고한 결합이 유지된다. 또 결합재를 사용하지 않는 혼탁액에 지지체를 침지하고 동시에 진공흡인함으로써 원심력, 가압을 작용시키는 일없이 형성하기 때문에 공극률을 높여, 압력손실을 감소하고, 그리고 균질화할 수 있고 여과능률을 향상함과 동시에 불순물의 발생이 없는 청정한 고정확도 여과가 가능하다. 또 지지체를 사용하기 때문에 강도를 유지할 수 있고, 입자층의 두께를 저감할 수 있다.

필터는 상기 적층여과재에 의하여 형성되어, 여과특성이 우수하며, 금속지지구와는 이 금속지지구의 반대면에서 용접하고 있기 때문에, 깨어짐, 균열이 없고 강고하며, 패킹 등의 고분자 재료를 사용하는 일없이 하우징에 부착할 수 있어, 내열성을 향상시킨다. 더욱이, 제조방법에 대하여, 입자를 결합재를 사용하는 일없이 혼탁액으로하고, 그리고 진공흡인에 의하여 입자층을 형성하고있기 때문에 균일성이 우수한 높은 공극률, 높은 투과능률의 적층여과재를 간단한 공정에 의하여 생산성 좋게 제조할 수 있고, 동시에 여러 가지 복잡한 형상품의 제조가 가능하게 된다.

[발명을 실시하기 위한 최량의 형태]

본 발명을 보다 상세히 설명하기 위하여 첨부의 도면에 따라 이를 설명한다.

제1도는 적층여과재(1)가 밑이 있는 컵형상을 이루는 1실시예를 도시하고, 적층여과재(1)는 본실시예에서 지지체(2)의 외측면인 한면에 입자층(3)을 적층하고 있다.

상기 지지체(2)는 압력손실이 적고 충분한 성형강도를 구비하고, 그리고 균일하며 한면에서 다른면까지 연속한 구멍을 구비하는 것이 필요하고, 본예에서는 금속분말의 소결체를 사용하고 있다.

더욱이, 금속분말로서 상기 입자층(3)의 입자에 대하여 그 평균직경이 20 ~ 100배 정도의 큰직경의 예를 들면 애토마이즈드 분말(atomized powder)을 사용함으로써, 제 2도에 도시하는 바와같이 상기 입자에 대하여는 상대적으로 충분히 큰 요철(5)를, 상기 금속분말의 외형형상에 의하여 형성한다. 이때문에 예를들

면 # 140/200메시 200/250 메시 정도의 애토마이즈드 분말을 채용하고 있다. 지지체(2)의 분말의 입자크기는 적층여과재의 외표면의 평활성에 영향을 미치며, 거친 입자층(3)의 표면에도 요철이, 생기기 쉬우므로 외관상, 또 표면으로의 이물질의 부착을 방지하기 위하여 평활한 것이 좋고 200/250 메시 정도의 분체가 비교적 바람직한 것이라고 생각된다. 더욱 내식성을 얻기위하여 스테인레스강의 분말을 사용한다. 특히 부정형한 형상을 갖는 분말은, 지지체의 기공률을 높이고 압력손실의 증가를 억제할 수 있고 그리고 입자의 부착성을 증가할수 있다.

또 지지체(2)의 평균 기공(pore)직경은 20 ~ 100 μm , 그리고 기공율(the percentage of pores)을 40 ~ 50% 정도로 하고 압력손실을 저하시킨다. 더욱 지지체(2)에는 제2,3도에 도시하는 바와같이, 입자층(3)의 입자가 내부에 파고들어가는 일이 있지만, 이 지지체로의 파고들어감은, 특히 문제는 아니다.

상기 지지체(2)는 이와같은 분말을 결합재를 사용하는 일없이 약 1 ~ 3 톤/ cm^2 의 프레스압으로 냉간 프레스에 의하여 성형하고, 진공로에서 예를들면 1100 $^{\circ}\text{C}$ X 60min 정도의 소결을 행하여 형성하고 있다.

더욱 지지체(2)는 상기 스테인레스강 외에, 티탄, 하스텔로이(Hastelloy)(등록상표)합금 등의 금속을 사용할수도 있고 또 분말에 대신하여 금속의 단섬유, 장섬유 등을 소결한 성형품도 사용할수 있다. 또, 분말야금, 섬유야금과 더불어 금속발포품 선재메시등의 다공체도 사용할 수 있다.

또 지지체(2)는 컵형이외에도 판상으로 하는 것도, 예를들면 제 4도, 제 5도에 도시하는 바와같이, 원통상, 각통상, 주름상자 모양으로 하는 것도, 의식적으로 요철을 형성하는 것도 또 구형체, 원뿔 등의 뾰체상으로 하는 것도 가능하다. 더욱 분말 분포에 경사를 갖게하고 20이상의 상이한 분말을 혼합하고 또는 복

충구조로 할수도 있다.

더욱 제6도는 예를들면 금속섬유를 랜덤하게 배치하여 소결한 소결쉬트를 모자형상으로 성형한 지지체(2)를 예시하고 강도, 기공 특성 등을 용이하게 선택할수 있다. 이때 스테인레스강의 직경이 4~20 μm 정도의 섬유로 이루어지는 쉬트를 사용하여, 평균 기공직경 10 μm 정도, 두께 1~3mm 정도의 지지체(2)를 얻을수 있다.

또 지지체(2)로서 철망인 메시를 사용하는 경우, 일반적으로 선재굵기나 기공직경과의 관계가 상관하고 있고 미세기공을 얻으려면 가는 선재의 메시를 사용하지 않을수 없고 따라서 강도가 떨어지기 때문에, 동일 메시 외에, 예를들면 선재직경, 메시피치등이 상이한 복수의 메시(예를 들면 2~20매, 바람직하기는 2~5매정도)를 일체로 적층한 판체를 형성한 뒤, 굽힘가공, 용접등의 기계가공에 의하여 여러 가지 형상으로 성형하는 것도 좋다.

