

## ÜREGES, SZÁLAS MEMBRÁN ÉS FONOTT, CSŐ ALAKÚ TARTÓELEM A MEMBRÁN SZÁMÁRA

A találmány tárgya üreges, szálás, aszimmetrikus membrán, amely rugalmas mikroporozus cső alakú fonat tartóelemet tartalmaz.

A találmány lényege abban van, hogy külső felületén szintetikus gyanta anyagból elrendezett film van oly módon, hogy a fonat anyaga a filmbe nem ágyazódik be, és a szintetikus gyanta alapú anyagú film (33) falvastagsága kisebb, mint 0,2 mm, maga a fonat 16 – 60 különálló szálból (31) van kiképezve, mindegyik a saját hordozóján van elhelyezve, és mindegyik szál (31) 155 – 500-as den-méretű (g/9000 m) több elemi szálból álló elemként van kiképezve, és a több elemi szálból álló szál (31) 25 – 750 elemi szálból áll, ahol mindegyik elemi szál 0,5 – 7 denes, maga a szövet pedig 1 – 3 több elemi szálból álló szálvégből van előállítva 30 – 50 vetülékfonállal úgy, hogy a falvastagság 0,2 mm-nél nagyobb, de kisebb, mint a szál (31) átmérőjének a háromszorosa, amely szálból a fonatot szövik, a fonatnak stabil hő-előzsugorítási hossza van, amely 1 – 20 %-kal kevesebb, mint a zsugorítatlan hosszúsága, a permeabilitása  $1 - 10 \text{ cm}^3/\text{sec}/\text{m}^2$  1,373 kPa nyomásnál, a tágulása az előzsugorított fonat szakadásánál legalább 10 % úgy, hogy a membrán végül is mikroszűrési és ultraszűrési folyadékseparáló membránként alkalmazható.

$\mu: 7$ <sup>3</sup> ábra  
U

P02017 35

**KÖZZÉTÉTELI  
PÉLDÁNY**



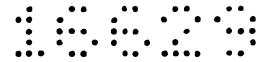
**ÜREGES, SZÁLAS MEMBRÁN ÉS FONOTT, CSŐ ALAKÚ  
TARTÓELEM A MEMBRÁN SZÁMÁRA**

a AI<sup>a</sup>

Ez a bejelentés a 08/886,652 sz., 1997. július 1-én benyújtott bejelentés continuation-in-part folytatása.

A találmány tárgya üreges, szálás membrán és fonott, cső alakú tartóelem a membrán számára. A találmány szerinti fonott, cső alakú tartóelem polimer filmek számára van kiképezve, amely polimer filmek mint aszimmetrikus, féligáteresztő membránok működnek mikroszűrési (MF) és ultraszűrési (UF) felhasználásokra. A fonott cső külső átmérője nem több, mint 3 mm, és a polimer filmet oly módon veszi körül, hogy a szálás membránt elegendő anyaggal átítatja, és ily módon megfelelő kopási ellenállással rendelkező anyagot hoz létre úgy, hogy a szálakból képzett kötegek (amelyek modulnak is nevezhetők) a hagyományos szűrőberendezésekben és szűrési célra történő felhasználásokra több hónapon keresztül alkalmazhatók anélkül, hogy lyukas helyek vagy hibás helyek alakulnának ki.

Az US 5,472,607 sz. szabadalmi leírás olyan üreges, szálás, féligáteresztő membránt ismertet, ahol egy cső alakú, makroszkópikus tartóelem felülete kívülről vékony polimer filmmel van bevonva, amely polimer film előnyösen poliviniliden difluorid. Maga a cső alakú fonat megfelelően laza és lötyögős, de a fonat többi része nincsen semmiféle módon külön specifikálva. Így pl. nincsen megadva az, hogy milyen azon anyagok paramétereinek hatása, amelyből a fonat ki van kialakítva, nincs továbbá arról a hatásról sem semmiféle ismertetés, hogy mi van akkor, amikor a keresztmetszet nem igazi kör, azaz „lényegében hengeres”, ahol a hengeresség kisebb, mint 1.0. A „hengeresség” kifejezés, amely néha legömbölyítettségként van említve, arra vonatkozik, hogy mennyire tökéletesen illeszkedik a cső alakú tartóelem kör keresztmetszete egy valódi geometriai kör keresztmetszetéhez, azaz hogy a tartóelemnek az átlagos átmérője mennyire felel meg a kör átmérőjének. A tökéletes illeszkedés esetében az 1.0 pontérték érvényes. Ebben az időben nem volt ismeretes az sem, hogy mennyire kritikusak a fonat fizikai paramétereai az üreges,



szálas membránt paramétereit vonatkozásában akkor, amikor ezzel a fonattal vannak ellátva.

A kereskedelmi forgalomban elérhető fonatokat, amelyek a hagyományos fonatképző berendezéssel készülnek szintén hagyományos szálakból, számos szakadást tartalmaznak a szálban. Az szakadt szálaknak a felhalmozódása csomósodást eredményez, amelyet sok esetben bolyhosodásnak is hívnak, és ez a hengeres falban alakul ki, ami viszont a felületre felvitt polimer filmben gyenge pontokat eredményez. A törött, szakadt szálakat „szakáll”-nak nevezik, amely a csőszerű fonat felületéből áll ki, és amely azt eredményezi, hogy ezen szakáll körül a polimer túl vastagra alakul ki, és abban az esetben, hogy ha nem elég vastag a polimer, akkor viszont ezek a szakállas részek hajlamosak lesznek a lyukas helyek kialakulására.

Megjegyezzük még azt is, hogy ha a fonat által képezett szövet nyitott, és a szövetnek a porozitása akár túl magas, akár túl alacsony a levegő áramlási ellenállása viszonylatában, úgy a szálas membránt általában a kereskedelmi célokra már nem használható. Ha túl nyitott a szövet, az azt eredményezi, hogy a fonat beágyazódik és rögzítetten megtapad a polimerben, és a polimer a fonatban kiképezett belső nyílásba is be tud hatolni. Ily módon tehát hogy ha túl nyitott a szövet, úgy a permeabilitás nagymértékben lecsökken. Hogy ha a szövet túl szoros, akkor a polimer nem tud kellőképpen megtapadni a membránt felületén, ez pedig annak a valószínűségét növeli meg, hogy használat során a polimer film a fonatról lejön, mintegy lehámozható felület. Amikor a működő áramlás kiváló, a tapasztalatok azt mutatták, hogy a polimer film néha lejt akkor, amikor a szálaknak a tiszta vízzel, vagy egyéb folyadékkal történő visszamosása történt, akár vízzel akár más anyagról volt szó, ami nyomás alatt volt, vagy pedig a filmnek bizonyos részei mintegy lefújódtak a szálak felületéről, amikor a benne lévő rések a levegő nyomása alá kerültek. Még a legjobb fonat esetében is, amelyet szabályozott viszonyok között állítottak elő, a használat során vizes környezetben előre nem látható módon zsugorodás következett be. Ez elsősorban sűrű szálak esetében tapasztalható, amelyek túl gyorsan beszennyeződnek, mivel nem képesek arra, hogy megfelelően és elegendően elmozduljanak, hogy tisztán maradjanak vagy, hogy egymáshoz dörzsölődjenek. Ha túlságosan sűrűk a szálak, a szálak általában azelőtt eltörnek, mielőtt beszennyeződnének vagy leszakadnak a fejrészüknél lévő gyantáról. Mivel



mindezeknek nagyon nagy jelentősége van a megfelelő működés szempontjából, az üreges, szálas membránok felületéről a szennyezéseknek az elvezetése, és a szálak kötegének a laza szálakból álló kialakítása esetén történő működtetése fontos, a köteg vagy fonat szerkezete olyan kell, hogy legyen, hogy ismétlődő csavarásnak is eleget tudjon tenni. Mindezzel szemben azonban nem volt ismeretes az, hogy melyek azok a fizikai paraméterei a fonatnak, amelyek az ilyen hosszabb idejű felhasználáshoz alkalmasak. Abban az esetben, ha a hengeresség 0,8 %-nál kisebb volt, a polimer film vastagságában már nem elfogadható változások léptek fel, amely a nem egységes áramlásban nyilvánult meg, továbbá abban, hogy voltak olyan tartományok, amelyek túlságosan könnyen eltömődtek.

Nagyobb szilárdság elérése céljából nagy szilárdságú szálakat választottak némely esetben, pl. üvegből, aramidból vagy egyéb, nagy modulusú anyagból készült szálakat, hogy ezeknek a stabilitását és nagy szilárdságát megfelelően lehessen kamatoztatni. Készítettek pl. fonatot több elemi szálból álló üvegből, ennek azonban a törés előtti maximális megnyúlása kisebb volt, mint 5 %, ezen kívül pedig lényegében nem zsugorítható anyag. A gyakorlatban azonban a szövött szálakból kialakított fonat ilyen nagy értékű, stabil modulusú szálakból nem is kívánatos, mivel a fonat felületéhez a filmeknek a tapadása nem lesz megfelelő, ezen kívül pedig az ilyen szálaknak a nedvességfelszívó képessége elhanyagolható, és amikor maga a fonat nedvessé válik, maga a fonat hosszabb idejű használat esetén túlságosan törékennyé válik. Még pontosabban nem volt ismeretes az, hogy bizonyos nedvességtartalom a fonat anyagában szükséges ahhoz, hogy az üreges, szálas membránok optimális működése biztosítva legyen akkor, hogy ha a szálak hidrophil polimer filmmel vannak bevonva, és vizes vagy alkoholos környezetben működtetve. A nedvességfelvétel alatt egy textil anyagban a nedvesség azon %-át értjük a nedvességmentes tömeghez viszonyítva, amikor egyensúlyba hoztuk a szabványos atmoszférával egy részleges számítás után.

