



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 101 02 744 C5** 2008.09.18

(12)

## Geänderte Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **101 02 744.3**  
(22) Anmeldetag: **22.01.2001**  
(43) Offenlegungstag: –  
(45) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: **30.12.2004**  
(45) Veröffentlichungstag  
des geänderten Patents: **18.09.2008**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **B01D 69/00** (2006.01)  
**G01N 31/22** (2006.01)

Patent nach Einspruchsverfahren beschränkt aufrechterhalten

(73) Patentinhaber:  
**Sartorius Stedim Biotech GmbH, 37079 Göttingen,  
DE**

(74) Vertreter:  
**Müller-Boré & Partner, Patentanwälte, European  
Patent Attorneys, 81671 München**

(72) Erfinder:  
**Beer, Hans, Dr., 37136 Waake, DE; Froese, Klaus,  
37181 Hardegsen, DE; Knöchelmann, Lothar,  
37574 Einbeck, DE; Piechocki, Duane B.,  
Pleasantville, N.Y., US**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:  
**NICHTS ERMITTELT**

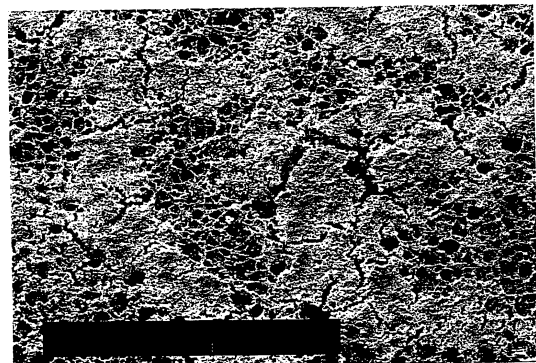
(54) Bezeichnung: **Oberflächenveredelte Membran sowie Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung der Membran**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Herstellung einer oberflächenveredelten Membran auf Cellulosebasis, umfassend die Schritte:

(a) Bereitstellen einer Rohmembran (6) aus einer Membrangießlösung durch Phaseninversion in einem Verdunstungsverfahren und

(b) vor dem Trocknen der erhaltenen Membran (6) Entfernen von Verunreinigungen auf mindestens der Seite der Rohmembran (6), von der im Schritt (a) beim Verdunstungsverfahren das Lösungsmittel verdunstet ist, wobei der Schritt (b) das Inkontaktbringen der von Verunreinigungen zu befreienden Seite der Membran mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln, wobei die Verunreinigungen mittels eines Reinigungsfluids entfernt werden, wobei das Fluid eine Flüssigkeit, wobei die Verunreinigungen mittels eines Flüssigkeitsstrahls unter Druck entfernt werden, oder ein Gas, wobei die Verunreinigungen mittels eines Gasstroms unter Druck entfernt werden, ist, und/oder

einer oder mehreren Reinigungseinrichtungen, wobei die Reinigungseinrichtung(en) einen oder mehrere Abstreifer (3) und/oder eine oder mehrere Absaugvorrichtungen umfaßt/umfassen, umfaßt.



## Beschreibung

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft eine oberflächenveredelte Membran auf Cellulosebasis sowie ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung der Membran, die insbesondere für diagnostische Schnelltests zur Erkennung spezifischer Analyte in flüssigen Medien verwendbar ist.

### Stand der Technik

**[0002]** Membranen auf Cellulosebasis werden häufig für die Herstellung trockener Reagenzien, insbesondere für Teststreifen in der Analytik und in der medizinischen Diagnostik verwendet (Diagnostikmembranen). So beschreibt das US-Patent 5,628,960 eine derartige durch eine Trägerfolie aus Polyester unterstützte mikroporöse, symmetrische Membran aus einem Polymerblend aus Cellulosenitrat und Celluloseacetat und ihre Herstellung. In den bekannten diagnostischen Schnelltests zur Erkennung spezifischer Analyte, beispielsweise in menschlichen, tierischen und pflanzlichen Organismen, in Lebensmitteln und in der Umwelt, werden aufgrund des erforderlichen hohen Bindevermögens für Proteine und für proteinhaltige oder proteinähnliche Stoffe als Analyte sowie der erforderlichen großen Porenweiten fast ausschließlich Membranen mit einem Hauptanteil an Cellulosenitrat als trockene Reaktionsphase eingesetzt, da diese Membranen als einzige beide genannten Voraussetzungen erfüllen. Diese Membranen werden vorwiegend aus entsprechenden Membrangießlösungen nach dem sog. Verdunstungsverfahren hergestellt, wobei der zugrundeliegende Bildungsmechanismus auf einer Phaseninversion beruht. Nach diesem Verfahren sind Mikrofiltrationsmembranen, die hauptsächlich aus Cellulosenitrat bestehen, mit Porenweiten von etwa 0,01 bis mindestens 12 µm herstellbar. Nachteilig ist jedoch, daß ab einer Porenweite von etwa 0,45 µm und insbesondere bei den üblicherweise für die diagnostische Anwendung genutzten Membranen mit Porenweiten von > 0,45 µm eine ausgeprägte Tendenz zur Bildung von sog. Filterstaub zu beobachten ist, die durch eine unerwünschte fraktionierte Ausfällung des Polymeren in dem Phaseninversionsprozeß hervorgerufen wird.

**[0003]** Die Fraktion des Filterstaubs besteht aus den nicht-membranbildenden, niedermolekularen Anteilen der eingesetzten, im Handel erhältlichen Rohstoffe, welche meist in Form einer mehr oder weniger lockeren Staubschicht oder unregelmäßig geformter Ablagerungen auf der Membranoberfläche und zwar vorwiegend auf der Oberseite der zuvor gebildeten zusammenhängenden Membranschicht ausfallen.