다음에 입자층(3)에 대하여 설명한다. 입자층(3)의 입자로서 금속단섬유외에 금속의 분말을 사용할수 있다. 또 입자는, 바람직하기는 지지체(2)와 동종의 금속을 사용하는 것이 좋다. 더욱 스테인레스강을 사용할 때에는, 내식성이 좋은 SUS316L,SUS317L등이 좋고, 예를들면 HCl,HF와 같은 부식성의 가스, 액체를 여과할때에는 고내식성의 인코넬, 모넬, 니켈, 더욱더 하스텔로이 C계, X계 (등록상표) 등을 채용하는 것도 좋다.

또 금속단섬유로서는 스테인레스강 장섬유를 기계적으로 절단한 것에 더하여 본 출원인이 일본특공소 63-63645호 공보에서 제안한, 스테인레스강 장섬유의 결정길이를 조정하고, 그 결정입계를 악품에 의하여 선택적으로 부식하고 절단하는, 화학적 방법으로 절단한 금속단섬유를 적절히 사용할수 있다. 이금속 단섬유는 전체 길이에 걸쳐서 동일직경이며 끝부분에 버어, 즉, 길이축과 만나는 방향의 후크형상의 돌출부를 갖지않는 주상(柱狀)을 이루고 있다. 이로써 금속단 섬유간의 얹힘이 감소하고, 균질의 여과층을 형성할수 있다.

또 입자는 그 입자직경이 지지체(2)의 평균 기공직경 보다도 미세하고, 금속단섬유를 사용할때에는 섬유직경 0.5~15 μm , 바람직하기는 0.5~4 μm 의 것을 사용한다. 더욱이, 0.5 μm 이상 2 μm 보다도 작은 선재직경의 금속단섬유는 근년의 본출원인의 연구개발에 의하여 얻어진 것이다. 섬유직경 15 μm 이상의 것은 가공이 크게되고 또 상호의 부착성도 떨어지는 것으로 생각된다. 그러나 미세한 직경을 갖는 것이 바람직하다고 하지만 0.5 μm 이하는 제조가 곤란하게 된다. 이와같은 미세한 직경의 금속단섬유를 사용함으로써 미세한 여과구멍의 필터가 얻어지고 또 기공직경 분포를 균일화할수 있음과 동시에 지지체(2)와의 사이, 입자간의 금속간 결합성을 향상할수 있게 된다.

더욱이, 제2,3 도에 도시하고 그리고 상기한 바와같이 입자층(3)의 지지체(2)와의 경계면은 상기 지지체의 요철(5)을 따르며 지지체(2)의 기공(6)내에 상기 입자가 침입하여 그결과 지지체(2)와의 부착성이 증가하여 소결후의 제품의 강도를 향상시킬 수 있다. 또 금속단섬유(2)의 상기 섬유직경이란, 각금속단섬유의 전체 길이에 걸쳐 각위치, 각 방향에서 측정한 직경의 평균치이고, 각부 단섬유의 각 위치, 방향에서 측정한 값은 평균치로부터 30%정도의 범위에서 직경이 변하는 정도로 전장에 걸쳐서 같은 직경의 것을 사용할 수 있다. 또 마찬가지로 금속단섬유(2)에는 직경이 20%정도 다른 것을 포함하는 것도 허용된다.

또 금속단섬유의 아스펙트비(aspect ratio)를 2~15정도로 한다. 아스펙트비가 15이상에서는 분산을 충분히 행하기 어렵고, 몇개의 단섬유가 괴상으로 소결한 것이 존재하여 균일성이 손상된다. 또 기공특성의 조정, 입체적 기공의 형성이 곤란하게 된다. 20이하의 경우에는 분말에 가깝고 기공률을 작게하고 압력손실이 증가하기 쉽다. 바람직하기는 4~8의 범위이며 이렇게하여 금속단섬유가 괴상으로 되는 것을 방지하고 내부결함을 없게할 수 있다.

아스펙트비란, 단섬유의 길이를 그 직경으로 나눈 값이고, 상기 제안의 화학적 방법에 의하여 절단하는 금속단섬유에서는 정규분포상으로 장단의 아스펙트비의 금속단섬유가 혼재하고, 따라서 아스펙트비란 그 평균치로서 정의된다. 또 아스펙트비를 상기와 같이 4~8로 함으로써 분포의 산포를 감소시킬수 있다. 또 입자로서는 예를들면 애토마이즈드법에 의하여 제조되는 것과 같은 구형 또는 부정형의 분말도 사용할수 있다. 또 이경우, 입자직경이나 형상등이 다른 복수종류의 분말을 혼재시킬수도 있다. 더욱 금속애토マイ즈드 미세분말은, 상기 금속단섬유와 마찬가지로 소직경의것, 입자직경 15 μm 이하, 바람직하기는 6 μm 이하의 것을 사용할 수 있다. 더욱 구형으로 함으로써 기공분포를 균일화할수 있지만, 흡인법에 의하여 용이하게 적층시키는데는 곁보기밀도가 큰분말이 바람직하다.

제7도는 입자로서 구형의 애토마이즈드 분말을 사용한 적층여과재(1)의 지지체(2)와 입자층(3)과의 경계부분을 약 800배로 확대하여 도시하고 있다. 또 입자에는 금속단섬유만을 사용하는 경우외에, 금속단섬유에 금속가루를 혼합한 혼합분을 사용함으로써 여공(濾孔)을 조정할수도 있다.

상기 입자층(3)은 여과를 행하는 층이고, 그 기공은 연속하고, 가능한한 소직경이고 균일하며 기공률을 크게하는 것이 바람직하다.