Az a cél, hogy a polimer film nem eltávolítható módon tapadjon meg, és ugyanakkor magas buborékpont legyen elérhető egy membránban úgy, hogy nem alakulnak ki benne hibás helyek vagy lyukak, a korábbi bejelentésben nem volt kinyilvánítva, mivel azok a tényezők, amelyek ezt lehetővé teszik, nem voltak ismertek. A buborékpont arra a nyomásra vonatkozik, amely alatt a levegőáram az abszolút



hibamentes membrán falának legnagyobb pórusán keresztül ki tud áramolni, amikor is a membránnak megfelelő fluxusa van. A fonatnak a működés során a megfelelő szerkezeti stabilitása nagyon fontos, különösen ami a zsugorodást illeti, és ezekre vonatkozóan korábban semmiféle ismert adat nem volt.

Felismertük azonban azt, hogy a cső alakú fonat bizonyos fizikai paraméterei kritikus hatással vannak egy előre megadott és kívánatos üreges, szálas MF vagy UF membrán kialakításához, ahol is egy folyadékleválasztó membránt hozunk létre, amely stabil és erős, ugyanakkor problémamentes az élettartama során, azon kívül pedig a kívánt nagy permeabilitással is rendelkezik.

A találmány tárgya tehát általánosságban egy olyan csőszerű fonatból kialakított tartóelem, amely aszimmetrikus membránokhoz van kiképezve, és amelyet olyan szálak szövésével hoztunk létre, amelyek szintetikus gyantás elemi szálakból állnak, és amelyek lényegében oldhatatlanok abban az oldószerben, amelyben a membránt képező polimer van feloldva, és a fonatnak stabil hő zsugorodási hosszúsága van, amely 1 – 20 %-kal kevesebb, mint a zsugorodás mentes hosszúság, és előnyösen független attól az anyagtól, amely a szálakat képezi akkor, amikor az előzsugorított köteget hosszirányban megnyújtjuk, és a tágulása törésnél legalább 10 %, előnyösen 10 –30 %, még előnyösebben 20 %.

A találmány tárgya olyan, hő előzsugorított csőszerű fonat előállítására, amely egy adott mintázat szerint van előállítva, és hordozóanyagot tartalmaz, amely hordozza a szálakat, amely szálak előre meghatározott számú elemi szálakból állnak, megfelelő szálvégekkel vannak kiképezve, megfelelő den-méretűek és adott számú vetülékszálal vannak ellátva, és oly módon vannak előállítva, hogy a fonatnak a porozitása megfelelően szabályozva van, a porozitást, amelyet mint levegő-permeabilitást mérünk, és a megfelelően szabályozott porozitás szolgál arra, hogy a polimer film a cső alakú fonat felületén nem eltávolítható módon tapadjon meg.

A találmány tárgya továbbá egy olyan rugalmas, makroporozus csőszerű fonatból kialakított tartóelem kialakítása, amely üreges, szálas, aszimmetrikus membrán számára van kiképezve, amely membránnak hengeres film alakja van és szintetikus gyanta anyagból van kialakítva, amely a fonat külső felületén van elhelyezve anélkül,



hogy a hordozóanyag a vékony filmbe beágyazódna, és a film vastagsága kisebb, mint 0,2 mm, továbbá a találmány szerinti megoldásnál 16 – 60 különálló szálát alkalmazunk, amelyek mindegyike a saját hordozóján van elhelyezve, és mindegyik szál 150 – 500 denes (gr/9000 m) több elemi szálak szálként van kialakítva, a több elemi szálak szálaknál 25 – 750 elemi szál tartalmaz egy-egy szál, és az elemi szálak 0,5 - 7 denesek. 1 – 3 többszálak elemi szál képez egy szálát, és az egyedi szálak előnyösen nincsenek egyesítve és sodorva, hanem egymás mellett lineárisan vannak elhelyezve mindaddig, amíg a fonat szövésre nem kerül. Maga a fonat 30 – 45 vetülékszálal van szöve (keresztződés/inch). Minél nagyobb az elemi szálaknak a den-száma, annál kevesebb szálát használunk föl, úgyhogy a fonatnak a falvastagsága kb. 0,2 mm tartományban maradjon, de mindenképpen kevesebb legyen, mint a háromszorosa azon szálvastagságnak, amelyből a fonatot szőtték, előnyösen pedig kisebb, mint 1 mm. A szintetikus gyantás szálakból kialakított fonat levegő-permeabilitása 1 – 10 m<sup>3</sup>/sec/cm<sup>2</sup> 1,378 kPa differenciális nyomásnál. A nedvesség felvétele 0,2 – 7 tömeg %. A már kész szálak membránt vékony polimer filmmel vonjuk be, amelynek a vastagsága 0,05 – 0,3 mm, előnyösen kisebb, mint 0,1 mm. A filmnek egy körgyűrű alakú zárórétege van, amit akár kéregnek is nevezhetnénk, amely a terület mentén egy egységet képez a következő mikroporozus rétegekkel a filmben, és mindegyik réteg összeolvad az előző réteggel, és a rétegek lényegében egy külső körgyűrű alakú rétegből, egy közbenső továbbító rétegből és egy körgyűrű alakú belső rétegből áll.

A találmányt a továbbiakban példakénti kiviteli alakjai segítségével a mellékelt ábrákon ismertetjük részletesebben. Az

- 1A ábrán vázlatosan látható egy rombuszkötésű (diamond) szövés minta, amelyből a csőszerű fonat készül, az
- 1B ábrán egy szabályos szövés szerinti minta látható a csőszerű fonathoz, míg az
- 1C ábrán „herkules” mintázat látható, mint szövés minta, a
2. ábrán keresztmetszetben látható a bevonó szórófejnek a hosszirányú metszete, amelyet a vékony, nem hordozó film membrán kialakítására alkalmaznak a fonaton, a
3. ábrán szintén metszetben látható egy üreges szálak membrán találmány szerinti kialakítása, ahol jól láthatók a sugárirányban egymás után elhelyezkedő körgyűrű alakú tartományok, amelyek hosszirányban, a

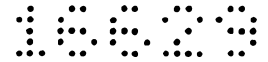


membrán hossza mentén egymás után és egymás fölött vannak elhelyezve, és látható az is, ahogyan a csőszerű, nem-önhordó filmet a fonatra elhelyezzük anélkül, hogy az abba beágyazódna, a

4. ábrán felnagyítva láthatjuk a membrán különböző rétegeinek a pórusait, azoknak a méretarányát, és azt, hogy ezek a pórusok teszik a membránt oly mértékben hatásossá, hogy igen jól használhatók mikroszűrési vagy ultraszűrési célokra.

Üreges szálás membrán részletei vannak a bevezetőben említett szabadalmi bejelentések leírásaiban ismertetve, és lényegében a rajzokon is ezekre történik utalás. Egy előnyös kiviteli alakban a csőszerű fonat szálakból van szöve, a szálaknak a den-mérete pedig úgy van megválasztva, hogy figyelembe veszi azt, hogy a szövött fonat külső átmérőjére polimer film kerül felvitelre, továbbá figyelembe van véve az is, hogy a membránt mikroszűrési vagy ultraszűrési célokra kívánják használni. Az ultraszűrési, a továbbiakban röviden UF, célokra alkalmazott membrán kívánatos levegő-permeabilitása akkor, ha ivóvízhez alkalmazzuk, 5 – 25 LMH/kPa ( $l/m^2/kPa/h$ ) vagy 2 – 100 GFD/psi ( $gals/ft^2/day/psi$ ), előnyösen pedig 7,4 – 18,5 LMH/kPa (30 – 75 GFD/psi), amelyet RO (visszirányú ozmózis) vízben mértünk, a kívánatos permeabilitás mikroszűrési (a továbbiakban MF) célokra alkalmazott membránoknál, amelyet pl. városi szennyvíz szűrésére használnak ahhoz, hogy tiszta vizet hozzanak létre, előnyösen 10 – 50 LMH/kPa (40 – 200 GFD/psi), tipikusan azonban 12,5 – 25 LMH/kPa (50 – 100 GFD/kPa), amelyet RO vízzel mértünk. Egy tipikus hibamentes membránnak a buborékpontja 140 – 280 kPa (20 – 40 psi). UF membránok esetében kívánatos, ha a buborékpont 13 – 40 kPa (2 – 6 psi) tartományban van, előnyösen azonban a buborékpont kb. 35 kPa (5 psi) annak érdekében, hogy hangsúlyozzuk a szálban bekövetkező hibáknak a jelentőségét; MF membránok esetében kívánatos, ha a buborékpont 6 – 20 kPa (1- 3 psi) tartományban van, előnyösen pedig az értéke kb. 13 kPa (2 psi) ugyanilyen célokra.

