

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶



[12] 发明专利说明书

B01D 69/10

B01D 71/36

B01D 39/16 B32B 5/24

[21] ZL 专利号 93114854.5

[45]授权公告日 1998 年 6 月 10 日

[11] 授权公告号 CN 1038655C

[22]申请日 93.10.12 [24]颁证日 98.3.12

[21]申请号 93114854.5

[73]专利权人 日本戈尔-特克斯株式会社

地址 日本东京

[72]发明人 Y·最上 A·森谷

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 杨丽琴

[56]参考文献

EP395331A 1990.10.31 B01D35/06

EP506858A 1992.10.7 A41D13/00

EP5108474A 1992.4.28 B01D46/12

审查员 00 00

权利要求书 1 页 说明书 11 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 复合过滤材料

[57]摘要

过滤用的层状复合材料，它有一过滤层、一缓冲层和一支撑层。缓冲层比支撑层更可压缩和更可拉伸，并传递强度且使复合材料具耐用性。

权 利 要 求 书

1.一种复合过滤材料, 它包括按以下顺序放置成层的材料:

(a)多孔支撑层, 它是合成聚合物纤维的机织薄板或非机织薄板的多孔支撑层;

(b)多孔缓冲层, 它是合成聚合物纤维非机织薄板的多孔缓冲层, 其可伸性和可压缩性比所述支撑层更大,

(c)过滤层, 它是多孔的聚四氟乙烯薄膜的过滤层;

上述各层在平行叠层的相互关系上有相邻的表面;

上述各层分别通过分立的第一粘接和第二粘接粘合;

所述第一粘接由所述支撑层通过所述缓冲层的整个厚度延伸至所述过滤层, 使得所有三层于第一粘接位置全部粘合在一起,

上述第一粘接彼此是分开的, 其间距为 5mm 或小于 5mm;

所述第二粘接只形成于各相邻层表面之间, 而且只粘合各相邻层的表面,

所述第二粘接位置位于上述各个第一粘合位置之间的间隙中, 而且各个第二粘接位置彼此分开, 其距离为 1mm 或小于 1mm。

2.根据权利要求 1 所述的复合过滤材料, 其中, 所述支撑层和缓冲层的合成聚合物纤维是聚丙烯纤维, 以及

所述多孔聚四氟乙烯薄膜是一多孔膨胀的聚四氟乙烯。

3.根据权利要求 1 所述的复合过滤材料, 其中各层通过热熔融而粘合。

4.根据权利要求 2 所述的复合过滤材料, 其中各层通过热熔融而粘合。

复合过滤材料

本发明涉及用于过滤的复合物品，具体地说，本发明涉及在液体过滤设备中使用的一种层状复合材料。

在本技术领域周知纺织布、网状物或毛毡之类的过滤材料，已用于如压滤器、转鼓式过滤机、运输带式过滤机等工业液体过滤设备中，所使用的上述过滤材料，常常带硅藻土、珍珠岩、纤维素纤维、石膏等预涂层，以便实现最佳的滤液净化、减少滤布堵塞事故和提供允许较长操作周期的可再生的过滤介质。

过滤材料所需具有的性能是粒状物滞留在表面上（对深度）、高流速、良好的滤饼排出性能、抗堵塞、易清洗（对需要处理的预涂层介质）、最大的滤液净化度和最小的滤饼杂质。另外，过滤材料的强度、耐用性、对设备和工艺条件的尺寸稳定性和对过程的化学稳定性也是重要的。

不管怎样，所使用的这些过滤材料带或不带——预涂层，常常在它们所要求的满意的相对立的性质方面会遭到困难。例如，当不用预涂层时，为了从含细颗粒的料液中得到清滤液，滤布或滤毡必须相当紧固和致密，这将损害滤速、滤饼的排出性能和耐堵塞性。而且，在过滤材料上捕集的粒状物的清洗或除去时费时，费钱，且常常无效。当所使用的过滤器借助使用预涂层使过滤速度、滤液清晰度、耐堵塞能力、操作持续时间和滤