**[0004]** Der Hauptanteil der für diagnostische Zwecke eingesetzten Cellulosenitratmembranen wird in folienunterstützter Form eingesetzt. Heutzutage wer-

den diese Membranen aus ökonomischen Gründen nicht mehr durch Laminieren der Cellulosenitratmembran auf eine kleberbeschichtete Folie, sondern durch Direktbeschichtung einer Folie mit Membrangießlösungen hergestellt (US-Patent 5,628,960). Natürlich ist in diesem Fall das Auftreten von Filterstaub besonders problematisch, da bei derartig hergestellten Membranen ausschließlich die kritische Membranoberseite für die Applikation verwendet werden kann, auf der sich Filterstaub gebildet hat. Diese Ablagerungen stellen aus mehreren Gründen ein ernsthaftes Problem für die bestimmungsgemäße Anwendung in diagnostischen Schnelltests dar. Durch die unterschiedliche strukturelle Beschaffenheit von Membranschicht und Filterstaubaufgabe wandern die auf die Membran bei der Verwendung aufgetragenen flüssigen Proben ober- bzw. unterseits unterschiedlich schnell, so daß zwei separate Lauffronten mit einer breiten, diffusen Zone entstehen. Die Filterstaubaufgabe verzerrt außerdem die Form der aufgetragenen Testlinien und schwächt die Intensität der entstehenden Farbsignale. Dies stellt die unverzichtbare Präzision und Aussagefähigkeit des Tests in Bezug auf die Abbildungsschärfe, Sensitivität, Reproduzierbarkeit und Eindeutigkeit in Frage.

**[0005]** Ein bekanntes Verfahren zur Behebung des vorstehend genannten Problems besteht in der Umfällung der im Handel erhältlichen Rohstoffe zwecks Entfernung der niedermolekularen Bestandteile vor dem Einsatz der Rohstoffe in der Membranherstellung (DE-C1-37 08 946, DE-A1-44 38 381). Nachteilig hierbei ist, daß dieses mehrstufige Verfahren aufwendig, teuer und ineffizient ist.

### Aufgabenstellung

**[0006]** Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zu Grunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Oberflächenveredelung von Membranen auf Cellulosebasis zu schaffen, die in effektiver Weise Membranen liefern, deren Oberfläche keine störenden Verunreinigungen, wie zum Beispiel Filterstaub, aufweisen und die als Diagnostikmembranen einsetzbar sind.

**[0007]** Diese Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen gekennzeichneten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung gelöst.

**[0008]** Insbesondere betrifft eine erste Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur Herstellung einer oberflächenveredelten Membran auf Cellulosebasis, welches die Schritte

- (a) Bereitstellen einer Rohmembran aus einer Membrangießlösung durch Phaseninversion in einem Verdunstungsverfahren und
- (b) vor dem Trocknen der erhaltenen Membran Entfernen von Verunreinigungen auf mindestens der Seite der Rohmembran, von der im Schritt (a)

beim Verdunstungsverfahren das Lösungsmittel verdunstet ist,

umfaßt.

**[0009]** Die Bereitstellung der beispielsweise auf Cellulosenitrat und/oder Celluloseacetat basierenden Rohmembran im Schritt (a) des vorstehend definierten Verfahrens erfolgt durch im Stand der Technik bekannte Verdunstungsverfahren.

**[0010]** Die Entfernung der Verunreinigungen oder Ablagerungen wie Filterstaub erfolgt im Schritt (b) erfindungsgemäß von der Seite der Rohmembran, die beim Verdunstungsverfahren im Schritt (a) während der Verdunstung der Lösungsmittelbestandteile der Atmosphäre ausgesetzt wurde. Bei Membranen, die im Schritt (a) mit einer folienunterstützten Unterseite bereitgestellt werden, ist dies vorzugsweise die Oberseite der Membran.

**[0011]** Vorzugsweise umfaßt der Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens das Inkontaktbringen der von Verunreinigungen zu befreienden Seite der Membran mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln und/oder einer oder mehreren Reinigungseinrichtungen. Die Verunreinigungen, z. B. Filterstaub, werden durch den Kontakt beispielsweise der Membranoberseite mit den Reinigungsmitteln/-vorrichtungen von der Membran entfernt, ohne daß eine Beschädigung der Membran auftritt. Die Membranoberseiten werden dabei gleichzeitig homogenisiert.

**[0012]** Um die Wirksamkeit des erfindungsgemäßen Verfahrens zu erhöhen, erfolgt gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des vorstehend definierten Verfahrens die Entfernung der Verunreinigungen, wenn die Membran bereits ausgebildet, aber noch ein Teil des bei der Bereitstellung der Rohmembran verwendeten Lösungsmittels bzw. Lösungsmittelgemischs nicht verdunstet ist, da in diesem Zustand die Feinstruktur der Membran für die Reinigung besser zugänglich ist. insbesondere ist es vorteilhaft, wenn die Entfernung der Verunreinigungen zu einem Zeitpunkt erfolgt, bei dem die Membran noch 5 bis 20 Gew.-%, mehr bevorzugt 10 bis 15 Gew.-%, der ursprünglich vorhandenen Menge des Lösungsmittels bzw. Lösungsmittelgemischs (flüchtige Bestandteile der eingesetzten Membrangießlösung) aufweist.

**[0013]** Als Reinigungsmittel kommen erfindungsgemäß beispielsweise Reinigungsfluide, wie Flüssigkeiten oder Gase, in Frage. Flüssige Reinigungsmittel können z. B. in Form von Spülflüssigkeiten verwendet werden, wodurch die Verunreinigungen durch den eine definierte Zeitspanne andauernden Spülvorgang entfernt werden, z. B. indem die Rohmembran mit festgelegter Geschwindigkeit eine entsprechende Wanne mit darin befindlicher Spülflüssigkeit passiert. Es ist in einer anderen Ausführungsform

auch möglich, die Verunreinigungen von der Rohmembran zu entfernen, indem die Reinigungsflüssigkeit in Form eines unter Druck stehenden Flüssigkeitsstrahls z. B. auf die Oberseite der Membran aufgebracht wird. Dabei wird der Druck des Strahls selbstverständlich derart reguliert, daß eine effektive Entfernung der Verunreinigungen erzielt wird, ohne die Rohmembran durch den auftreffenden Flüssigkeitsstrahl mechanisch zu stark zu belasten.

**[0014]** In ähnlicher Weise kann die Entfernung der Verunreinigungen mit Hilfe eines Gasstroms unter Druck erfolgen, wodurch z. B. Filterstaub weggeblasen wird. Ein bevorzugtes Gas bei dieser Ausführungsform ist Luft.