A csőszerű fonatnak a szerkezetét az a gép határozza meg, amelyet a fonat szövésére használunk fel, és magát a fonatot pedig spirálisan feltekert szálakból állítjuk elő úgy, hogy a vastagsága kisebb legyen, mint a szál átmérője háromszorosának az értéke, és a szál irányítottsága pedig helikális. A fonott csövet vagy vertikális vagy horizontális csőfonatózó géppel lehet megfogni, a vertikális gép



előnyösebb. A gép tartalmaz egy szállító lemezt, amely összefonó pályákkal van ellátva, tartalmaz egy sor csövet vagy csévét a szálak számára, amely csövek vagy csévék akár az óramutató járásával megegyező, akár ezzel ellentétes irányban is képesek mozogni a fonatot készítő pályák mentén, tartalmaz továbbá egy formázó elemet és egy felfogó eszközt. A csévék olyan peremezett csövek, amelyeket a szálak felfogására alkalmaznak, és amelyeket viszonylag nehéz kezelni. A csévehordozókon elhelyezett csévéről a szálakat azután megfelelő fonattá alakítják, ahogyan a szálakat egy összefogó eszközhöz vezetik, amely egy központi tárcsa fölött van elhelyezve. Mindegyik csévehordozó megfelelő meghajtó áttétellel van forgatva, amelyek a szállító lemez alatt vannak elhelyezve, és a forgatás az adott nyomvonalak mentén történik. A csévehordozók mozgási sebessége és a fonat húzási sebessége közötti arány az áttétel változtatásával változtatható, és így módon a kapott fonatok egymástól a fonalkötegelés szögében különbözhetnek. A különböző felvetőszál-beszövéses, vagy egybefonások, a szövés mintázata a csévehordozók mozgásának a szabályozásával valósítható meg. A fonat szabályozható a felcsévélés sebességének a változtatásával vagy pedig a fonás szögének a változtatásával. Ugyancsak nagy szerepe van annak, hogy a szál feszítése is szabályozva legyen, és megfelelő egyenletes szálfeszítés legyen megvalósítva, mert így lehet egyenletes fonatot létrehozni. A csőszerű fonatok készítésére alkalmas gépek, valamint egyenfonatok készítésére alkalmas eljárások jól ismertek, és ezek nem is képezik a találmány oltalmi körét. Amennyiben kívánatos, tengelyirányú rögzítő eszközök is alkalmazhatók úgy, hogy egy harmadik szárendszerrel használunk, amely közbe helyezhető a fonatot képező szálak közé, és így triaxiális fonatot lehet létrehozni. Ezek a rögzítő elemek azonban tipikusan nem szükségszerűek.

Egy tipikus csőszerűen kialakított fonatot két szálkészletből vagy szálvégből hoznak létre, amelyeket azután összetekernek. A szálak anyagaként előnyös a poliészterek és nylonok alkalmazása, és különösen előnyös, ha ezeknek a den-mérete 200 –400 között van (gr/9000 m), és amelyek 40 – 100 elemi szálból állnak, amelyeknek a den-mérete 3 – 6. A fonat előnyösen úgy van fonva, hogy 16 – 28 hordozóból és 36 – 44 felvetőszálból áll, és a külső átmérője 1,5 – 2,5 mm, a falvastagsága pedig 0,15 – 0,5 mm, legelőnyösebben 0,3 mm körüli tartomány.



Az a mintázat, amelyből a fonatot fonjuk nem kritikus, feltéve, hogy a porozitás a kiválasztott határértékeken belül biztosítva van, és általában a „regulár” vagy „herkules” szövésmodot alkalmazzák, de a rombuszkötésű, „diamond” minta a legelőnyösebb. Az 1. ábrán vázlatosan látható egy rombuszkötés kiviteli alakja, ahol váltakozva egy-egy szál mindig elhalad a másik szálak fölött azután alatta (1/1). Az 1B ábrán a „regulár” kötésminta látható, ahol egy szál kettő szál fölött majd két szál alatt megy váltakozva (2/2), míg az 1C ábrán a „herkules” kötés látható, ahol egy szál három szál fölött majd három szál alatt megy váltakozva (3/3).

Az előnyösen hőzsugorított fonat esetében a terhelés szakadáskor legalább 222 N (50 lb) erőnél következik be, előnyösen azonban ez az erő 444 – 888 N (100 – 200 lb), ami azt jelenti, hogy a hővel előzsugorított, szintetikus gyanta alapú fonatnak stabil hosszúsága van, amely 1 – 16 %-kal kevesebb, mint a zsugorítás nélküli hosszúság.

Egy stabil hővel előzsugorított szálhosszúságnak igen nagy a jelentősége, mivel a sűrű szálaknak, amelyek az adott kötegben vagy pászmában vannak, a külső felületei (sűrű, mivel a használat közben zsugorodik) olyan mértékben összegubancolódik, hogy már nem alkalmasak megfelelő hatásos szűrőként történő működtetésre. Megjegyezzük még, hogy a sűrű szálak membránokban lévő feszültség nem csak a csőszerű fonatot fogja feszíteni, hanem a fölötte lévő polimer filmet is. A szükségtelenül nagy feszültségek a fonaton törést eredményeznek, a törések tipikusan a szálak membránok végei közelében lépnek fel, ott, ahol be vannak tokozva a fejrészekbe. Egy nem kívánatos feszültség a polimer filmen csökkenti annak tapadását, és növeli azt a tulajdonságát, hogy leváljon, vagy legalábbis fellazuljon a fonatnak a felületén.

A „zsugorodás-vizsgálatot” általában a szálakon úgy végzik el, hogy hőzsugorítást alkalmaznak 98 °C-os vízben egy Texturmát készülékkel történő forrázással, vagy 177 °C-os száraz levegőben 0,045gf/dtex feszültségnél 2 percig (DuPont); vagy 190 °C-os száraz levegőben 0,135 gf/d feszültséggel 30 sec-ig (Monsanto), de mind a mai napig nem volt semmi olyan ok, amely miatt a szintetikus gyantából készült csőszerű fonatok hővel történő előzsugorítását el kellett volna végezni a polimerrel történő bevonásáig. Még pontosabban, mivel az üvegszállal szövött fonatok



lényegében nem zsugorodóak hőre, nem volt mindezeig semmi ok arra, hogy a poliészter vagy nylon csőszerű szövetnek a stabil hosszúságát előzsugorítással beállítsák úgy, hogy a zsugorított hosszúsága az előzsugorítás előtti hosszúságának a 84 %-a legyen, és egyidejűleg biztosítva legyen az is, hogy a fonat legalább 95 %-áig a húzószilárdságának megmarad.

Száraz levegőben történő hőzsugorítás helyett, amikor poliészter és poliamid csőszerű fonatokat hőzsugorítunk a Testrite-féle teszttel, hogy 16 –18 %-os zsugorodást érjünk el, helyett ez a zsugorítás villamos kemencében is elvégezhető 232 °C-on 29 secundumig tartó kezeléssel.

A szálaknak a den-mérete és a fonatnak a szerkezeti jellemzői határozzák meg a folyadék- és gáz-permeabilitásukat. Egy fonatnak a folyadék-permeabilitása legalább egy nagyságrenddel (azaz több, mint tízszerese) nagyobb, mint a polimer film permeabilitása. Ily módon tehát a fonatnak a szövésmintája olyan mértékben nyitott, hogy az az áramló gáz számára nem jelent jelentős gátat.

Az előnyös anyagként alkalmazott poliészter (PE) és nylon (NY) anyagokból készült fonatoknak a levegő-permeabilitása, ha azt az ASTM szabvány szerint határozzuk meg, amely „Air Permeability of Textile Fabrics D 737-96” 1,38 kPa (0,2 psi) differenciális nyomásra van mérve. Az értékeket a soron következő 1. Táblázatban soroljuk fel „@0,2 kPa” alatt. Ugyancsak megtalálhatjuk felsorolva a „@0,02 kPa” (0,029 psi) permeabilitásokat, amelyeket azon adatgörbék extrapolálásával hoztunk létre, amelyeket a 0,2 kPa-nál mért értékekből kaptunk a megfelelő tartományokban:

1. Táblázat

Minta	I.D. mm	O.D. mm	hosszúság mm	terület cm <sup>2</sup>	sebesség cc/sec	permeabi- litás cc/sec/cm <sup>2</sup> @1,38kPa	@0,2kPa
PE-1	0,76	1,55	30	1,461	10,36	7,09	1,03
PE-2	1,02	1,89	28	1,663	7,05	4,24	0,62
PE-3	1,13	2,04	26	1,666	5,00	3,00	0,44
PE-4	0,76	1,89	25	1,484	1,52	1,02	0,17
NY-1	1,00	2,10	27	1,781	3,94	2,21	0,32
NY-2	0,89	1,86	27	1,578	4,29	2,72	0,37
NY3	1,28	2,04	23	1,474	3,93	2,67	0,37



ahol ID – belső átmérő,  
OD – külső átmérő.

A poliészter fonatok nedvességfelvétel értékei 0,2 – 0,5 tömeg %, a fent említett PE mintadarabokra pedig 0,4 – 0,5 tömeg %. Nylon fonatok esetében a nedvességfelvételi értékek 4 –7 tömeg %, és a fentiekben említett nylon mintadarabok esetében ez az érték 4 – 5 tömeg %. A csőszerű fonat szerkezete olyan külső felülettel van kialakítva, amely egységes felépítésű, és egy olyan membrán polimer filmet tartalmaz, amely elegendően megtapad ehhez a külső felülethez, és pedig úgy, hogy nem tudjon leválni akkor, amikor a membránt visszaöblítéssel mossuk; a polimer filmet a fonat falának a felső részénél tartjuk meg anélkül azonban, hogy a fonatnak a fala beágyazódna a filmbe. A tapadásnak a mértékét bizonyos fokig befolyásolja a polimer vegyi összetételének az affinitása a fonat anyagához, de a fonat szerkezete az, ami leginkább a tapadást biztosítja. A polimer film lehet bármilyen polimer, amely kellőképpen aszimmetrikus membránok megvalósítására alkalmas, és kialakítható pl. poliészterből, poliamidból, poliolefinből, poliaminból, poliuretánból, polyszulfonból vagy cellulóz-acetátból, legelőnyösebb az a PVDF anyag alkalmazása, amely kalcinált alfa alumínium-oxidot tartalmaz, ahogyan ez a 08/886,652 sz. US szabadalmi bejelentésünkben, amelyre a leírás során többször hivatkozunk, le van írva.