상기 입자층(3)은 여과를 행하는 층이고, 그 기공은 연속하고, 가능한한 소직경이고 균일하며 기공률을 크게하는 것이 바람직하다.

이 때문에 기공률을 50% 이상 그리고 80% 이하로 하고 있다.

이와같이 입자층(3)의 기공률을 50%이상으로 함으로써, 유체의 압력손실을 감소시키고 여과성능을 높일수 있다. 더욱 상기 기공률이란, 적층여과재의 체적, 중량으로부터 계산, 또는 화상해석에 의하여 산출되고, 소결체의 단위체적당 공극체적을 의미하고 있다.

이와같은 기공률의 압자층(3)은, 결합재를 사용하는 일없이 상기 입자를 혼탁한 혼탁액으로의 상기 지지체(2)의 침지, 진공흡인에 의하여 적층되는 것에 의하여 형성된다. 또 적층에 있어서, 원심력, 정압을 사용하지 않으므로 상기 기공률을 증대할수 있다. 더욱이, 이와같이 입자층(3)을 형성하기 위하여 상기와 같이 입자층(3)의 지지층(2)으로 향하는 경계면을 지지체의 요철(5)을 따르게 할 수 있다.

또 입자층(3)은 대략 동일의 두께로 하고 있다. 입자층(3)의 두께는 바람직하기는 적층여과재(1)의 두께의 1/2이하, 보다 바람직하기는 1/4이하이고 1/20보다도 크고, 예를들면 0.2 ~ 2.0mm, 바람직하기는 0.3 ~ 0.5mm 정도로 하고 있다. 이 정도의 두께로 하였을때에도 양호한 여과성능을 발휘할 수 있다는 것이 판명되고 있다. 또 입자층(3)은 다른 직경의 입자를 사용한 복수층으로 할수도 있다.

또 지지체(2)와 입자층(3)과는 소결에 의하여 일체화하고 있다.

제8도는 제조방법의 1실시예를 상기 컵상의 적층여과재(1)을 성형하는 경우를 예를들어 도시하고 있다.

공지의 방법, 예를들면 냉간프레스 성형에 의하여 결합재를 사용하는 일없이 성형한 컵상의 성형품을 소결함으로써 상기 지지체(2)를 준비한다.

지지체(2)는 입자층(3)에 비하여 입자직경이 큰 분체를 사용함으로써 그 바깥 표면인 하나의 면에는 요철이 형성되고 또 오목부에는 하나의 면에서 다른면에 연속하는 기공이 형성된다.

지지체(2)의 개구부를 흡인용의 도관(10)이 지나는 실리콘고무 등의 플러그(11)에 의하여 밀봉하고 승강장치(12)에 부착한다. 상기 도관(10)에는 진공펌프(P)가 접속된다. 다음에 혼탁액(15)을 준비한다. 혼탁액(15)은 액체에 입자층(3) 형성용의 입자를 혼탁시킨다. 액체로서 물, 알코올을 사용할 수 있다. 물은 가능한한, 순도가 높은 예를들면 순수한 물을 사용하는 것이 좋다. 또 알코올로서 이소프로필 알코올 등을 채용할 수 있다. 예를들면 수지바인더 등의 어떠한 결합재까지도 혼입하지 않는다. 이 혼탁액(15)은 지지체(2)를 완전히 침지하는 정도 깊이의 용기(16)에 수납시킨다.

상기한 액체는, 완전히 그리고 쉽게 제거할수 있는 것이므로, 탈바인더를 위한 열처리나 고도의 세정처리를 필요로하지 않고 따라서 짧은 공정에서 불순물이 없는 청정한 적층 여과재(1)를 생산할 수 있다.

또 혼탁액(15)의 입자의 농도를 200g/l 이상의 고농도로 한다. 이렇게 함으로써 진공흡인의 시간도 단축되고, 결함이 없는 안정한 품질의 것이 얻어지는 것을 발견하였다. 이 농도는 기공직경 분포에 크게 영향을 미지며 아주 저농도일때, 입자층에 편홀이 발생함과 동시에 소결후의 공극률이 커지고, 기공직경이 거친측으로 이동한다.

이는 지지체(2)의 기공직경을 입자의 크기에 비하여 크게하고 지지체를 저압손실로 하고 있기 때문에 농도가 높으면 브리지에 의하여 퇴적층이 생길때까지 타면측에 입자가 빠져서, 입자층(3)에 상기 편홀이 생기는 것으로 고려된다. 따라서 입자의 농도를 200g/l이상, 바람직하기는 300g/l이상으로 하고 있다. 더욱이 상한은 1,000g/l정도로 고려된다.

또 농도관리를 위하여 대용량의 용기(16)를 사용함과 동시에 교반기(17)에 의한 교반을 행하며, 사용에 의한 혼탁액의 소비에 동반하는 액면의 저하에 대하여, 동일 농도의 혼탁액을 보충한다.

상기 승강장치(12)를 동작하고, 지지체(2)를 혼탁액(15)내에 침지한다. 승강장치(12)는 예를들면 에어실린더를 사용하여, 급속히 침지할 수 있다. 단 침지시간은 타이머에 의하여 정확히 제어된다.

침지에 앞서서, 또는 침지후에 있어서 상기 진공펌프(P)를 작동하고, 혼탁액이 접하는 외표면에서 내표면으로 향하는 감압을 행한다. 또 미리 진공펌프를 작동하여 둘때에도 하강시간이 짧고 그리고 전체가 침지되지 않을 때에는, 공기를 흡인하여 전체를 침지하여 비로소 혼탁액을 흡인하기 때문에 입자층(3)의 두께

의 편자는 비교적 작은 것으로 된다. 또 흡인은 0.9 ~ 0.1kg/cm²(680 ~ 76mmHg), 바람직하기는 228 ~ 76mmHg 정도로 진공흡인한다. 이로써 혼탁액(15)중에 분산하고 있는 입자는 차례로, 지지체 표면상에 흡인되어 층을 이루고, 지지체(2)의 요철(5)에 따라 또 기공(6)내부에 침입하면서 퇴적하여, 입자층(3)을 형성한다.