**[0015]** Bevorzugte Reinigungsmittel, die erfindungsgemäß eingesetzt werden, enthalten Wasser und/oder einen Alkohol, der vorzugsweise 1 bis 6 Kohlenstoffatome aufweist. Beispiele von verwendbaren Alkoholen sind Methanol, Ethanol, Propanol, insbesondere Isopropanol, Butanol, Pentanol und Hexanol. Besonders bevorzugte Reinigungsmittel sind Wasser und Gemische von Wasser und den vorstehend genannten Alkoholen, insbesondere solche Gemische, bei denen das Volumenverhältnis von Wasser zu Alkohol 1:1 bis 20:1, besonders bevorzugt 5:1 bis 15:1, am meisten bevorzugt 10:1, beträgt.

**[0016]** Eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß die Membran mit einem oder mehreren Abstreifern und/oder einer oder mehreren Absaugvorrichtungen als (mechanischen) Reinigungseinrichtungen in Kontakt gebracht wird.

**[0017]** Das erfindungsgemäße Verfahren bietet den Vorteil, daß es flexibel ausgestaltet und den individuellen Anforderungen der jeweiligen Membran angepaßt werden kann, indem einzelne oder mehrere der vorstehend genannten Reinigungsmittel bzw. -einrichtungen oder irgendeine Kombination von diesen bei der Entfernung der Verunreinigungen verwendet werden.

**[0018]** Es sind daher mechanische Abstreifer mit beispielsweise Wischern oder Bürsten, Spülvorrichtungen mit Spülflüssigkeiten, in welche die Membranen eingetaucht und bewegt werden, Saugvorrichtungen bei denen Luft oder eine Spülflüssigkeit über die Membranoberseiten hinweggeströmt und zusammen mit dem Filterstaub abgesaugt werden, Blaskvorrichtungen zur Erzeugung eines Gasstroms oder Vorrichtungen zur Erzeugung eines Flüssigkeitsstrahls, mit welchen die Membranoberseiten von Filterstaub befreit werden, Sprühvorrichtungen für das Aufsprühen von Spülflüssigkeiten auf die Membranoberseiten und dergleichen sowie Kombinationen davon verwendbar.

**[0019]** In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung passieren die Membranen im Schritt (b)

- (i) eine erste und eine zweite Spülvorrichtung zum Inkontaktbringen mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln und
- (ii) einen oder mehrere Abstreifer.

**[0020]** Diese Ausführungsform wird vorteilhafter Weise derart ausgestaltet, daß die Membran unmittelbar nach Verlassen der Membranziehmaschine eine erste Spülvorrichtung, Abstreifer, die in der ersten Spülvorrichtung integriert sein können, und dann eine zweite Spülvorrichtung durchläuft.

**[0021]** Zur Erzielung bestimmter Anwendungseigenschaften werden Membranen auf Cellulosebasis, beispielsweise zur Verwendung in der Diagnostik, in der Regel mit Additiven ausgestattet. Da ein Additivzusatz zur Membrangießlösung negative Auswirkungen auf die Membranbildung haben kann, erfolgt in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung eine Imprägnierung der Membran mit mindestens einem Additiv.

**[0022]** Das Inkontaktbringen mit dem mindestens einen Additiv erfolgt bevorzugt während der Passage der Membran durch mindestens eine, vorzugsweise die letzte Spülvorrichtung, wobei dem Spülmittel ein Additiv zugesetzt wird. Das ist besonders vorteilhaft, weil sich herausgestellt hat, daß durch das Spülmittel in der ersten Spülvorrichtung die Additive von der inneren und äußeren Oberfläche der Membran zumindest teilweise entfernt werden. Dabei werden die Dicke der Membran, die Art und Konzentration der Additive sowie die Verweildauer der Membranen in der letzten Spülvorrichtung, das heißt in den Imprägnierungsbädern so aufeinander abgestimmt, daß eine homogene Verteilung der Additive in der Membranschicht und eine ausreichende Wirkgeschwindigkeit für den späteren bestimmungsgemäßen Einsatz, beispielsweise als diagnostische Membran, gewährleistet werden.

**[0023]** Unter innerer Oberfläche wird die Oberfläche innerhalb der Membranporen verstanden. Unter Additiven werden beispielsweise Substanzen zur Veränderung des Kontaktwinkels und der adsorptiven Eigenschaften der Membranoberfläche, wie zum Beispiel Netzmittel, andere hydrophile beziehungsweise hydrophobe Agenzien, wie feuchtigkeitsregulierende oder pH-Wert-regulierende Mittel (Puffersubstanzen), verstanden. Der Kontaktwinkel oder Randwinkel ist der Winkel eines Flüssigkeitstropfens (meist Wasser) auf der äußeren Oberfläche einer ebenen Membran.

**[0024]** Mit dem vorstehend definierten Verfahren werden insbesondere oberflächenveredelte Membranen bereitgestellt, die eine Porenweite von 0,01 bis 12 µm aufweisen. Besonders bevorzugte Membra-

nen weisen eine Porenweite von > 0,45 µm auf. Von Verunreinigungen freie Membranen mit derartigen Porenweiten waren bisher nicht in effizienter Weise herstellbar.

**[0025]** Die vorliegende Erfindung umfaßt daher in einer weiteren Ausführungsform eine oberflächenveredelte Membran auf Cellulosebasis, die durch das vorstehend definierte Verfahren erhältlich ist. Die erfindungsgemäße Membran eignet sich beispielsweise zur Verwendung in der Diagnostik, insbesondere als diagnostischer Teststreifen.

**[0026]** Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Oberflächenveredelung einer durch Phaseninversion in einem Verdunstungsverfahren hergestellten Membran auf Cellulosebasis, umfassend

- mindestens eine Membranziehmaschine, die zur Erzeugung einer Rohmembran durch Phaseninversion im Verdunstungsverfahren ausgestaltet ist,
- mindestens eine Membranreinigungsvorrichtung, die zum Inkontaktbringen mindestens der von Verunreinigungen zu befreienden Seite der Rohmembran mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln und/oder einer oder mehreren Reinigungseinrichtungen ausgestaltet ist, und
- mindestens einen Membrantrockner,

wobei die Membranreinigungsvorrichtung zwischen der Membranziehmaschine und dem Membrantrockner angeordnet ist.