Azon vizsgálat, amelynek alapján meg lehet állapítani, hogy a tapadás kielégítő-e, az ún. lehámlási vizsgálati módszerrel végezhető el (Peel Test Procedure) a Lloyd Instruments által gyártott „Anyagvizsgáló” készülékkel (LR K5 50 N terhelő cellával), amelynek van egy ún. „German Wheel” eleme (Vizsgáló elem rövidsége).

A German Wheel szerkezetet rugalmas felületen lévő bevonat lehúzási vizsgálatának elvégzésére alkalmazzák, és 90 °-ra van a vizsgálandó szubsztrátum felületére elhelyezve. Mindegyik mintadarab a szabvány által előírt módon van elkészítve. A „German Wheel” egy szabadon futó tengelyre elhelyezett kereket tartalmaz, és tartalmaz egy jármot, amely a kereket befogadja, és a vizsgálandó mintadarabra egy megfelelő terhelést hoz létre. A keréknek a felülete éles szögben kialakított rést tartalmaz, amelybe a bevont rétegnek a felületét helyezzük be, és ezen éles szél mentén visszahajtjuk. Ez a művelet egy erőteljes mechanikai zárást biztosít, amely szorosan tartja a mintát a hossza mentén akkor, amikor az húzásnak van igénybe



véve, a bevonat pedig oldalirányba fölfelé megy a keréknek a kerülete mentén, ahogyan ezen a szorító elemén áthúzzuk. A szorító elem közvetlenül azon tartomány mögött van, ahol a bevonat hossza a szubsztrátumról leválasztásra került. Ily módon a rugalmas szubsztrátum megfelelően be van fogva, és a bevonatnak egy adott hosszúsága szabadon függ a szorító elem előtt.

Mindazok a vizsgálatok, amelyeket nem nedves membránon végeznek el, olyanok, hogy 152 mm-es (6 inch-es) nedves membránt vizsgálnak hosszirányba. 38 mm (1,5 inch) a membránból lehúzásra kerül a fonatról. Egy 25,4 mm-es (1 inch-es) rúd tartománya a fonatnak be van helyezve ebbe az adott szöggel kialakított részbe, míg a fonat visszamaradó részét a kerék mentén úgy hajtjuk vissza, hogy a hosszirányú rész a kerék felülete irányába essen. Az adott szöggel kialakított rész az egyik véget erősen megfogja, a másik véget pedig egy lebegő szorító elembe helyezzük, és ott rögzítjük. Minden laza részt a mintadarabot előfeszítő csavarral távolítunk el.

A membrán lehámozott tartományának a laza végét a vizsgáló berendezés felső befogó elemébe helyezzük el. A membránból 101 mm-t (4 inch-et) lehúzzunk a fonatról 100 mm/perc sebességgel. A German Wheel szabadon forog és ily módon a lehámozási szöveget konstans értéken tartja. Az anyagvizsgáló kimenetén egy grafikon jelenik meg, amely azt az erőt mutatja, amely ahhoz szükséges, hogy a szubsztrátumról a membránt leválasszuk. A mintadarabokon mért értékeket azután átlagolják, és grafikonon jelzik ki. Az átlagos maximális erő egy megközelítőleg 50,8 mm-es (2 inch-es) tartományra van feljegyezve.

A szakítószilárdságát az egyes mintáknak az alábbiak szerint határozzák meg: a membránból vett nedves mintát, amelyet a Peel Test berendezésből kapnak, az anyagvizsgáló berendezés befogó elemei közé helyezzük el. A befogó elemek egymástól 25,4 mm (1 inch) távolságra vannak elhelyezve. A membrán mintadarabokat ezután 100 mm/perces sebességgel húzzák. Azt az átlagos maximális erőt jegyzik föl a mintadarabok esetében, amelyeknél szabványos eltérés tapasztalható.

A fonat hengerességét vizuális vizsgálattal mikroszkóp alatt végzik el.



Az aszimmetrikus film egy nagyon vékony kérget vagy külső záróréteget tartalmaz, amely egy sokkal porózusabb szerkezet fölött van elhelyezve, ahol a pórusok nyitott kapcsolatban vannak egymással. Ilyen jellegű membránokat akár vizes, akár nem-vizes oldószeres szűrésénél lehet alkalmazni. Oldószeres szűrésénél, így pl. elsődleges vagy másodlagos alkoholok, tetonok vagy szénhidrogének szűrésénél a polimer filmet oldószernek ellenálló polimer oldatából állítják elő, ilyen pl. a poliakrilonitril (PAN) vagy a poliéteréter-kezon (PEEK).

Rátérve a 2. ábrára, a 2. ábrán hosszmetsetben látható a bevonatot képező fúvóka, amely lényegében egy bevonó 10 szórófej, amely azon túlmenően, hogy az adalékanyag (az oldatban lévő polimer) mennyiségét, amely a 10 szórófejen áthalad, megfelelően korlátozza, a felületen lévő adalékanyag pontos értékét is méri, és a megmért mennyiséget egyenletesen elosztja a fonat felületén, ahogyan azt hosszirányba a 10 szórófejen keresztül tengelyirányban húzzuk.

A 10 szórófej tartalmaz egy belső 12 hengeres házat, amelynek egy 13 belső furata van, amelyen keresztül a fonatot továbbítjuk egy 15 csőkapcsoló tengelyirányú 14 furatán keresztül, ahol a 15 csőkapcsoló csavarmenettel van rögzítve a belső 12 hengeres ház 6 végéhez. A tengelyirányú 14 furatnak egy lekerekített nyílása van, amely elősegíti azt, hogy a fonat megfelelő kör keresztmetszetet vegyen fel mielőtt az adalékanyaggal bevonásra kerül. Az ily módon kialakított, lekerekített 14 furat átmérője 1 – 10 %-kal kevesebb megközelítőleg, mint a fonat névleges átmérője. A 12 hengeres házat a 15 csőkapcsolóval egy 20 külső hengeres házba helyezzük el, amelynek 25 hengeres alakja van. A 20 külső hengeres ház lépcsős belső tengelyirányú kamrával van ellátva, amely egy nagyobb átmérőjű 22 furatból és egy kisebb átmérőjű 23 furatból áll, amely 23 furat közeli végénél menetek vannak. A berendezés tartalmaz még egy felső 27 perselyt, amelynek szintén lépcsős 27' tengelyirányú furata van, amely menetesen van a kisebb átmérőjű 23 furathoz csatlakoztatva mindaddig, amíg egy megfelelő 27" O-gyűrűt össze nem nyom, amely a 20 külső hengeres ház és a 27 persely alsó része között van elhelyezve. A berendezés tartalmaz még egy kalibráló 28 szerszámot, amelynek egy kalibráló 24 nyílása van, amely megfelelő nyomókapcsolatban van a 27' lépcsős tengelyirányú furatban elhelyezve. A 24 kalibráló nyílás biztosítja azt, hogy a már kész üreges membránt keresztmetszete megfelelően kör alakú legyen, amikor az a lekerekített



kalibráló 24 nyílást elhagyja. Az adalékanyaggal bevont fonat azután a kalibráló 24 nyíláson halad át, amely most már a polimerrel bevont felület külső átmérőjét megfelelően alakítja, és létrehozza a kívánt falvastagságú adalékanyag bevonatot, amely koagulálódik, és egy vékony membránt filmet képez, amelynek a vastagsága nem több, mint 0,1 mm.

A 25 alap, amely lényegében egy felső részt képez, egy 21 alsó résszel is el van látva, és a 25 alaphoz a 26 felső kivezetése nyitott kommunikációs kapcsolatban van a 22 és 23 lépcsős furatokkal úgy, hogy az adalékanyag a 21 kivezetésen keresztül egy olyan tartályba tud folyni, amely a belső 12 hengeres ház körül van, és a lépcsős 22 és 23 furatokon van átvezetve, és tengelyirányba tud abban az irányban továbbhaladni, amelybe a fonatot is húzzuk a nagyobb 22 furaton és a kisebb 23 furaton keresztül, amely levegőt vezet be, ahogy a tartályt megtöltjük. Amikor a tartályt megtöltő adalékanyag a felső 26 kivezetésen kifolyik, úgy összenyomjuk. A 25 alap eltávolíthatóan van rögzítve átmenő csavarokkal (ez az ábrán nem látszik) a 25 alaphoz, és a sugárirányban kiképezett szerelő 29 peremhez, amely 29 peremnek van egy 29' teste. A 29' test el van látva egy belső menetes tengelyirányú furattal úgy, hogy a 29' test koaxiálisan rögzíthető a 24 kalibráló nyílással és a 14 lekerekített nyílással egyvonalban lévő helyzetbe. Ha a 29' testrész meneteinek a számát csökkentjük vagy növeljük, úgy a 14 nyílás és a 24 kalibráló nyílás közötti távolság változtatható. Ezt a távolságot attól függően állítjuk be, hogy milyen sebességgel kell a fonatot húzni, azon kívül, hogy milyen az adalékanyag viszkozitása, és milyen vastagságú bevonó anyagból készült fémet kell a fonatra elhelyezni, mielőtt azt a koagulátumba bemártjuk. Ez a beállítás kísérletek alapján történik, nyilván valamennyi hibával, mindenképpen az a cél, hogy az adalékanyagból a fonat külső felületén olyan filmet hozzunk létre, amely csupán ahhoz elegendő, hogy a fonatot felületileg bevonja, de nem elég ahhoz, hogy a fonat a filmbe beágyazódjon.