饼的排除显著改善时，仍然可遇到其它的一些问题。在过滤材料上的助滤预涂层是一附加步骤，需要附加的材料、方法和设备。同样，过滤的粒状物可能与过滤器的过滤材料上的涂层材料（助滤材料）混合，或被其污染，这就导致在分离和回收它们发生困难并且费钱，或者为此要增加废物处理操作。

为了克服这些问题中的某些问题，已经开发出了表面过滤材料和技术。在某些情况下，表面过滤材料是与上述相同的改性了的，改变了它们表面孔隙率的材料，例如，通过热处理或加压整平表面。通常，包括层压在支撑材料或底衬材料上的微孔过滤膜。表面过滤膜能提供高的过滤速度、良好的滤液清晰度、良好的滤饼排出和良好的耐堵塞能力。但是，它们较脆，而且可能被清洗所使用的方法或滤饼除去如刮削、液体冲洗或漂洗、流体流动的反脉冲或其它的物流的中断方法等造成物理方面的损伤。因此，表面过滤材料的寿命常常较短，它的效率受要求延长其使用寿命的操作的限制。

表面过滤膜材料可以选自各种各样的多孔塑料材料，包括聚烯烃类、聚氨酯类、聚酯类、聚酰胺类、含氟聚合物、和其它的合成聚合材料。膜可以层压到载体材料上，以帮助它们经受得住在使用和它们将被使用的有关设备和过程处理中的苛刻条件。支撑材料通常是纺织的毛毡或机织织物，通过本技术领域内众所周知的如粘合或多层的直接热合等方法将膜层压在它们上面。用于支撑材料的毛毡和织物可以是上面列举的合成的有机聚合物，或玻璃纤维、陶瓷纤维等无机材料。

本发明的目的在于，提供一种用于液体过滤的层状复合材料，它在长期使用中具有优越的过滤效率和滤饼排出性能，而且，耐损伤，因此在处理和使用期间能保持优异的耐用性。

本发明提供的一种复合过滤材料依次包括如下几层：

(a) 一合成聚合纤维的机织薄层的多孔支撑层，

(b) 一合成聚合物纤维的非机织薄层的多孔缓冲层，比支撑层更可延伸和可压缩，和

(c) 一多孔的聚四氟乙烯膜的过滤层。

在一个优选实施例中，支撑层粘合到缓冲层的一个表面上，而过滤层粘合到另一表面上。

在另一个优选实施例中，过滤层粘合到缓冲层的一个表面上，而这样形成的组合件相连接，并仅在各边与支撑层密封。

图 1 (a) 是示意地描述水流耐用性压力试验的试验装置。

图 1 (b) 是描述水流耐用性压力试验的试验周期。

过滤层是合成聚合物的多孔薄膜或多孔膜，它的孔径一般为 $0.01-50\mu\text{m}$ ，厚度为 $20-500\mu\text{m}$ ，和孔容积为 $50-98\%$ 。多孔膜可以从多种聚合物中任一种来制备，例如，它是聚烯烃、聚碳酸酯、聚氨酯、聚氯乙烯、聚酯、聚酰胺和含氟聚合物。从它们的化学惰性，释出性质、和强度方面来考虑。含氟聚合物的多孔膜是优选的，例如聚四氟乙烯 (PTFE)、乙烯/四氟乙烯的共聚物 (ETFE)、聚偏氟乙烯 (PVDF)、四氟乙烯/六氟丙烯共聚物 (FEP) 和四氟乙烯/（全氟烷基）乙烯醚的共聚物 (PFA)。最优选的是聚四氟乙烯的多孔的扩张膜，它有相互连结的结点和细纤维的结构，而且是按 U. S. 专利 3,953,566 制备。

憎水聚合物例如含氟聚合物，聚烯烃等的多孔膜，抗穿透并有水通过它们的通道，可以通过亲水性处理，使它们在水溶液体系中可有效地用作过滤材料。通常的做法是在多孔膜的孔的内表面涂覆亲水剂，例如可以使用一种表面活性剂。可以使用的其它的适宜的亲水剂在 U. S. 专利 5,130,024 中作过描