**[0027]** Eine bevorzugte erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur Oberflächenveredelung der Membranen auf Cellulosebasis, die aus Membrangießlösungen in einem Verdunstungsverfahren durch Phaseninversion erzeugt werden, umfaßt eine Membranreinigungsvorrichtung mit einem oder mehreren mechanischen Abstreifern und/oder Absaugvorrichtungen und einer oder mehrerer Spülvorrichtungen. Wie vorstehend definiert, ist die Membranreinigungsvorrichtung zwischen einer Membranziehmaschine für die Durchführung des Verdunstungsverfahrens und einem Membran(end)trockner angeordnet. Damit ist es möglich, die Membranen mit ihren Oberseiten, die während der Verdunstung der Lösungsmittelbestandteile der Atmosphäre ausgesetzt sind, an den mechanischen Abstreifern und Spülvorrichtungen vorbei- und/oder hindurchzuführen, wobei die Verunreinigungen, beispielsweise Filterstaub, durch Kontakt der Membranoberseiten mit den Abstreifern und den Spülflüssigkeiten der Spülvorrichtungen von den Membranen entfernt werden.

**[0028]** In einer bevorzugten Ausführungsform sind eine erste Spülvorrichtung, wenigstens ein Abstreifer und eine zweite Spülvorrichtung vorhanden. Die ers-

te Spülvorrichtung ist vorzugsweise unmittelbar nach der Membranziehmaschine angeordnet und besteht aus mindestens einer Spülwanne mit Spülflüssigkeit und Umlenkwalzen für den Membrantransport, welche derart angeordnet sind, daß die Membranen bei Passage der Spülvorrichtung in die Spülflüssigkeit hinein- und herausgeführt werden. Die zweite Spülvorrichtung besteht aus mindestens einer Spülwanne mit Spülflüssigkeit und Umlenkwalzen für den Membrantransport, und ist vorzugsweise unmittelbar vor dem Membrantrockner angeordnet. Als Spülflüssigkeiten werden, wie vorstehend ausgeführt, beispielsweise Wasser und wässrige Lösungen oder Wasser/Alkohol-Gemische verwendet.

**[0029]** In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird zum gleichzeitigen Inkontaktbringen der Membran mit einem Additiv der Spülflüssigkeit, beispielsweise Wasser oder einem Wasser/Alkohol-Gemisch, die in der vor dem Membrantrockner angeordneten Spülwanne vorliegt, mindestens ein Additiv, z. B. ein Netzmittel, zugesetzt.

**[0030]** Die mechanischen Abstreifer bzw. die Absaugvorrichtungen reichen vorzugsweise mindestens über die gesamte Breite der Membran. Eine vorteilhafte Ausgestaltung einer Absaugvorrichtung besteht aus einer über der Oberseite der Membran angeordneten, einen Unterdruck erzeugenden Vorrichtung mit einem Absaugschlitz.

**[0031]** Die Abstreifer verfügen gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform über elastische Abstreiferelemente und sind so angeordnet, daß die Abstreiferelemente über die Oberseite der Membran streifen, wenn die Membran und die Abstreifer relativ zu den Abstreiferelementen bewegt wird. Dabei werden die Verunreinigungen abgelöst.

**[0032]** Vorzugsweise sind die Abstreiferelemente auf der Mantelfläche einer rotierenden Abstreiferwalze angeordnet, die vorzugsweise in Ziehrichtung der Membran rotiert, wobei die Rotationsgeschwindigkeit größer als die Ziehgeschwindigkeit der Membran ist. Zum Schutz der Membran vor mechanischer Zerstörung kann zusätzlich zur Abstreiferwalze eine Auflagenwalze angeordnet sein, welche die Membran abstützt. Die Membran wird dabei zwischen Abstreiferwalze und Auflagenwalze hindurchgeführt. Die Auflagenwalze rotiert in Ziehrichtung mit einer Geschwindigkeit, die der Ziehgeschwindigkeit entspricht. Unter Ziehgeschwindigkeit wird die Geschwindigkeit verstanden, mit der die Membran in der Ziehmaschine transportiert wird.

**[0033]** In einer anderen Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung wird die Membran direkt über die rotierende oder stehende Abstreifervorrichtung umgelenkt. Besonders geeignet sind Abstreifer, bei denen die elastischen Abstreiferelemente aus

Gummiwischern und/oder Borsten bestehen. In einer weiteren Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind die Abstreifer in der ersten Spülvorrichtung integriert. Wenn es sich bei den oberflächenveredelten Membranen um Diagnostikmembranen handelt, die auf einer Trägerfolie aufgebracht sind, kann die erfindungsgemäße Vorrichtung nur einen Abstreifer aufweisen, der vorzugsweise oberhalb der Spülflüssigkeit der ersten Spüleinrichtung angeordnet ist. Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung sind die Abstreifer mit Düsen zum Aufsprühen von Spülflüssigkeit auf die Abstreiferelemente ausgerüstet, um anhaftende Verunreinigungen von den Abstreiferelementen zu entfernen.

**[0034]** Die Erfindung wird nachstehend anhand von Figuren und Beispielen näher erläutert.

**[0035]** Dabei zeigt

**[0036]** [Fig. 1](#) eine rasterelektronenmikroskopische (REM-)Aufnahme (Vergrößerungsfaktor 400) der Oberseite einer in Direktbeschichtung hergestellten, folienunterstützten Membran mit Filterstaubauflage ohne Oberflächenveredelung,

**[0037]** [Fig. 2](#) eine REM-Aufnahme (Vergrößerungsfaktor 400) der Oberseite einer erfindungsgemäßen folienunterstützten Membran und

**[0038]** [Fig. 3](#) eine schematische Darstellung einer spezifischen Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

**[0039]** Gemäß [Fig. 3](#) besteht die erfindungsgemäße Vorrichtung aus einer Membranreinigungsvorrichtung (1) mit einer ersten Spülvorrichtung (2), einer rotierenden Bürste als mechanischem Abstreifer (3) und einer zweiten Spülvorrichtung (4). Die Spülvorrichtungen (2) und (4) sind mit Umlenkwalzen (5) zur Führung der Membran (6) ausgerüstet.