이로써 입자층(3)은 50 ~ 80%정도의 기공률로 된다. 흡인압력은 입자층(3)의 성형압력에 상당하며, 흡입압력을 조정함으로써 기공율을 변화시킬 수 있지만, 성형후의 물빼기시에 높은 감압을 필요로 함으로써

상기와 같이 228 ~ 76mmHg의 정도까지 흡인하는 것이 바람직하다. 또 흡인압력을 높이므로써 처리시간을 단축할 수 있다.

이와같이 지지체(2)의 하나의 면에 입자층(3)이 형성된다. 더욱이, 혼탁액(15)은 입자를 균일하게 혼합하여 흡인한 액체는 그대로 배출되기 때문에 사용에 있어서도 혼탁액의 농도는 거의 변화하는 일이 없고, 따라서 혼탁액(15)의 보충만으로 소정의 농도를 유지할 수 있다.

흡인 성형후, 플러그(11)를 떼어내고 건조기내에서 액체를 제거한다. 더욱이, 혼탁액으로부터의 꺼냄, 플러그의 떼어냄, 액체의 제거등의 작업에 있어서도 형상은 유지 되고 형붕괴가 생기지 않고 보형할 수 있다.

제9도는 입자로서 섬유직경 2.5 μm , 아스펙트 비 6의 금속단섬유를 사용하고, 농도 300g/l, 흡인속도 400cc/분의 조건으로 메시 140/200와, 200/250의 분말의 소결품으로 성형한 지지체에 있어서 처리시간과 입자층 두께와의 관계를 도시한 것이다.

입자층(3)의 두께가 어떤 값 이상이면 입자 포착 성능은 큰 차이가 없지만, 두께는 압력손실에 영향을 미치는 것을 생각한다. 또 혼탁액(15)의 농도와 흡인압력을 일정하게 할 때, 형성되는 입자층(3)의 두께는 흡인시간으로 조정할 수 있지만, 지지체(2)의 분체의 입자크기가 미세할 때 압력손실이 높고, 또 입자층(3)의 두께는 얇아진다고 생각된다. 다른 한편, 입자크기가 미세한 지지체(2)는 흡인 개시 직후에는, 브리지가 조속히 형성되기 때문에 흡인 시간이 작은 범위에서는 입자크기가 미세한 지지체의 입자층(3)의 두께가 크다는 것을 알 수 있다. 따라서 입자크기가 미세한 지지체(2) 쪽이, 흡인시간의 차이에 의한 영향을 받기 어렵고 안정하다는 것을 상기 제9도로부터 알 수 있다.

이와 같이 처리함으로써 지지체(2)에, 그 전체 둘레에 걸쳐서 그 입자에 의한 입자층(3)이 거의 균일한 소정두께로 형성된 적층 성형체(7)를 얻는다.

또한 적층처리는, 입자 액농도가 다른 복수의 혼탁액을 분비하고, 순차처리를 행함으로써 입자층(3)을 복층구조로 할 수 있고, 또 혼탁액중에 다른 2종류이상의 입자를 혼탁시켜둘 수도 있다.

적층 성형체(7)는 건조후 소결된다. 소결처리로서는, 스테인레스 강의 경우에는 예를 들면 진공로나 불활성가스 분위기로 존 수소로 중에서 행해지고 재질에 따라 예를 들면 900 $^{\circ}\text{C}$ ~ 1500 $^{\circ}\text{C}$ 의 가열온도에서, 5분 ~ 6시간 정도로 유지한다. 더욱이, 20 $\text{cm}^3/\text{분}$, 바람직하기는 10 $\text{cm}^3/\text{분}$ 을 초과하는 급격한 온도상승을 피하면서 승온함으로써 적층에 의하여 형성한 비교적 무른 입자층(3)의 깨어짐등을 방지할 수 있다.

이 소결에 의하여, 적층 성형품(7)은 입자간, 상기 지지체와 결합하여 강고한 일체품으로 된다. 도 소결 조건은 입자의 재질, 성질과 상태에 따라 정한다.

다음에 이 적층여과재를 사용한 필터에 대하여 설명한다. 필터(F)는 본예에서는 제10도에 도시하는 바와 같이 상기 컵상의 적층여과제(1)를 하우징인 금속지지구(20)에 수납하여, 고정하고 있다.

상기 금속지지구(20)는, 적층여과제(1)를 수납할 수 있는 통형상의 기부의 일단에 나사부를 갖고 그리고 도공(導孔)을 설치한 제 1의 분할편(21)과, 한 끝에 나사부를 갖고 그리고 도공을 구비한 제 2의 분할편(22)과, 제 1, 제 2의 분할편(21, 22) 사이에 끼워지며 상기 적층 여과제(1)의 고정하여야 할 단면(1A)과 맞닿는 부착부(24)를 갖는 링상이 제 3의 분할편(23)으로 이루어진다.

상기 제3의 분할편(23)은, 상기 적층 여과제(1)의 상기 단면(1A)과 접하는 부착부(24)의 반대면에서, 플라즈마 용접에 의하여 용접하여 고정한다. 이로써 용접에 동반하기 쉬운, 용접깨짐, 균열의 발생을 억제할 수 있다.

더욱이, 제11도에 도시하는 바와 같이 용접에 있어서, 적어도 상기 입자층(3)의 일부를 용융시킨다. 이로써 밀봉을 확실히하고 여과되지 않는 유체가 출구로부터 유출하는 것을 방지한다. 또 용접부분에서는 용융깊이(D)를 용융폭(W)보다도 작게 하고 이로서 여과재의 여과 면적 감소를 억제하면서 동시에 넓은 폭으로 용접할 수 있다. 바람직하기는 상기 용융 깊이(D)를 5mm정도 이하로 한다.