述,本文结合参考。这种亲水剂是通过含氟的烯化了的(ethylenically)未饱和单体和含亲水基团的非氟化乙烯基单体的共聚作用来制得亲水共聚物。

缓冲层是合成聚合物纤维的多孔层,插入过滤层与支撑层之间,并一侧与过滤层粘合,而在另一侧与支撑层粘合。由于它的物理性能和附着到过滤层与支撑层的方法,缓冲层提高了从过滤层上排出滤饼的性能,减少了过滤层的损伤,因此,大大地增加了材料的有效工作寿命。例如,缓冲层的可压缩性和伸长性在提供吸收,分配由机械的刮削、液体的冲洗或漂洗及在连续清洗或滤饼排出期间液体的反脉冲所产生的对过滤层的冲击、振动和应力的能力方面都是重要的。

缓冲层可以是合成聚合物纤维的毛毡布(felt Cloth),或优选合成聚合纤维的非机织布。该纤维可选自许多聚合物中。包括聚乙烯、聚丙烯,或其它的聚烯烃,以及聚酰胺、聚酯、聚氨酯、聚氯乙烯、聚四氟乙烯或其它的含氟聚合物;只要它们可以生成所要求性质的材料就行。纤维优选聚烯烃,更优选聚丙烯纤维。

缓冲层材料的名义孔径应在 $10-1000\mu\text{m}$,优选在 $50-500\mu\text{m}$;而孔容积在 $30-98\%$,优选 $50-98\%$ 。缓冲层材料的厚度应为 $0.1-10\text{mm}$,优选 $0.1-3\text{mm}$;而缓冲层的重量在 $10-500\text{g}/\text{m}^2$,优选 $20-300\text{g}/\text{m}^2$,更优选 $20-100\text{g}/\text{m}^2$ 。

给出的缓冲层材料的孔径值,由于材料的不规则结构,仅是近似值。它们是通过材料表面的显微镜的检验和测量表面的纤维之间的距离而得到的。

在 z ——方向上,即垂直于层的平面方向上,缓冲层材料必须有低于支撑层材料的弹性正割抗张模量和弹性正割抗压模

量。也就是说，通过施加力，拉伸或压缩缓冲层材料得到它初始尺寸一百分数比要求拉伸或压缩支撑层材料得到它的初始尺寸的相同百分数所施加力要小。为此，上述定义的有抗张和抗压特性的材料与相比较的材料比较，被称为是有较高的压缩性和较高的拉伸性的材料。

缓冲层应当是明显可压缩的，即通过将 $1.0\text{kg}/\text{cm}^2$ 的压缩载荷施加到它的表面上，其压缩量为原来厚度的5—50%，优选20—40%。在制备（机器—方向）的平面方向和在制备的横轴方向（横向），缓冲层材料应当是明显可拉伸的，即通过将 $1.0\text{kg}/\text{cm}^2$ 的拉伸应力施加到1mm厚的试样上，材料的伸展量为0.1—20%或更多，优选它原来的长度2—10%。

支撑层材料是一多孔的高刚性的材料，比缓冲层材料更耐尺寸的变化。支撑层材料可以是机织的或非机织的合成聚合物纤维薄层，拉伸强度为20—800kg/3cm—宽度。这里所用的机织的薄层是指一般的纺织纤维和机织纤维形成相对的开孔结构或网眼制造的材料。纤维可为单丝或多丝纱，纤维的直径为1—2000 μm ，优选10—800 μm 。支撑层的厚度为0.1—10mm，优选0.5—3mm。支撑层材料可以从多种聚合物的任意一种来制造，包括如聚烯烃，聚碳酸酯、聚氯乙烯、聚酯、聚酰胺和含氟聚合物，根据应用中所要求的强度，耐化学品性能和耐热性来选择。优选的支撑层材料是聚烯烃纤维的机织薄层，更优选聚丙烯纤维。

各层的迭合以形成本发明的复合材料是通过将层与层粘合起来的方式实现的，达到了良好的层间粘合，使由粘合位置堵死的表面积减至最小。层间粘合强度应当为100g/3cm—宽度或更高，是通过标准的剥离试验方法测定的。粘接位置应占表面