**[0040]** Die Membranreinigungsvorrichtung (1) ist zwischen einer Membranziehmaschine (7) für die Durchführung des Verdunstungsverfahrens und einem Membrantrockner (8) angeordnet. Die erste Spülvorrichtung (2) ist unmittelbar nach der Membranziehmaschine (7) angeordnet und besteht aus einer Spülwanne (9) mit einem Auslaß für Spülflüssigkeit (10). Für die Zuführung frischer Spülflüssigkeit sind Sprühdüsen (11, 12) zum Besprühen des Abstreifers (3) und der die erste Spülvorrichtung (2) verlassenden Membran bereitgestellt. Die zweite Spülvorrichtung (4) besteht aus zwei Spülwannen (13, 14), die durch eine Trennwand (15) unterteilt sind, welche die Aufgabe hat, ein Mitschleppen von Verunreinigungen in die Spülwanne (14) zu verhindern. Die mit Additiven versetzte Spülflüssigkeit wird über einen Einlaß (16) in die Spülwanne (14) eingelassen und über den Auslaß (17) aus der Spülwanne (13)

abgeführt.

**[0041]** Zum Schutz der Membran (6) vor mechanischer Zerstörung ist zusätzlich zur Abstreiferwalze (3) eine Auflagewalze (18) angeordnet, welche die Membran (6) von ihrer folienunterstützten Seite (19) her abstützt. Die Membran (6) wird dabei zwischen Abstreiferwalze (3) und Auflagewalze (18) hindurchgeführt.

**[0042]** Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die folienunterstützte Membran (6) unmittelbar nach Verlassen der Membranziehmaschine (7) über die Umlenkwalzen (5) und die Auflagewalze (18) mit der Ziehgeschwindigkeit durch die Spülflüssigkeit der ersten Spülvorrichtung (2) geführt. Dabei wird die Oberseite der Membran (6) von der als Bürste ausgebildeten rotierenden Abstreiferwalze (3) unter Zutritt von Spülflüssigkeit (11) (vorzugsweise Wasser oder ein Wasser/Alkohol-Gemisch) gebürstet, wobei die Verunreinigungen, z. B. Filterstaub, abgelöst und weitgehend entfernt werden. Vor Verlassen der ersten Spülvorrichtung (2) werden die Oberseite der Membran (6) bzw. die Unterseite der Folie (19) mit aus Düsen (12) austretender Spülflüssigkeit von restlichen noch anhaftenden Verunreinigungen gesäubert. Bei der Passage durch die zweite Spülvorrichtung (4), in die vorzugsweise eine mit Additiven versetzte Spülflüssigkeit über den Einlaß (16) eintritt, wird die Membran (6) mit den Additiven imprägniert. Danach wird sie im Trockner (8) getrocknet.

Ausführungsbeispiel

Herstellungsbeispiel 1

**[0043]** Eine im Stand der Technik bekannte Membrangießlösung aus einem Polymerblend von handelsüblichem Cellulosenitrat und Celluloseacetat in einem Lösungsmittelgemisch aus Methylacetat, Alkohol und Wasser wird in einer Membranziehmaschine auf eine Trägerfolie aus Polyethylenterephthalat mit einer Schichtdicke von 100 µm aufgetragen. Die beschichtete Folie wird unter Verdunstung der überwiegenden Bestandteile des Lösungsmittelgemisches zum Ausgang der Ziehmaschine transportiert, wobei unter Phaseninversion die trägerunterstützte Membran entsteht. Die in einem Endtrockner (Dreiwälzenstuhl) getrocknete Membran hat eine Porenweite von etwa 10 µm und weist Filterstaubablagerungen auf der Oberseite auf (Fig. 1).

Ausführungsbeispiel 1

**[0044]** Die nach dem obigen Herstellungsbeispiel 1 erzeugte Membran wird am Ausgang der Membranziehmaschine im noch feuchten Zustand in die in der Fig. 3 schematisch dargestellte erfindungsgemäße Membranreinigungsanordnung überführt. Als Spülflüssigkeit wird Wasser verwendet. Als mechanischer

Abstreifer kommt eine walzenförmige Bürste zum Einsatz, deren Umfangsgeschwindigkeit etwa das 10-fache der Ziehgeschwindigkeit der Membran beträgt. In der zweiten Spülvorrichtung wird die Membran mit einer 0,01 bis 1,5%igen Lösung eines anionischen Netzmittels imprägniert. Abschließend erfolgt die Trocknung der Membran wie im Herstellungsbeispiel 1. Die so hergestellte Membran besitzt ebenfalls eine Porenweite von etwa 10 µm, ist jedoch frei von Filterstaub und anderen Verunreinigungen (Fig. 2). Sie weist bei der Migration mit Testflüssigkeit (Phenolrotlösung) eine Migrationszeit von durchschnittlich 90 s/40 mm mit einheitlicher, gerader Lauffront auf und ergibt bei der Applikation eine präzise, intensiv gefärbte Testlinie. Die Migrationsgeschwindigkeit wurde bei vertikaler Saugrichtung analog DIN 53106 gemessen.

Vergleichsbeispiel 1

**[0045]** Demgegenüber weist die standardmäßig hergestellte, nicht nachbehandelte Membran des Herstellungsbeispiels 1 eine mit Filterstaub bedeckte Oberfläche auf (Fig. 1) und ergibt bei der Migration mit Testflüssigkeit (Phenolrotlösung) eine doppelte Lauffront mit unterschiedlichen Migrationszeiten auf Membranober- bzw. -unterseite und bei der Applikation eine diffuse, schwach ausgeprägte Testlinie.