또 제3의 분할편(23)을 사용하는 일없이 적층 여과제(1)의 단면(1A)을, 제2의 분할편(22)에 직접 용착할 수도 있고, 또 적층 여과제(1)가 예를들면 평판형상일 때에도 이와 같은 방법에 의하여 외주면을 고정함으로써, 깨짐등을 방지할 수 있다.

[실시예]

섬유직경 2.5 μm , 평균 아스펙트비 6의 316L 스테인레스강의 금속 단섬유를 300g/ dm^2 의 농도로 물에 혼탁시킨 혼탁액내에서, 제1도에 도시하는 지지체를 2.0초간 침지하고 두께 0.4mm의 입자층을 갖는 적층 성형품을 얻었다. 또 지지체는 메시 200/250의 스테인레스강의 분체를 사용하여 성형하고 소결하였다. 이 적층 성형품을 건조한 후, 1000 $^{\circ}\text{C}$ X 30min의 조건으로 진공 분위기중에서 소결하여 적층여과재를 형성하였다. 이를 실시예품이라 부른다. 실시예품은, 표면이 미려하고 입자층에는 미세한 기공이 균일하게 형성되어 있었다.

평균기공직경: 1.8 μm

평균기공률 : 58%

[비교예]

고정확도 여과용으로서 시판되고 있는 비교예품 1, 2 및 3을 구입하였다. 비교예품 1 및 2는 일본국내의 A사, B사에 의하여 생산된 세라믹제의 필터이었다. 또 비교예품3은 미국의 C사에 의하여 제조된 전체 스텐레스강 제의 것이고, 필터부재를 주름통 모양으로 다단으로 포개어져 있었다.

[테스트]

상기 실시예품, 비교예품에 대하여 그 여과특성을 측정하였다.

[테스트 1]

실시예품과 비교예품에 대하여 유량 특성을 측정한 결과를 제 2도에 도시한다. N_2 가스를 사용하여 유량과 차압과의 관계를 2차축을 대기 개방시킨 경우에 대하여 측정하였다. 비교예품3은 비교적 압력손실이 낮지

만 세라믹제의 비교예품 1과 2는 압력손실이 높고 실시예품은, 어느 비교예품에 비하더라도 압력손실이 작고, 저압손실 고정확도의 필터임을 알수 있었다. 더욱 실시예품, 비교예품의 여과면적은 실시예품을 1로하면 비교예품 1과 2는 1.5, 비교예품은 약 2정도로서 실시예품이 가장 작았다.

[테스트 2]

입자보족 성능

DOP 미립자의 에오로졸을 사용하여 입자포착 성능에 대하여 측정하였다.

측정조건

에어로졸 : DOP 다분산입자

입자직경분포 0.02~0.3 μm (추정)

유량 : 15 L/min

입자농도 : 2.8 $\times 10^5/\text{cc}$

측정시간 : 30분간의 유출입자수를, 10초 단위로 측정

합계 유량은 15 $\times 30=450 \text{ L}$

입자수의 계측 : 웅축핵 측정기(CNC).....1 초간당 5cc (합계 9 L)

필터형상 : 어느 시료도 이음을 갖는 하우징에 짜넣어져 측정

필터의 전처리 : 청정한 1PA에 의한 역세(逆洗), 건조상태, 상기의 9 L 유과시에 있어서 유출입자수는 다음과 같다.

실시예품 0

비교예품 39

비교예품 2 29

비교예품 3 11

실시예품은 유출입자가 거의 없고, 극히 양호함을 알 수 있다.

[테스트 3]

통기저항과 버블 포인트압

실시예품의 두께를 변경하여, 통기저항과 버블 포인트 압을 측정한 결과는 이하와 같았다(통기저항이란 $1 \text{L}/\text{분}$ 의 유량시의 차압).

[표 1]

입자층의 두께(mm)	통기저항(mmHg)	버블포인트 초기	압(mmHg) 교점
0.325	116	3786	4418
0.5	173	3830	4540
0.575	200	3864	4589
0.65	219	3854	4589
0.75	243	3751	4629

여기서 버블포인트압이란, JIS 규격 B 8536 「여과입도시험」에 규정된 이소프로필 알코올을 사용하여 측정하며, 초기 버블포인트압이란 최초에 기포가 발생하였을 때의 압력을, 또 교점 버블포인트압이란 압력과 유량과의 관계를 도시하는 그래프로 부터 산출되고, 변화율의 큰부분과 작은부분과의 교점에서 구해지는 압력을 의미하고 있다. 따라서 교점/ 초기의 값이 1에 가까울수록 기공직경의 폭이 좁은 것을 의미한다.

미하고 있고 필터부재로서 우수한 것이다.

또 버블포인트의 값도 각 조건내에서 안정한 값을 나타내고 있고, 두께의 증가에 의한 상승은 그다지 크지 않다. 교점의 4500mmAq 전후값은 극히 높은 값이고 종래에 없는 저압손실로 고정확도의 필터가 얻어지고 있는 것을 의미하고 있다.

[테스트 4]

실시예품의 두께를 변경하였을 경우의 두께와 통기저항과의 상관을 측정한 결과를 제13도에 도시하고 있다.

두께와 통기저항은 직선관계에 있고, 다음식으로 나타내어 진다.

$$\Delta P = 307t, \quad \Delta P: \text{통기저항} (\text{mmAq})$$

t: 단섬유총의 두께 (mm)

이와같이, 두께와 통기저항 사이에 명확한 직선관계가 있다는 것은 입자총의 구조가 극히 균일하고 두께가 변화하더라도 분포밀도가 일정하다는 것과, 필터의 전면에 걸쳐서 두께의 편차가 작은 것을 가리키고 있다.