积的 50% 或更少，优选 2—20%。

层与层的迭合可以使用本技术领域内众所周知的通用方法、设备和材料，例如可以使用粘合剂。适宜的粘合剂材料可以找到，但是不限于由热塑性塑料、热固性塑料或反应固化聚合物 (reaction Curing Polymers) 组成的这些类。粘合剂可以施加到待迭合的材料表面，例如，通过刷涂、涂覆、或喷涂的方法；而材料的连接使用标准的迭合设备。

层与层迭合的优选方法使用热熔融技术粘合各层，因此开发了第一和第二层间粘接位置。本文使用的第一粘接位置是所有三层都粘接在一起的粘接位置，而且是连续的经过缓冲层材料。本文所使用的第二粘接位置是两层仅在一表面区域粘合的粘接位置，例如在缓冲层材料的一个表面纤维与过滤层或支撑层相邻表面接触，而且不是连续的经过缓冲层材料。邻接第一粘接位置间的距离应当为 5mm 或更小，而第二粘接位置间的距离应为 1mm 或更小，优选 0.2mm 或更小。

第二粘接位置位于第一粘接位置之间的间隔或空隙中，只作用各自层的表面区域，因此，对缓冲层材料的可压缩性和可拉伸性的影响很小，但是显著地提高了复合过滤材料层间的粘接强度。第二粘接位置，由于它们的出现频率和定位，在伸展和分散冲击及将应力传递给过滤膜并将其通入可压缩与可拉伸的缓冲层材料方面也非常有效，这样就缓冲和防止了对过滤层材料的损伤。同样，第二粘接位置在缓冲层/支撑层介面伸展并分散冲击且通过支撑层将应力传递给缓冲层，由于缓冲层材料比支撑层材料更可压紧和拉伸，就基本上防止了冲击和应力对过滤层的影响。

通过同时施加热和压力到待连接的材料上，实现了通过热

熔融使层与层迭合。这可以使用一般的设备，例如用热板压或通过已加热金属辊表面和硅橡胶辊表面间夹紧材料等。在选定的位置对材料施加较高的压力以产生第一粘接位置，在该位置熔化的材料连续的通过缓冲层。这可以通过利用机织支撑层材料的特性来进行。例如，机织支撑层材料可以有织物图案，在它的表面内生成有规则的间隔的高斑点。当已迭合的材料在压板或辊之间加压时，机织支撑层材料高斑点压缩更可压缩的缓冲层材料比在邻接区域和连续通过缓冲层的熔合材料的第一粘接位置所形成的达更大的程度。同时，在施加较小压力的第一粘接位置之间的区域中形成了第二粘接位置。可选择地，当迭合的支撑层材料有相对平的表面而没有高的斑点时，可以使用有突出点或其它凸起区域的辊或压板表面，以形成第一粘接位置。

上述的实施方案包括一复合过滤材料，其中每层的表面粘接相邻层的表面上，在第二个实施方案中，过滤层与缓冲层迭合，并如上述粘接，这样形成组件。该组件然后连接，并只在边缘封合到支撑层上。该组件和支撑层可以连接，并在其边缘用粘合剂或通过热熔合密封，例如，火焰粘接；或本技术领域内已知的其它方法。这个实施方案在支撑层和缓冲层之间提供了一个空间，该缓冲层甚至可用于分散空气或液体回流所生成的压力，以促进从过滤层的表面排出滤并。

试验方法

水流耐用性压力试验

本试验通过高压水的脉冲流所引起的作用来迅速地测定过滤材料的耐用性。试验设备示于图 1 (a) 且图 1 (b) 描述了试验压力的周期。

参看图 1 (a), 一试验样品安装在 47mm 的标准过滤器夹持器 1 上。过滤器夹持器的入口与一高压泵 2 (型号 LS—47HP, 由 Advantec 公司制造) 连接。水 3 由泵从容器 4 经入口管 5 吸入。在选定的试验压力下, 泵送的水通过试验样品。连接过滤器夹持器 1 的出口管是回流管 6, 它使水循环并返回容器 4。