Bezugszeichenliste

1	Membranreinigungsanordnung
2	(erste) Spülvorrichtung
3	Abstreifer
4	(zweite) Spülvorrichtung
5	Umlenkwalze
6	Membran
7	Membranziehmaschine
8	Membrantrockner
9	Spülwanne der ersten Spülvorrichtung
10	Auslaß für Spülflüssigkeit aus der ersten Spülvorrichtung
11, 12	Sprühdüse
13, 14	Spülwanne der zweiten Spülvorrichtung
15	Trennwand
16	Einlaß für Spülflüssigkeit in die zweite Spülvorrichtung
17	Auslaß für Spülflüssigkeit aus der zweiten Spülvorrichtung
18	Auflagewalze
19	folienunterstützte Unterseite der Membran

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer oberflächenveredelten Membran auf Cellulosebasis, umfassend die Schritte:

(a) Bereitstellen einer Rohmembran (6) aus einer Membrangießlösung durch Phaseninversion in einem Verdunstungsverfahren und

(b) vor dem Trocknen der erhaltenen Membran (6) Entfernen von Verunreinigungen auf mindestens der Seite der Rohmembran (6), von der im Schritt (a) beim Verdunstungsverfahren das Lösungsmittel verdunstet ist, wobei der Schritt (b) das Inkontaktbringen der von Verunreinigungen zu befreienden Seite der Membran mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln, wobei die Verunreinigungen mittels eines Reinigungsfluids entfernt werden, wobei das Fluid eine Flüssigkeit, wobei die Verunreinigungen mittels eines Flüssigkeitsstrahls unter Druck entfernt werden, oder ein Gas, wobei die Verunreinigungen mittels eines Gasstroms unter Druck entfernt werden, ist, und/oder einer oder mehreren Reinigungseinrichtungen, wobei die Reinigungseinrichtung(en) einen oder mehrere Abstreifer (3) und/oder eine oder mehrere Absaugvorrichtungen umfaßt/umfassen, umfaßt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Entfernung der Verunreinigungen stattfindet, solange noch ein Teil des Lösungsmittels nicht verdunstet ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Gas Luft ist.

4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Membran (6) im Schritt (b) zusätzlich  
(i) eine erste und eine zweite Spülvorrichtung (2, 4) zum Inkontaktbringen mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln und  
(ii) einen oder mehrere Abstreifer (3) passiert.

5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei die Membran (6) in der zweiten Spülvorrichtung (4) gleichzeitig mit mindestens einem Additiv in Kontakt gebracht wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, wobei das mindestens eine Additiv ein Netzmittel ist.

7. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei das oder die Reinigungsmittel Wasser und/oder mindestens einen Alkohol mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen enthält bzw. enthalten.

8. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Membran (6) auf Cellulosenitrat und/oder Celluloseacetat basiert.

9. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Membran (6) eine Porenweite von 0,01 bis 12 µm aufweist.

10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei die Membran (6) eine Porenweite von > 0,45 µm aufweist.

11. Oberflächenveredelte Membran auf Cellulosebasis, erhältlich durch ein Verfahren, umfassend die Schritte,  
(a) Bereitstellen einer Rohmembran (6) aus einer Membrangießlösung durch Phaseninversion in einem Verdunstungsverfahren und  
(b) vor dem Trocknen der erhaltenen Membran (6) Entfernen von Verunreinigungen auf mindestens der Seite der Rohmembran (6), von der im Schritt (a) beim Verdunstungsverfahren das Lösungsmittel verdunstet ist, wobei der Schritt (b) das Inkontaktbringen der von Verunreinigungen zu befreienden Seite der Membran (6) mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln, wobei die Verunreinigungen mittels eines Reinigungsfluids entfernt werden, wobei das Reinigungsfluid eine Flüssigkeit, wobei die Verunreinigungen mittels eines Flüssigkeitsstrahls unter Druck entfernt werden, oder ein Gas, wobei die Verunreinigungen mittels eines Gasstroms unter Druck entfernt werden, ist, und/oder einer oder mehreren Reinigungseinrichtungen, wobei die Reinigungseinrichtung(en) einen oder mehrere Abstreifer (3) und/oder eine oder mehrere Absaugvorrichtungen umfaßt/umfassen, umfaßt.

12. Oberflächenveredelte Membran nach Anspruch 11, wobei die Entfernung der Verunreinigungen stattfindet, solange noch ein Teil des Lösungsmittels nicht verdunstet ist.

13. Oberflächenveredelte Membran nach Anspruch 11 oder 12, wobei das Gas Luft ist.

14. Oberflächenveredelte Membran nach einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 13, wobei die Membran (6) im Schritt (b) zusätzlich  
(i) eine erste und eine zweite Spülvorrichtung (2, 4) zum Inkontaktbringen mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln und  
(ii) einen oder mehrere Abstreifer (3) passiert.

15. Oberflächenveredelte Membran nach Anspruch 14, wobei die Membran (6) in der zweiten Spülvorrichtung gleichzeitig mit mindestens einem Additiv in Kontakt gebracht wird.

16. Oberflächenveredelte Membran nach Anspruch 15, wobei das mindestens eine Additiv ein Netzmittel ist.

17. Oberflächenveredelte Membran nach einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 16, wobei das oder die Reinigungsmittel Wasser und/oder mindes-



tens einen Alkohol mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen enthält bzw. enthalten.

18. Oberflächenveredelte Membran nach einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 17, wobei die Membran (6) auf Cellulosenitrat und/oder Celluloseacetat basiert.

19. Oberflächenveredelte Membran nach einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 18, die eine Porenweite von 0,01 bis 12 µm aufweist.

20. Oberflächenveredelte Membran nach Anspruch 19, die eine Porenweite von > 0,45 µm aufweist.

21. Vorrichtung zur Oberflächenveredelung einer durch Phaseninversion in einem Verdunstungsverfahren hergestellten Membran (6) auf Cellulosebasis, umfassend

– mindestens eine Membranziehmaschine (7), die zur Erzeugung einer Rohmembran (6) durch Phaseninversion im Verdunstungsverfahren ausgestaltet ist,

– mindestens eine Membranreinigungsvorrichtung (1), die zum Inkontaktbringen mindestens der von Verunreinigungen zu befreienden Seite der Rohmembran (6) mit einem oder mehreren Reinigungsmitteln und/oder einer oder mehreren Reinigungseinrichtungen ausgestaltet ist, und

– mindestens einen Membrantrockner (8), wobei die Membranreinigungsvorrichtung (1) zwischen der Membranziehmaschine (7) und dem Membrantrockner (8) angeordnet ist,

wobei die Membranreinigungsvorrichtung (1) eine oder mehrere Spülvorrichtungen (2, 4) umfaßt, die zum Spülen der mindestens einen von Verunreinigungen zu befreienden Seite der Rohmembran (6) mit einer das oder die Reinigungsmittel enthaltenden Spülflüssigkeit ausgelegt ist/sind,

wobei die erste Spülvorrichtung (2) mindestens eine Düse (11, 12) zum Besprühen der von Verunreinigungen zu befreienden Seite der Rohmembran (6) mit Spülflüssigkeit aufweist,

und/oder die Membranreinigungsvorrichtung (1) einen oder mehrere Abstreifer (3) und/oder eine oder mehrere Absaugvorrichtungen umfaßt.