Ahhoz, hogy a fonatot a 24 nyíláson áthúzzuk, egy hosszirányú feszítő erő van fenntartva a fonaton, amely legalább 1 N, de semmiképpen sem akkora, hogy a fonatban az egyes részeket oly módon torzítsa el, hogy azok azt követően, hogy az adalékanyaggal bevonásra kerültek, az egyensúlyi állapotukba ne tudjanak visszatérni. Mivel a fonat nem ágyazódik be a viszkózus polimer oldatba, a fonatnak csak a külső felületét hozzuk érintkezésbe az adalékanyaggal oly módon, hogy egy



olyan fonatot hozunk létre, amelynek a külső felülete adalékanyag és polimer bevonattal van ellátva.

Nyilvánvaló az is, hogy a bevonás elvégzésére kialakított 10 szórófej egy olyan speciális szórófej, amely úgy van kialakítva, hogy biztosítsa az előre megadott távolságot a lekerekítő 14 nyílás és a kalibráló 24 nyílás között, mivel az adalékanyaggal bevont fonat nem nagyobb, mint 2,5 mm (névleges átmérő), és ez van ezeken a 14 és 24 nyílásokon egymás után továbbítva. Az adalékanyag mennyiségét, amely a bevonó 10 szórófejbe be van vezetve, mérve van, és az a sebesség, amellyel a fonat keresztülhalad a lekerekítő 14 nyíláson, kísérletekkel van meghatározva, és a területen jártas szakember az összehasonlítható állapotok között egy adott hibát figyelembe tud venni.

Azt követően, hogy az adalékanyaggal bevont fonat a kalibráló 24 nyílást elhagyja úgy, hogy a folyékony koaguláns, amely egy fürdőben van, a bevonattal ellátott fonat teljes külső felületével érintkezésben van. Mivel a polimer a koagulánsban nem oldódik, az nem tud a kialakult vékony filmbe behatolni és belépni a belső üregbe. Ahogyan a koagulánssal érintkezik a fonat, a bevonat koagulálódik, és létrejön a kívánt vékony film membrán. A szálnak a furata levegőt tartalmaz, amely atmoszférikus nyomáson van.

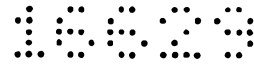
A 3. ábrán a találmány szerint kialakított cső alakú 30 fonat átmérője mentén vett metszete látható, amely 30 fonat 31 szálakból van szőve, amelynek van egy belső ürege, amely lényegében a 32 belső furat. Az ábrán látható még egy 33 vékonyfilm membrán, amely öntapadóan van a kerület menti 34 külső felületre megtapadva, amely felület durva és egyenetlen, mivel azt az egymáshoz szővött 31 szálak képezik, amelynek adott vastagsága van, és a vetülék fonalak száma, amelyekbe szőve van, eredményezi azt, hogy nem egyenletes a felülete. A 33 vékonyfilm membrán igen lényeges jellemzője, hogy az csak felületileg van elhelyezve, azaz hordozva, a cső alakú 30 fonat külső felületén anélkül, hogy maga a fonat a vékonyfilmbe behatolna. Ez a jellemző nyilvánvalóvá válik a fotomikrografikus felvételeken, amely azt mutatja be, hogy a cső alakú 30 fonat 32 belső felülete a belső kerülete mentén lényegében polimertől mentes.



A 4. ábrán a 3. ábrán bemutatott kiviteli alak egy részlete látható lényegesen felnagyítva, ahol tehát jól látható az aszimmetrikus 33 vékonyfilm membrán, amely, amikor kialakítjuk koagulálással, önmagában csíkokból áll, és egy felületi ultra vékony 35 záróréteggel, lényegében kéreggel van lezárva kívülről, és három jól elkülöníthetően azonosítható pórusokból álló rétegből van kialakítva még, nevezetesen a 35 záróréteg alatt, tehát befelé helyezkedik el egy külső 36 réteg, azt követően egy belső 38 réteg, a két külső 36 réteg és belső 38 réteg között egy közbenső, továbbító 37 réteg található, ahogyan ez a 4. ábrán jól meg is figyelhető. A 35 záróréteg nagyon nagy sűrűségű polimer réteg, amely akkor alakul ki, amikor az adalékanyag a koagulánssal érintkezik. Ésszerűségi okokból a 35 záróréteg és mindegyik 36-38 réteg ugyanabból a polimerből van kialakítva, és a sugárirányban befelé egymás után elhelyezkedő 36-38 rétegek, amelyek a 35 zárórétegtől a 39 szálal anyag rétegeig tartanak, amely 39 szálal anyag réteg határozza meg a 32 üreget, fokozatosan növekvő pórusúak. Ahogyan ez a 4. ábrán jól látható, az egyes szálalnak a 39 végei több, 39' elemi szálból állnak össze, és az egymással összekötött szálaból képezett pászmáknak a felülete nem sima, hengeres felületet képez. A 35 záróréteg általában vékonyabb, és a 33 vékonyfilm membrán, amennyiben MF célokra van felhasználva, pórusai nagyobbak, mint azok a pórusok, amikor ugyanabból a polimerből készítenek egy 33 vékonyfilm membránt, de UF célokra használják. A mért 35 záróréteg vastagságok (elektromikroszkóppal) az adott fémekhez, amelyeket fonattal kialakított membránoknál alkalmaznak, az alábbiakban adunk meg, ahol megadjuk egyrészt a záróréteg vastagságát, valamint a rétegekben lévő pórusok egymáshoz képesti viszonyát. A pórusok méretének megközelítő tartományai az MF és UF célokra kifejlesztett membránoknál az alábbi 2. táblázatban található meg.

2. táblázat

	MF, $\mu\text{m}$	UF, $\mu\text{m}$
35 záróréteg, vastagság	0,1 – 1,5	1 – 4
külső 36 réteg, átlagos pórus átmérő	0,5 – 1,0	0,5 – 2
közbenső továbbító 37 réteg	2 – 6	5 – 10
belső 38 réteg, átlagos pórus átmérő	10 – 40	10 – 150



A membránokban, általánosságban megemlíthetjük, hogy a 35 záróréteg vastagsága a további 36-38 rétegek vastagságához képest viszonylag kicsi. A 35 záróréteg vastagabb azoknál a membránoknál, amelyeket UF célokra alkalmaznak, mint azoknál a membránoknál, amelyeket MF célokra alkalmaznak, és még vastagabb akkor, ha RO membránként alkalmazzák (nem mértük). Annak érdekében, hogy a réteg, amikor a membránt képezzük, ne váljon le, a külső 36 réteg vastagsága általában kisebb, mint a közbenső továbbító 37 réteg vastagsága, amely viszont nem olyan vastag, mint a belső 38 réteg.

A 36-38 rétegek megközelítő vastagságát MF és UF célokra kialakított fonattal kialakított membránok esetében a 3. táblázatban adjuk meg.

3. táblázat

Átlagos vastagság	MF, $\mu\text{m}$	UF, $\mu\text{m}$
35 záróréteg	0,1 – 1,5	1 – 4 -
külső 36 réteg	5 – 10	20 – 40
közbenső továbbító 37 réteg	30 – 50	40 – 80
belső 38 réteg	100 – 1000	100 – 1000

A továbbiakban a találmányt néhány példa segítségével mutatjuk be részletesebben, amelyek azonban valóban csak példaként szolgálnak, nem a találmány oltalmi körét szűkítik.

### 1. Példa

A továbbiakban két olyan bevont fonatot mutatunk be, amelyeknél ugyanazokat az adalékanyagokat alkalmaztuk, de a paramétereik a fonatoknak különbözőek:

Két csőszerű A és B fonatot készítettünk, amelyeket 6/6 elemi szálak nylon szálból alakítottunk ki, és megvizsgáltuk a kezdeti paramétereiket, amelyek lényegében azonosak voltak, kivéve az elemi szálaknak a den-méretét, majd mindegyiket bevontuk poliviniliden-fluorid (PVDF) adalékanyagokkal, N-metil-2-pirolidin (NMP), amely adalékanyag polihidroxi alkohol hidofil adalékanyagot tartalmazott, és a viszkozitása 38 cps volt. Az oldatnak az áramlási sebessége a szórófejhez úgy volt beállítva, hogy az oldat a fonat kerülete mentén és a kerülete fölött 3 mm bevonó távolságban áramlott (0,125 inch). A fonat az oldattal bevonva azután a kalibráló



szerszámon volt keresztülvezetve, amelynek az átmérője 2,5 mm volt, majd ezt követően a koaguláló tankba, ahol a polimer oldat vízben koagulálódott és létrejött egy 0,06 mm vastag féligáteresztő membrán, amely a csőszerű fonaton helyezkedik el, lényegében kör keresztmetszet mentén. A következő lépésben ezt az egészet egy glicerin fürdőn húztuk át, majd megszáritottuk, és egy tekerccselőnek a csévéjére felcsévéltük. A bevonási viszonyok minden egyes fonat esetében a következők voltak, mégpedig:

Fürdő hőmérséklet 46°C (115 °F)

WUS\* 12,19 m/perc (40 fr/perc)

A fonatok eltérései:

	A fonat	B fonat
Szál den-méret	315	420
Elemi szálak	68	68
Elemi szálak den-mérete	4,6	6,2
Végek	1	1
Vetülékfonalak	44	44
Hengeresség	0,9	0,9
Átlagos külső átmérő	1,88 mm	2,01 mm
Átlagos belső átmérő	0,86 mm	1,06 mm
Zsugorodás	3,4 %	3,4 %
Szakítószilárdság, lb-f	5,93	7,68
Záróelem**	2,15 mm	2,53 mm

\*\* a simító szerszámnak a belső átmérője, amelyen keresztül a már bevont fonatot vezettük át.