따라서 흡인시간의 설정으로 단섬유총의 두께는 임의로 조정가능하고, 두께에 따른 통기 저항이 얻어지는 것으로부터, 두께의 관리를 함으로써 특성을 확인할 수 있다고 말할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

다공질의 금속으로 이루어지는 지지체(2)에, 그 지지체(2)의 기공직경보다 미세한 입자로 이루어지는 입자총(3)을 상기 지지체(2)의 적어도 한면에 적층한 적층 여과재(1)로서, 지지체(2)의 상기 하나의 면을 요철(凹凸)(5)로 형성하고 상기 입자총(3)은 결합재를 사용하는 일없이 상기 입자를 혼탁한 혼탁액(15)으로의 상기 지지체(2)의 침지, 진공흡인에 의하여 적층되고 지지체(2)와의 경계면이 상기 요철(5)을 따름과 동시에 지지체(2)와 입자총(3)과를 일체로 소결한 것을 특징으로 하는 적층 여과재.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 지지체(2)는 금속분말, 금속단섬유, 금속섬유의 어느 하나를 결합재를 사용하는 일없이 성형한 성형품의 소결체로 이루어지는 것을 특징으로 하는 적층여과재.

청구항 3

제1항 또는 2항에 있어서, 상기 지지체(2)는 상기 입자의 20배 이상 100배 이하의 평균 직경을 갖는 부정형의 금속분말을 사용하여 성형함으로써 상기 하나의 면이 상기 금속분말의 외연형상에 의하여 요철(5)을 이루는 것을 특징으로 하는 적층 여과재.

청구항 4

제1항 내지 2항중 어느 한항에 있어서, 상기 입자총(3)은 기공률이 50~80%인 것을 특징으로 하는 적층 여과재.

청구항 5

다공질의 금속으로 이루어지는 지지체(2)에 그 지지체(2)의 기공직경보다 미세한 입자로 이루어지는 입자총(3)이 상기지지체(2)의 적어도 하나의 면에 적층됨과 동시에 지지체(2)의 상기 하나의 면을 요철(5)로 형성하고, 상기 입자총(3)은 결합재를 사용하는 일 없이 상기 입자를 혼탁한 혼탁액(15)으로의 상기 지지체(2)의 침지, 진공흡인에 의하여 적층되고 지지체(2)와의 경계면이 상기 요철(5)을 따름과 동시에, 지지체(2)와 입자총(3)을 일체로 소결한 적층 여과재(1),를 금속 지지구(20)로 고정한 필터(F)로서, 일면이 상기 적층 여과재(1)를 고정하는 그 적층 여과재(1)의 단면에 접하는 금속성의 부착부(24)를 갖는 상기 금속 지지구(20)의 상기 부착부(24)와 상기단면을 상기 부착부(24)의 타면측으로부터 상기 입자총(3)을 용융하는 용접에 의하여 고정한 것을 특징으로 하는 필터.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 금속지지구(20)는 상기 적층여과재(1)를 수용하는 용기형상을 이루고, 상기 적층여과재(1)는 상기 금속지지구(20)를 분할한 분할편(21,22)에 고정되는 것을 특징으로 하는 필터.

청구항 7

제5항에 있어서, 상기 용융한 부분의 용융깊이(D)가 용융폭(W)보다도 작은 것을 특징으로 하는 필터.

청구항 8

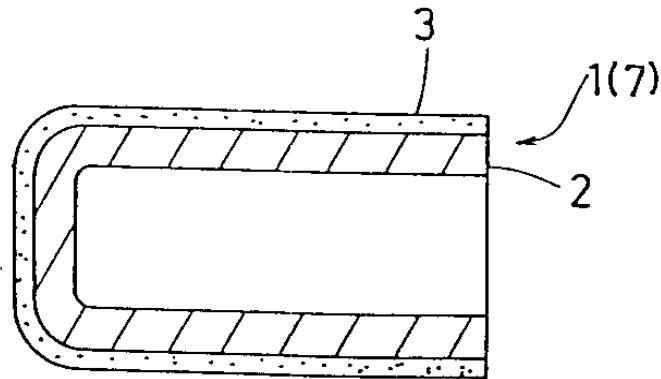
하나의 면에 요철(5)을 갖는 다공질의 지지체(2)를 얻는 단계와 그 지지체(2)의 평균기공직경보다 미세한 입자를 결합재를 사용하는 일없이 혼탁하고 분산시킨 혼탁액(15)을 준비하는 단계와 지지체(2)를 상기 혼탁액(15)중에 침지하고 혼탁액(15)에 접하는 하나의 면측에서 다른 면측으로 상기 혼탁액(15)을 진공흡인 함으로써, 그 경계면이 상기 요철(5)을 따르는 입자총(3)을 적층한 적층 성형체(7)를 얻는 단계와 그 적층 성형체(7)를 상기 혼탁액(15)으로부터 꺼내는 단계와 그 적층 성형체(7)를 소결하여 적층 여과재(1)로 하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 적층 여과재의 제조방법.