22. Vorrichtung nach Anspruch 21, bei der eine erste Spülvorrichtung (2) unmittelbar nach der Membranziehmaschine (7) angeordnet ist und eine zweite Spülvorrichtung (4) unmittelbar vor dem Membrantrockner (8) angeordnet ist.

23. Vorrichtung nach Anspruch 21 oder 22, wobei die erste und zweite Spülvorrichtung (2, 4) jeweils eine Spülwanne (9, 13, 14), die zur Aufnahme von Spülflüssigkeit ausgelegt ist, und Umlenkwalzen (5) für den Membrantransport aufweisen.

24. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 21 bis 23, bei der die Spülflüssigkeit in der Spülwanne (14) der zweiten Spülvorrichtung (4) mindestens ein Additiv enthält.

25. Vorrichtung nach Anspruch 24, wobei das mindestens eine Additiv ein Netzmittel ist.

26. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 21 bis 25, wobei jeder Abstreifer (3) mindestens die Breite der Membran (6) aufweist und daran elastische Abstreiferelemente derart angeordnet sind, daß die Abstreiferelemente über die von Verunreinigungen zu befreiende Seite der Membran (6) streifen, wenn die Membran relativ zu den Abstreiferelementen bewegt wird.

27. Vorrichtung nach Anspruch 26, wobei der Abstreifer (3) die Form einer Walze aufweist, die in Ziehrichtung der Membran (6) mit einer Rotationsgeschwindigkeit rotiert, die größer als die Ziehgeschwindigkeit der Membran (6) ist, und die Abstreiferelemente auf der Mantelfläche der Walze angeordnet sind.

28. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 21 bis 27, bei der die Membranreinigungsvorrichtung (1) eine in Ziehrichtung mit der Ziehgeschwindigkeit der Membran (6) rotierende Aufgabelwalze (18) aufweist, die zur Abstreiferwalze (3) derart angeordnet ist, daß die Membran (6) zwischen Abstreiferwalze (3) und Aufgabelwalze (18) hindurchgeführt wird.

29. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 21 bis 28, wobei die Abstreiferelemente aus Gummiwischern und/oder Borsten bestehen.

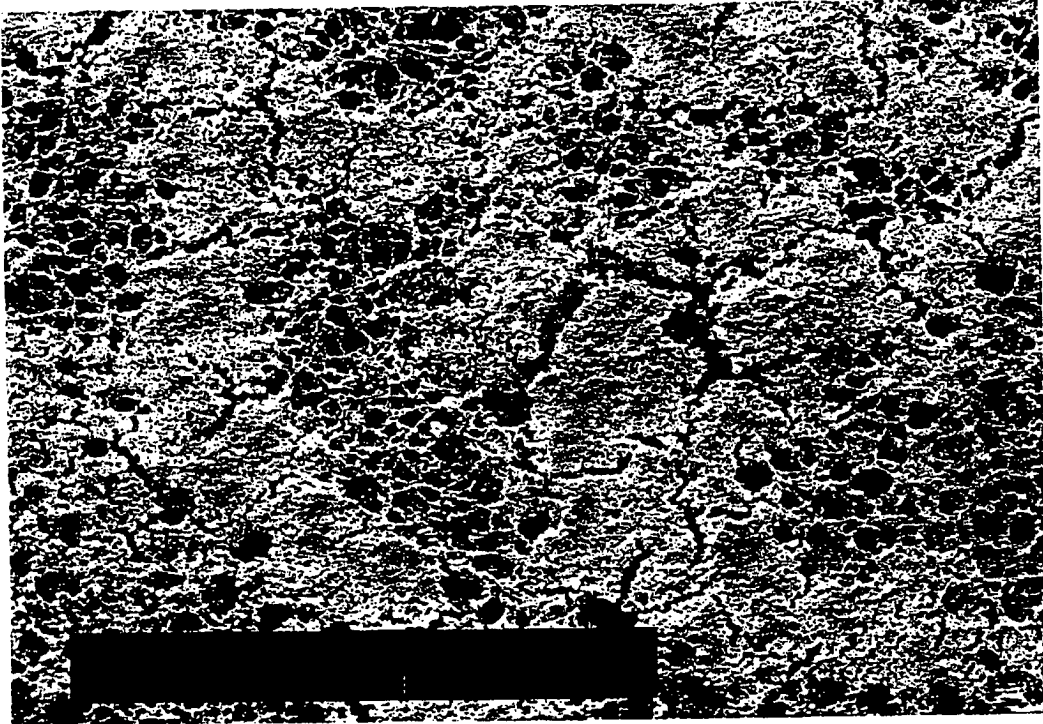
30. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 21 bis 29, wobei der oder die Abstreifer (3) in der ersten Spülvorrichtung (2) integriert und oberhalb der Spülwanne (9) angeordnet ist bzw. sind.

31. Vorrichtung nach Anspruch 30, wobei der oder die Abstreifer (3) mit Düsen (11, 12) zum Aufsprühen von Spülflüssigkeit auf die Abstreiferelemente ausgerüstet ist bzw. sind.