对间歇——流耐用性测试的样品是这样安装在过滤器夹持器上, 使过滤层在上游 (高压) 侧。泵以 60 秒的试验周期的方式运行, 在此周期内, 水流经过样品发生 55 秒。传递水压力提高到 2.45Mpa ($25\text{kg}/\text{cm}^2$), 并维持 30 秒钟, 然后降低到 0 表压, 使无水流 5 秒。该试验周期在图 1 (b) 示出。

试验继续进行直至 120 秒的周期完成, 此后, 样品拆除检查。由于泵产生的热, 使试验水的温度升高到 40—60℃。

过滤试验

在本试验中, 过滤材料是用含 2% (wt) TiO_2 的颗粒的名义直径为 0.45 μm 的含水悬浮液进行。

试验设备是由 5 板的实验压滤器组成, 其中安装了五个 10cm×10cm 的过滤材料样品。一隔膜泵泵送试验液体通过压滤器。为除去滤饼和目测过滤材料过滤周期性地停止, 在过滤开始后过滤速率和滤液清晰度也在短暂间隔里测定。滤液流速以 60 秒的周期收集滤液, 间隔测量。滤液的浊度测量是按测定滤液清晰度的相同间隔进行。

例 1

本发明的层状复合材料是按如下制备:

多孔膨胀了的聚四氟乙烯膜, 名义孔径 0.2 μm , 厚度约 40 μm , 孔容积约 85%, 用作过滤层材料。

聚丙烯纺粘型非织造布 (型号 D28, 由 Fukusuke 公司制

造) 用作缓冲层。这种非织造布由聚丙烯长丝组成, 该长丝芯子的熔点为约 180°C , 而表面层的熔点为约 175°C , 在接触长丝的表面层外熔化——粘接。非织造聚丙烯布重约 $28\text{g}/\text{m}^2$, 厚度约 1mm , 孔容积约为 97% 。

在机器方向和横向用多纤维的聚丙烯纱纺织的机织织物用作支撑层。机织织物的厚度约 1mm , 空气渗透率 $13\text{cc}/\text{cm}^2/\text{秒}$ 。机器方向的拉伸强度为 $310\text{kg}/3\text{cm}$ —宽; 横向拉伸强度为 $160\text{kg}/3\text{cm}$ —宽。

利用热熔合法, 通过将它们通入加热的金属辊表面和硅橡胶辊表面的夹, 使层与层之间迭合在一起。过滤层的已膨胀的聚四氟乙烯膜接触热辊表面。已加热辊的温度为约 180°C , 线速约 $6\text{米}/\text{分}$, 夹的压力为约 294KPa ($3\text{kg}/\text{cm}^2$)。在过滤层的粘接表面上相邻的粘接点的距离平均约 0.2mm , 不超过 0.5mm 。

过滤层和缓冲层间的粘接强度约 $250\text{g}/3\text{cm}$ —宽, 缓冲层与支撑层间的粘接强度为 $150\text{g}/3\text{cm}$ —宽。

对比例 1

一般的表面过滤材料中是将表面过滤膜直接迭合到支撑层上来制备, 以便与上述例 1 中本发明的物品比较。

由例 1 的过滤层和支撑层材料组成的对比过滤材料是如例 1 描述的那样迭合, 形成在过滤层和支撑层之间没有缓冲层的 2—层表面过滤材料。

例 1 的过滤物品和对比例 1 的过滤物品都进行亲水处理, 以便用水溶液测试它们。例 1 的物品和对比例 1 的物品都用 1% 的亲水共聚物 ($80\text{mol } \%$ 的聚乙烯醇/ $20\text{mol } \%$ 四氟乙烯) 的溶剂混合物的溶液涂覆。该溶剂混合物是由 4 份 (重量) 甲醇与 1 份乙醇组成的。