Ezt követően a szűrés szempontjából is megvizsgáltuk a B fonatot, és azt tapasztaltuk, hogy a permeabilitása kétszerese volt az A fonaténak. A fonatokat megvizsgálva azt tapasztaltuk, hogy az A fonat, amelyet az alacsonyabb den-számú fonalból készítettünk, lazább fonatot eredményezett, amely lehetővé tette, hogy az adalékanyag a fonat belső falába is behatoljon, és ott beágyazódjon, és ily módon a külső felületén kevesebb maradt az adalékanyagból, ahogyan ez az alábbiakból is nyilvánvaló:



	A fonat	B fonat
Bevont termék átlagos külső átmérője	1,89 mm	2,15 mm
Bevonat vastagsága	0,005 mm	0,070 mm
Átlagos falvastagság	0,520 mm	0,475 mm
Fluxus @ 15 psi	171,9 usgfd	383 usgfd

A bevonattal ellátott MF membrán keresztmetszetének a fényképe, amelyet elektromikroszkóppal készítettünk, azt mutatja, hogy a fonaton lévő cső membrán vastagsága megközelítőleg 0,05 mm, és a fonat nem ágyazódott be a filmbe. A 35 záróréteg vastagsága, majd az egyes 36-38 rétegek vastagsága attól függ, hogy milyen körülmények között készült a film. A függőleges sík mentén készített mérések a keresztmetszeten keresztül a film fala mentén az alábbi pórus-méreteket mutatta:

Keresztmetszet	µm
Záróréteg vastagság	0,8
Külső 36 réteg*	0,781
Közbenső továbbító 37 réteg*	3,9
Belső 38 réteg*	14 – 32

\* átlagos pórus méret

A bevonattal ellátott membránt MF szűrőként alkalmaztuk, és olyan modult készítettünk belőle, amely az US 5,783,083 sz. szabadalmi leírásban van ismertetve. A víz permeabilitása 67 kPa (5 psi szívónyomás) nyomás és 22 °C hőmérséklet mellett 170 LMH (100 Usgfd) volt.

## 2. Példa

Összehasonlító fonatokat készítettünk poliészter és üvegszál fonatok esetében és ADC membránként alkalmaztuk. Az egyes alkalmazott elemek a következők voltak:

- Egy adalékanyagot, a kódja ADC, hasonlóan készítettünk PVDF NMP oldatban, ahogyan az 1. példánál is alkalmaztuk úgy, hogy 16 tömegrész PVDF, 81 tömegrész NMP és 2 rész HPVA valamint 1 rész LiCl volt az összetétele. Az oldat



viszkozitása 56,000 cps, és a szórófejen keresztül tápláltuk be, amelyen keresztül üvegszálakból és poliészter szálakból kialakított csőszerű fonatot továbbítottunk, hogy a megfelelő szálakat létrehozzuk, amelyek lényegében azonosak, kivéve az anyagot, amelyből a fonat készül. Úgy, ahogyan az előzőekben is, az adalékanyag betáplálási sebességét úgy állítottuk be, hogy az oldat a fonat kerülete mentén, a körül kb. 3 mm (0,125 inch) bevonó távolságban áramoljon, majd ugyanúgy áthúztuk a méretező szerszámon, és koaguláltuk vízben, hogy vékony féligáteresztő membránt kapjunk, amelynek 0,05 mm lett a vastagsága és a fonaton helyezkedett el, majd az egészet glicerinfürdőn húztuk át. Minden egyes bevonattal ellátott MF membránnak az átlagos átmérője 1,88 – 1,92 volt, a hengeressége kb. 0,9, azaz mindegyiké kb. 0,9 mm-es átmérő volt átlagban. Mindegyik bevonattal ellátott fonatot azután feltekercseltük, és pászma készítésére használtuk fel.

A pászma mindegyikének a területe 130 láb<sup>2</sup> volt, és ezt egy MF célokat szolgáló szűrésre alkalmas tartályhoz alkalmazták, ahol olyan szennyezett vizet kívántak szűrni, amely szemétkerakóból származó kilúgozott anyagot tartalmazott. A kilúgozott anyag COD értéke 1000 – 1500 mg/l volt. 400 – 450 m<sup>3</sup>/óra levegőt vezettek be minden egyes köteg aljánál. Hat hónapos alkalmazást követően és azonos visszaöblítési eljárások után azt tapasztaltuk, hogy azok a kötegek, amik üvegszállal készültek, 2 – 20 szakadt szálakat tartalmaztak.

Amikor a köteg poliészter fonatú szálakból állt, és ugyanilyen célokra használták föl, és az üvegszálak az adott viszonyok és időtartam után eltörtek, hasonló működési viszonyok mellett és ugyanilyen visszaöblítési eljárások mellett, 6 hónapos üzem után a poliészter fonatból egyetlen egy szál sem szakadt el.

### 3. Példa

Az adalékanyag hasonlóan PVDF NMP oldatban volt, mint az 1. példánál, kivéve, hogy az alábbi komponens arányokat alkalmaztuk tömegszázalékban: N-metil-2-pirolidin (NMP) 82 tömeg %; poliviniliden fluorid (PVDF) 15 tömeg %; kalcinát  $\alpha$ -alumínium-oxid részecskék („ $\alpha$ -Al”) 2 tömeg %; 50 % hidrolizált polivinil acetát (HPVA) 1 tömeg %; és ez mindegyik 100 részre vonatkozott.



Az égetett  $\alpha$ -Al részecskékből 70 g-nál az átlagos elsődleges részecske méret 0,4  $\mu\text{m}$  volt, és ezt egy palackban mértük le, amelyhez 2787 g NMP-t adagoltunk, majd egy Sonicator keverőben legalább másfél órán keresztül alaposan összekevertük, hogy az elsődleges részecskékből kapott agglomerátum feltörjön, azaz egy olyan szuszpenziót kapjunk, amelyben az elsődleges egyedi részecskék egymástól adott távolságra helyezkednek el az NMP oldatban. A kapott szuszpenzió tejfehér volt, a fehér színt a fehér égetett  $\alpha$ -Al anyag adta. Ehhez a szuszpenzióhoz azután lassan adagoltunk 525 PVDF-et, amelynek az átlagos mol tömege 30,000 Dalton volt, és igen nagy sebességgel kevertük mindaddig, amíg a PVDF adagolása befejeződött. Az adagolás során a szuszpenzió tejfehér színe először rózsaszínre, majd sárgásbarnára változott, és a végén pedig szürkésbarna lett. Mivel az NMP-ben oldott PVDF színváltozást nem okoz, és a tejfehér színe a szuszpenzió részben az  $\alpha$ -Al részecskéknél köszönhető, a színben bekövetkező változás egy reakció jelenlétére utal, amely az égetett  $\alpha$ -Al és az alapban lévő égetett alumíniumoxid között ment végbe.

Amikor a szürkésbarna színe az NMP/PVDF/  $\alpha$ -Al komplexumnak a szuszpenzióban már stabil, és nem változik többet egy adott perióduson keresztül, ami 4 – 24 óra tartományba esik, 50 % HPVA, 30 %-os oldatából, amely 1,6 – 1,7 % NMP-ben lévő kénsavat tartalmaz, 118 g-ot adalékolunk, és így hozzuk létre azt az adalékanyagot, amelyet egy éjszakán át keverünk. Ezt követően az adalékanyagot gázmentesítjük, pl. úgy, hogy üleptjük 24 órán keresztül, vagy centrifugáljuk. A gázmentesített adalékanyag viszkozitása 14,500 centipoise (cp) körül van.

Az ily módon létrehozott adalékanyagot szórófejhez továbbítjuk, amelyen keresztül az 1. példában bemutatott B fonatot továbbítottuk, és 12,2 m/perc (40 ft/perc) sebességgel, és 274 kPa (25 psig) nyomás mellett 3 mm (0,125 inch) bevonó távolságról bevonjuk. A bevonattal ellátott fonatot azután átvezetjük egy kalibráló szerszámon, amelynek átmérője 2,55 mm, ezt követően bevezetjük egy koaguláló tartályba, ahol a polimer oldatot vízben koaguláljuk és így hozunk létre egy féligáteresztő, kb. 0,13 mm vastagságú membránt, amely a csőszerű fonaton van rajta, és amelynek a hengeressége kb. 0,9. A bevonattal ellátott fonatot ezután hirtelen lehűtjük oly módon, hogy egy első és egy második koaguláló vízfürdőbe vezetjük, amelynek hőmérséklete mindegyiknél 47 °C (116 °F) és végül egy glicerín-



fürdőn vezetjük át, mielőtt egy tekerceselő gép tekercsére föltekernénk. A vizsgálatok azt mutatták, hogy a fonott MF membránok kiváló eredménnyel rendelkeznek.