청구항 9

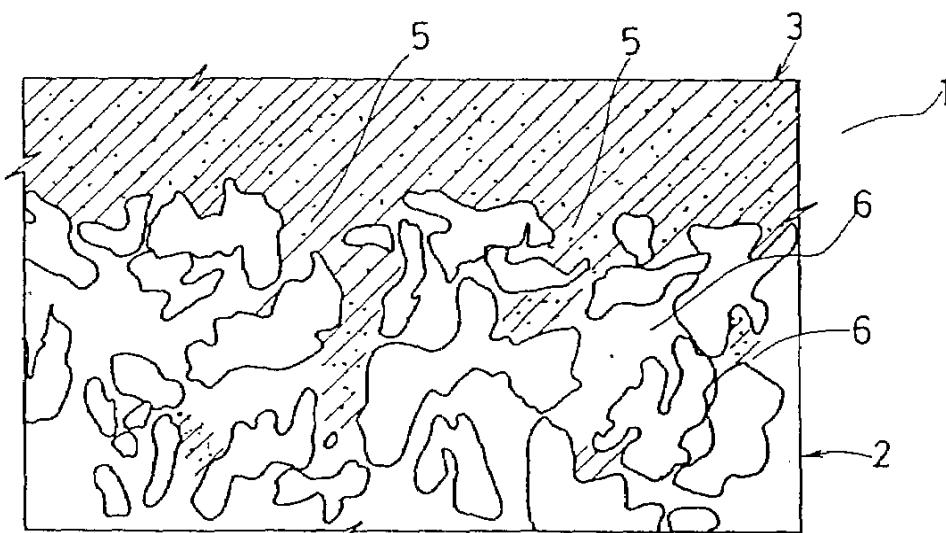
제8항에 있어서, 상기 혼탁액(15)로부터 꺼낸 적층 성형체(7)를 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 적층 여과재의 제조방법.