从例 1 与对比例 1 的物品材料得到如上述的流动压力试验。在试验后，检测材料表明例 1 的物品经受住了试验，没有任何损伤。而对比例 1 的物品的机织支撑层被迫凹陷，在试验区（约 17cm^2 ）有 50 个以上的小洞，不适于过滤使用。然后，例 1 和对比例 1 的物品的材料进行上述的过滤试验。起初，两个试验的滤液清晰度均在 20ppm 或更小的粒状物范围，且流速基本上相同。但是，到试验完成 50 小时后，两种材料间的滤液清晰度和滤液流速出现了显著地差别。结果示于表 1 和 2。

表 1

过滤速率 ($\text{m}^3/\text{m}^2/\text{时}$)

试验时间(时)

	<u>50</u>	<u>100</u>	<u>200</u>	<u>400</u>	<u>500</u>
例 1	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4
对比例 1	1.1	1.0	0.9	0.9	0.8

表 2

清澈度 (ppm)

试验时间(小时)

	<u>50</u>	<u>100</u>	<u>200</u>	<u>400</u>	<u>500</u>
例 1	10	10	10	10	10
对比例 1	100	100	110	120	130

在表 1 和 2 中所示的每一时间间隔，过滤临时停止，以排出滤饼。记录每个时间中断过滤，从两种试验材料的表面完全排出滤饼。而发现对比例 1 的材料表面受到了损伤。检查对比例 1 的材料表面，发现在表面上有许多小洞，以及脱层的区域过滤层从支撑层上剥落下来。而且，表 1 和 2 中的数据表明，通过对比例材料的流速损失较大，且滤液的清晰度显著降低。

对比例材料的过滤性能变坏认为是由材料所观察到的损伤引起。通过表面上小洞的一些粒状物也将通过支撑层,因此,使滤液的清晰度降低。同时,粒状物将聚集在支撑层,并开始堵塞支撑层,由此使滤液的流速降低。

检查例 1 的本发明的层状复合过滤材料表明材料未受损伤。表 1 和 2 的数据清楚地表明处于试验过程的材料的过滤性能没有改变。

例 2

本发明的层状复合材料制备如下:

多孔膨胀的聚四氟乙烯膜的厚度约 $30\mu\text{m}$,孔容积为约 90%,将其用作过滤层。

纺粘型非织造聚丙烯布如例 1 中所描述,用作缓冲层。

在机器方向和横向都是用单丝聚丙烯纤维纺织的机织织物用作支撑层。该织物织成缎纹织造图案,空气的渗透率为 $75\text{cc}/\text{cm}^2/\text{秒}$ 。

过滤层和缓冲层的材料迭合在一起形成一个组件。层与层使用热熔合法通过将它们通入加热的金属辊表面和硅橡胶辊表面之间的夹粘接在一起。过滤层膨胀的聚四氟乙烯膜与加热辊表面接触。加热辊的温度为约 180°C ,线速约 3 米/分,夹的压力约 $294\text{KPa}(3\text{kg}/\text{cm}^2)$ 。在过滤层和缓冲层的粘接表面上粘接相邻点间的距离平均为 0.2mm,不超过 0.5mm。过滤层和缓冲层间的粘接强度约 $150\text{g}/3\text{cm}$ —宽。然后将迭合的组件连接并通过火焰结合使边缘与支撑层封合,这样就形成了有一个大的区域的层状复合过滤材料,而在缓冲层和支撑层间没有层间粘接。

说明书附图

图 1(a)

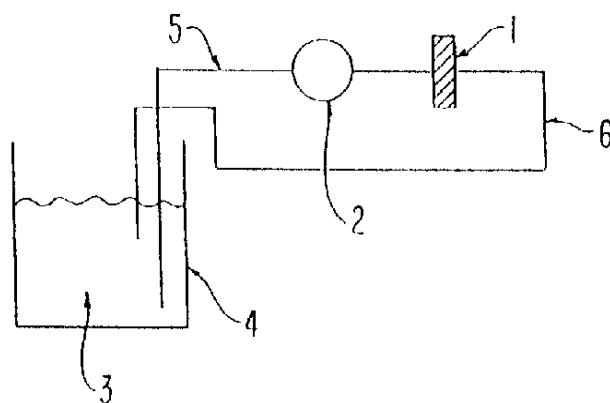


图 1(b)