Azt követően, hogy a fonott membrán egy tartományát egy egész éjjelen át hideg vízben mostuk, megvizsgáltuk a víz permeabilitását oly módon, hogy megmértük a fluxusát, amelyre azt tapasztaltuk, hogy 6 LMH/kPa vagy megmértük a permeabilitását, amely 25 GFD/psi 5 psi túlnyomáson. Ezt követően a fonott membránnak egy további tartományát olyan vizes oldatban kezeltük, amely 2000 ppm nátrium-hipokloritot (NaOCI-t) tartalmazott. Az NaOCI-lel kezelt membrán vízáteresztő képessége 12 LMH/kPa 35 kPa (50 GFD/psi 5 psi-nél mérve) mértük. Mindkét esetben a pórusméretek és a molekula tömeg elválasztás mérése azt mutatta, hogy a pórusok a filmben alkalmasak mikrofiltrációra.



## SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Üreges, szálas, aszimmetrikus membrán, amely rugalmas mikroporózus cső alakú fonat tartóelemet tartalmaz, **azzal jellemezve, hogy** külső felületén szintetikus gyanta anyagból elrendezett film van oly módon, hogy a fonat anyaga a filmbe nem ágyazódik be, és a szintetikus gyanta alapú anyagú film (33) falvastagsága kisebb, mint 0,2 mm, maga a fonat 16 – 60 különálló szálból (31) van kiképezve, mindegyik a saját hordozóján van elhelyezve, és mindegyik szál (31) 155 – 500-as den-méretű (g/9000 m) több elemi szálból álló elemként van kiképezve, és a több elemi szálból álló szál (31) 25 – 750 elemi szálból áll, ahol mindegyik elemi szál 0,5 – 7 denes, maga a szövet pedig 1 – 3 több elemi szálból álló szálvégből van előállítva 30 – 50 vetülékfonállal úgy, hogy a falvastagság 0,2 mm-nél nagyobb, de kisebb, mint a szál (31) átmérőjének a háromszorosa, amely szálból a fonatot szövik, a fonatnak stabil hő-előzsugorítási hossza van, amely 1 – 20 %-kal kevesebb, mint a zsugorítatlan hosszúsága, a permeabilitása  $1 - 10 \text{ cm}^3/\text{sec}/\text{m}^2$  1,373 kPa nyomásnál, a tágulása az előzsugorított fonat szakadásánál legalább 10 % úgy, hogy a membrán végül is mikroszűrési és ultraszűrési folyadékszeparáló membránként alkalmazható.
2. Az 1. igénypont szerinti aszimmetrikus membrán, **azzal jellemezve, hogy** az egyes szálak (31) végei összesodrás nélkül lineárisan egymás mellett vannak elhelyezve mindaddig, amíg a fonat formálásához felhasználjuk, amely fonat elő van zsugorítva a zsugorítás nélküli hosszának 1 – 8 %-áig.
3. Az 1. igénypont szerinti aszimmetrikus membrán, **azzal jellemezve, hogy** a csőszerű fonat (30), mint tartóelem hengeressége nagyobb, mint 0,8 % és a maximális megnyúlása szakadásnál legalább 10 %.
4. A 3. igénypont szerinti aszimmetrikus membrán, **azzal jellemezve, hogy** a henger alakú fonat (30), mint tartóelem falvastagsága 0,2 mm tartományba esik, vagy kevesebb, mint háromszorosa az alkalmazott szál átmérőjének, és a maximális tágulása szakadásnál legalább 20 %.



5. A 3. igénypont szerinti aszimmetrikus membrán, **azzal jellemezve, hogy** a fonat (30) különálló szálaból (31) van szöve szabványos, rombuszszerű vagy „herkules” szövésével.
6. Üreges, szálas, aszimmetrikus féligáteresztő membrán, amely tartalmaz
  - (i) makroporózus perforált csőszerű tartóelemet, amelynek van egy külső felülete (34) és
  - (ii) polimer filmet, amely egy olyan reakciótermék, amely (a) komplex poliviniliden difluorid (PVDF) égetett  $\alpha$ -alumínium-oxid részecskékből és (b) hidrofil polimerből áll a membrán hidrofil tulajdonságait nyújtandó; és az elsődleges részecske méretek 0,1 – 5  $\mu\text{m}$  méretűek, és legalább 3 tömeg %-ban, de kisebb, mint 50 tömeg %-ban vannak a filmben; és a filmet képező membránt (33) a külső felület (34) hordozza, és a membránnak (33) van egy külső hordozó vagy zárórétege (35), amely egy egységet képez az alatta befele elhelyezkedő mikroporózus rétegekkel (36, 38), amelyekben a pórusuk átlagos átmérője 0,01  $\mu\text{m}$ -tól 0,3  $\mu\text{m}$ -ig terjed úgy, hogy nyitott kapcsolatban vannak egymással, **azzal jellemezve, hogy** rugalmas makroporózus csőszerű fonat (30) 16 – 60 különálló szálaból (31) van kialakítva, amelyek mindegyike a saját hordozóján van, mindegyik szál (31) több elemi szálas szálként van kiképezve, és 150 – 500 denes, és mindegyik több elemi szálas szál 25 – 75 elemi szálaból van összeállítva úgy, hogy mindegyik elemi szál 0,5 – 7 denes, magát a fonatot 1 – 3 több elemi szálas szálvéggel állítjuk össze 30 – 45 felvetőszállal, és a fonatnak a levegő-permeabilitása 1 – 10  $\text{cm}^3/\text{sec}/\text{cm}^2$  1378 kPa nyomáson.
7. A 6. igénypont szerinti üreges szál, **azzal jellemezve, hogy** makroporózus perforált csőszerű fonatként (30) van kiképezve, amelynek stabil elő-hőkezelt zsugorítási hossza van, amely 1 – 20 %.
8. A 7. igénypont szerinti üreges szál, **azzal jellemezve, hogy** az elemi szálakat szintetikus gyantából állnak, amelyek poliésztert vagy poliamidot tartalmazó csoportból vannak kiválasztva.



9. A 7. igénypont szerinti üreges szál, **azzal jellemezve, hogy a fonat (30) hosszirányba előfeszített, és a megnyúlása a szakadásnál 10 – 30 %.**
10. A 8. igénypont szerinti üreges szálás membrán, **azzal jellemezve, hogy a belső átmérője nagyobb, mint 0,5 mm, a külső átmérője kisebb, mint 3 mm, és a falvastagsága 0,2 – 1 mm.**
11. A 10. igénypont szerinti csőszerű fonat, **azzal jellemezve, hogy az egyes szálak (31) szabványos, rombuszos vagy „herkules” minta szerint vannak szőve.**

A meghatalmazott:

DANUBIA  
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft  
**Kovács Kinga**  
szabadalmi ügyvivő

melletti; 4 lapos rajz (6 db a'ban)