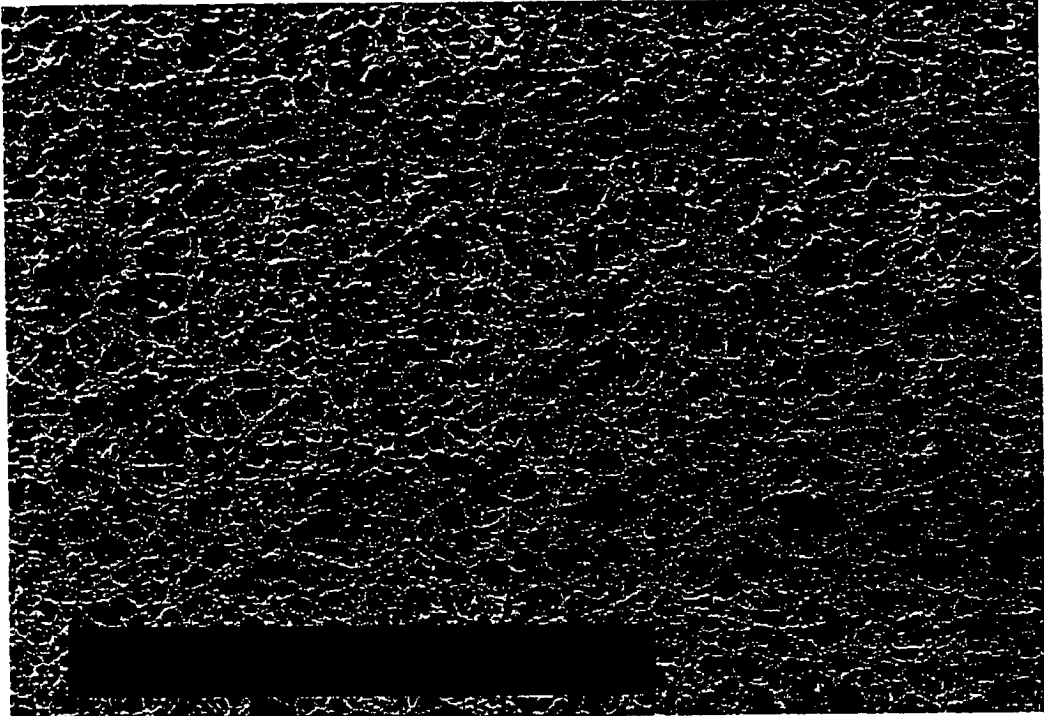
32. Verwendung der Membran nach einem oder mehreren der Ansprüche 11 bis 20 in der Diagnostik, insbesondere als diagnostische Teststreifen.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen





**Fig.1**



**Fig.2**

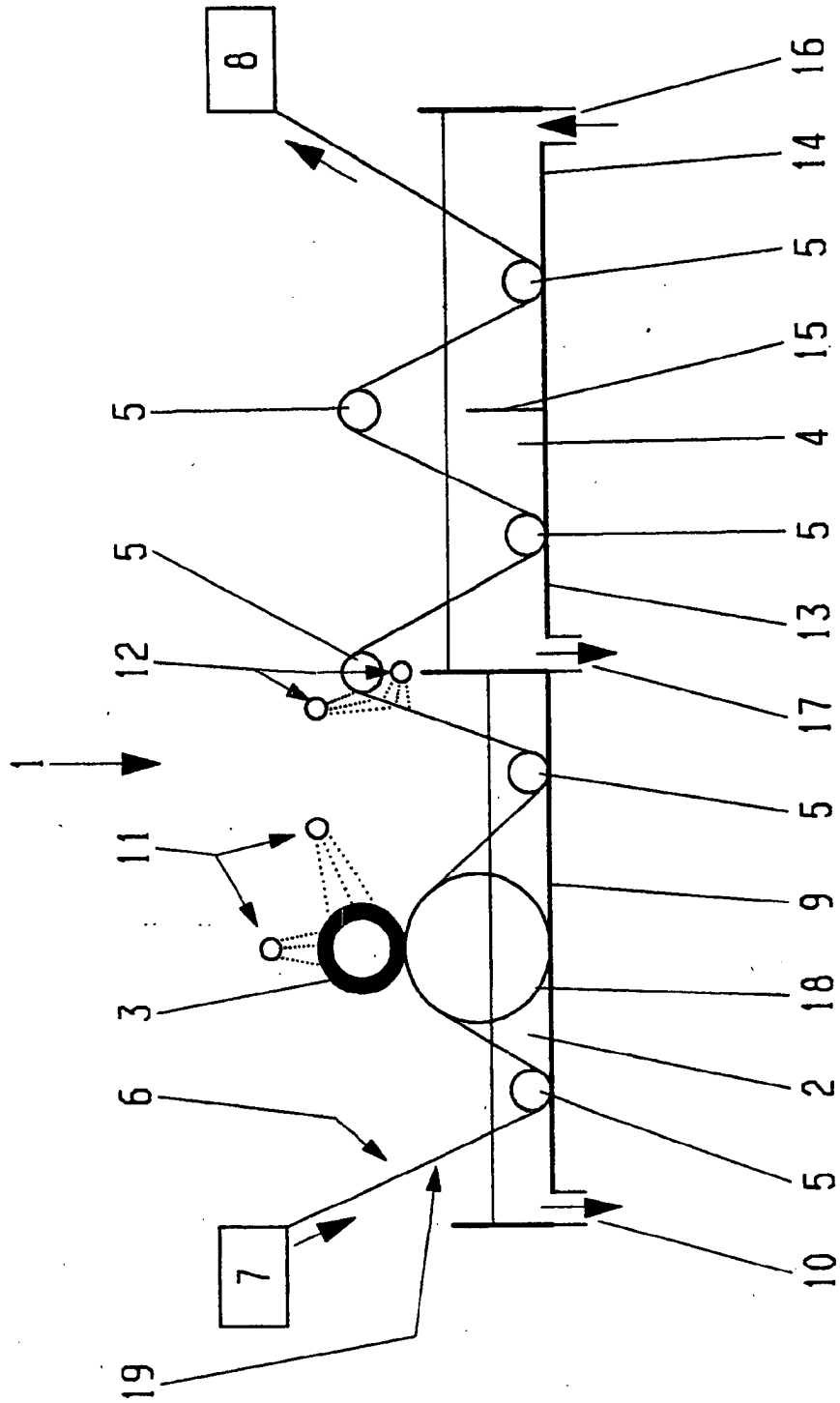


Fig 3