도면

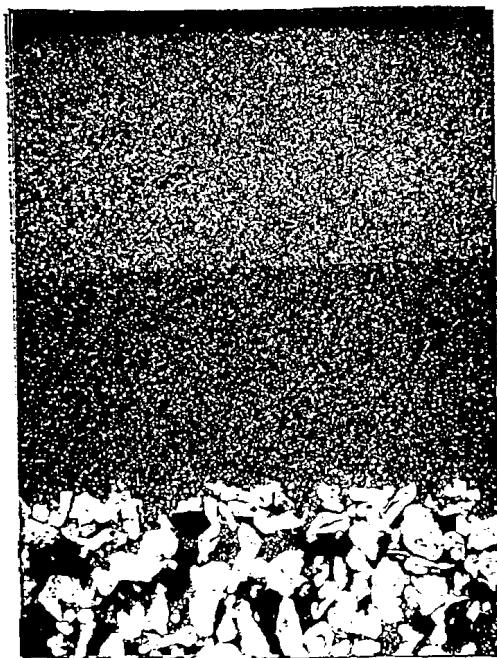
도면1



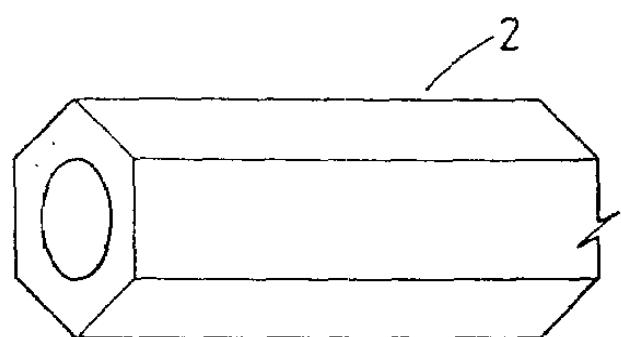
도면2



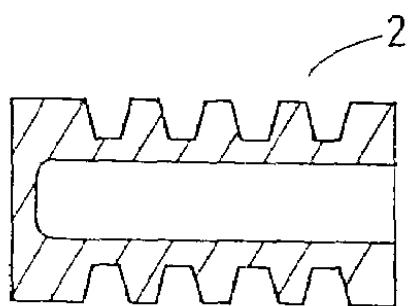
도면3



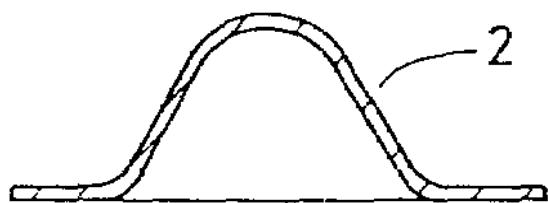
도면4



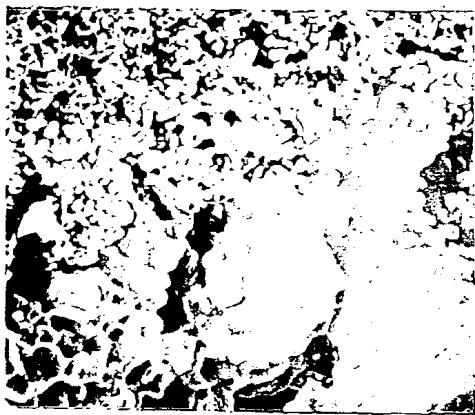
도면5



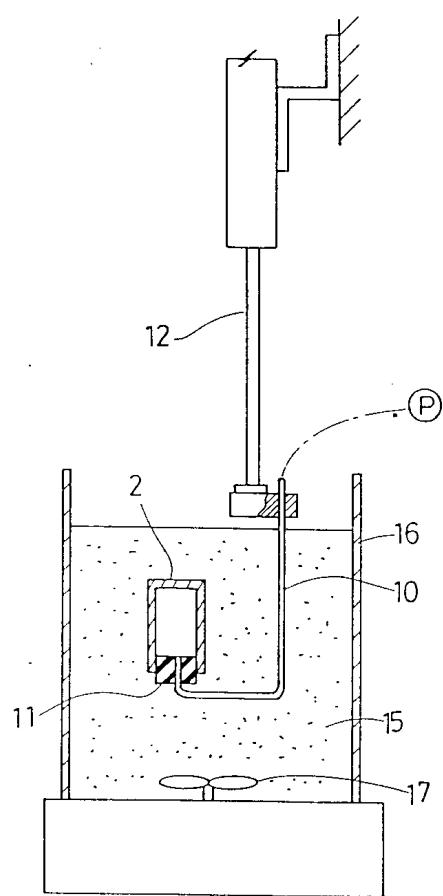
도면6



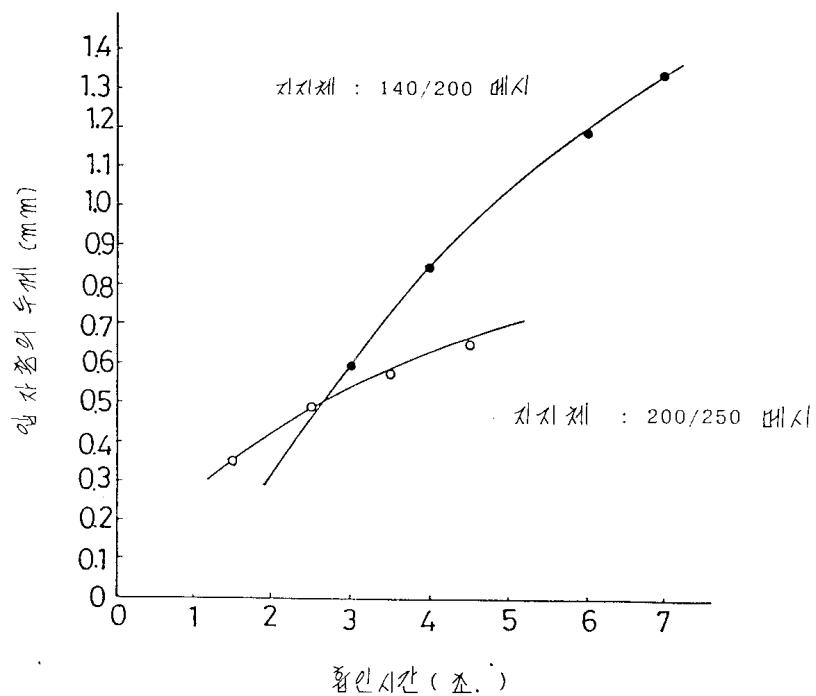
도면7



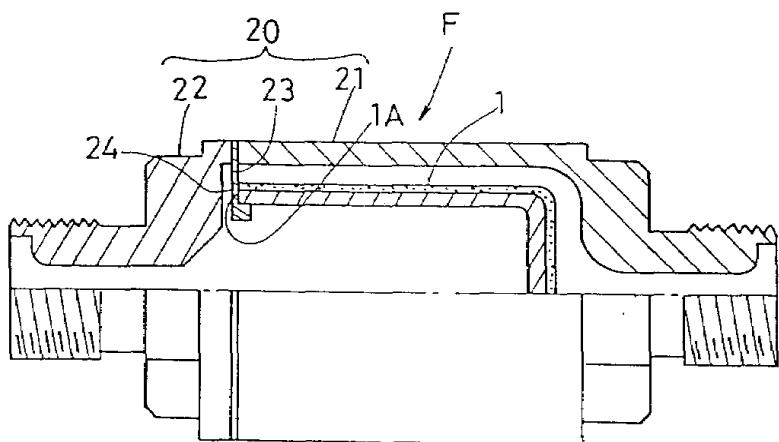
도면8



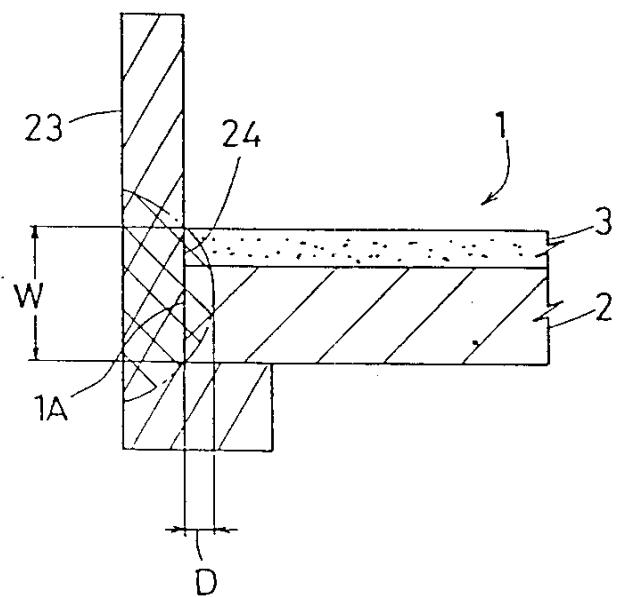
도면9



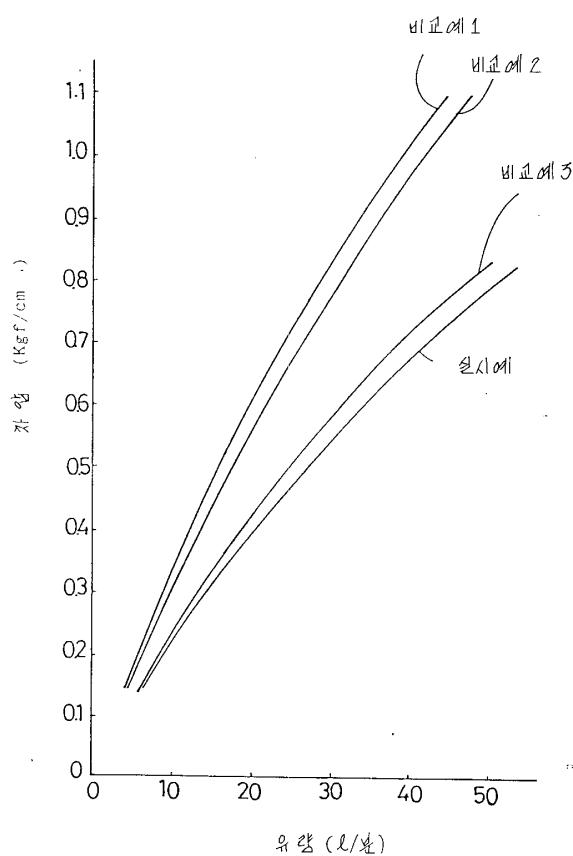
도면10



도면11



도면 12



도면13