U

30201735

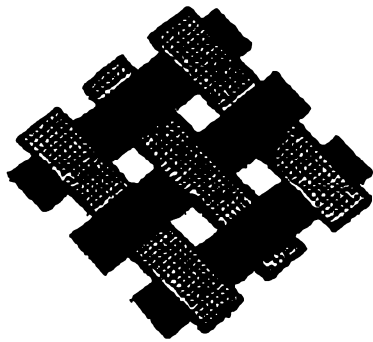
KÖZZÉTÉTELI  
PÉLDÁNY



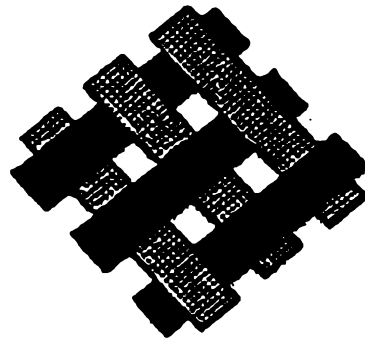
WO 00/78437

1/4

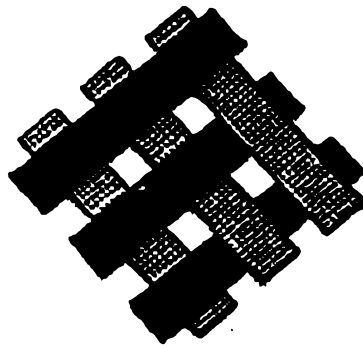
PCT/CA00/00640



1A ábra



1B ábra



1C ábra

P020735

WO 00/78437

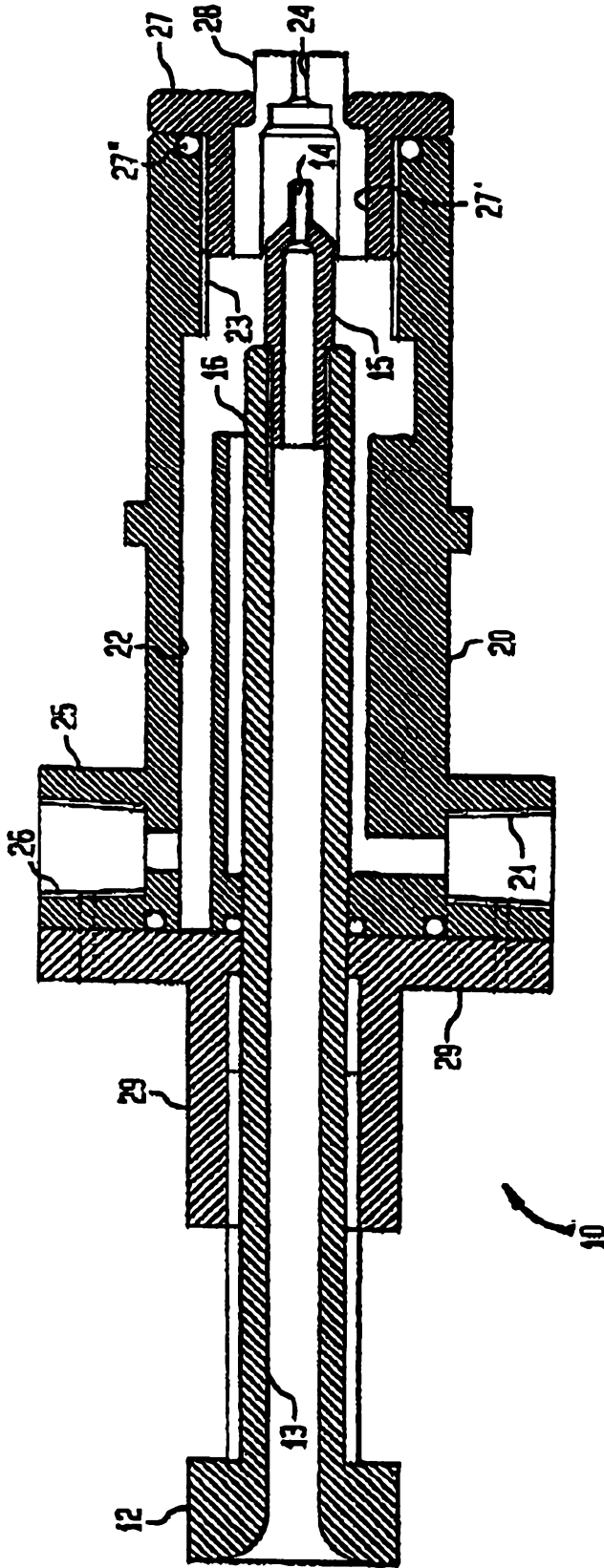
# KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

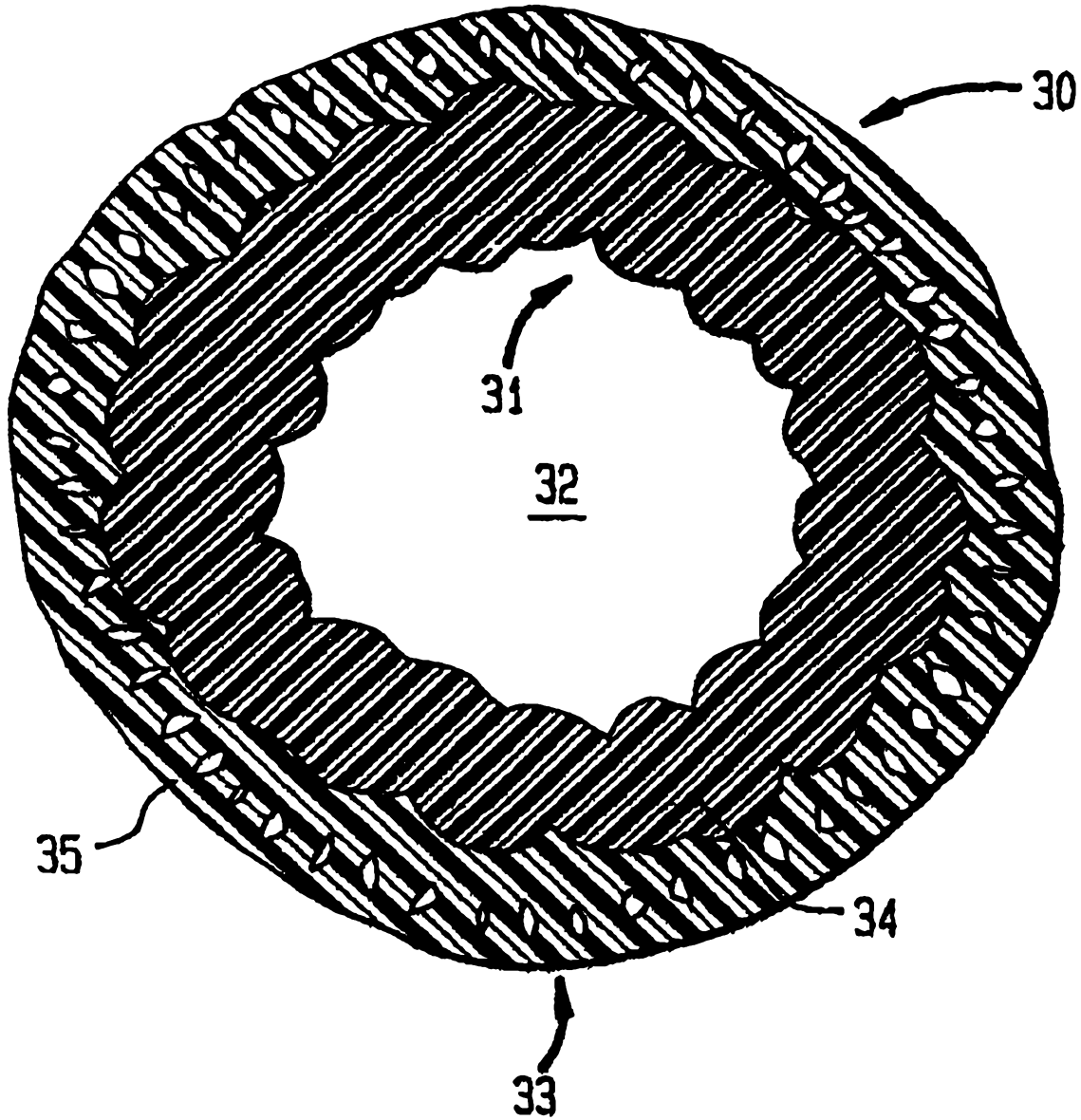
2/4



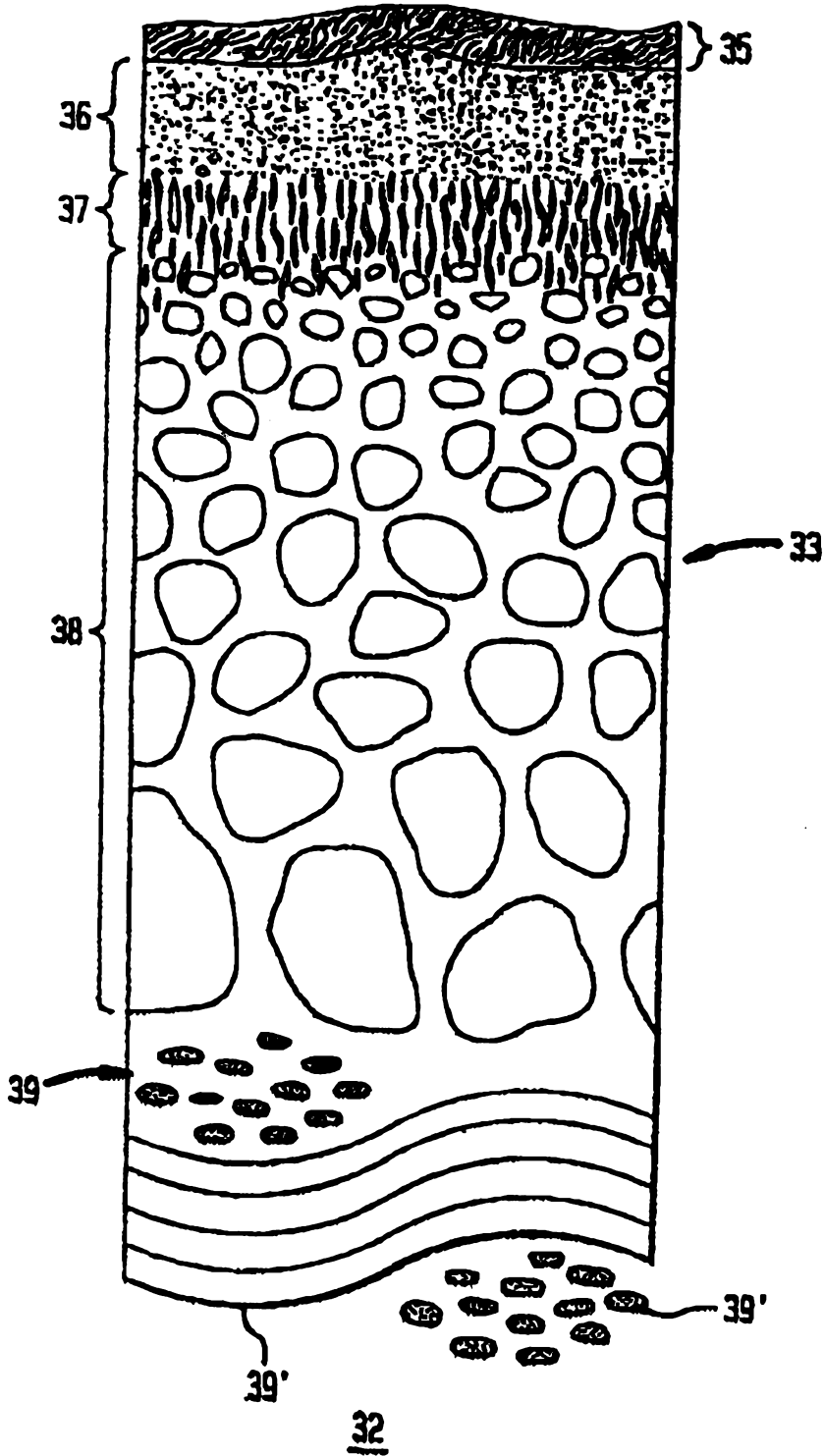
PCT/CA00/00640

2 ábra





3 ábra



4 ábra