



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **169604**

(13) B

(51) Int Cl⁵ C 25 F 1/06

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	842460	(86) Int. inng. dag og	
(22) Inng. dag	19.06.84	søknadsnummer	
(24) Løpedag	19.06.84	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	27.12.84	(30) Prioritet	21.06.83, US, 506364
(44) Utlegningsdag	06.04.92		

(71) Patentsøker	Pall Corporation, 30 Sea Cliff Avenue, Glen Cove, NY 11542, US
(72) Oppfinner	Peter John Degen, Huntington, NY, US Thomas Charles Gsell, Sea Cliff, NY, US
(74) Fullmektig	Jan Helgerud, Bryns Patentkontor AS, Oslo

(54) **Benevnelse** Fremgangsmåte for rensing av metallfiltre av rustfritt stål

(56) **Anførte publikasjoner** USA (US) patent nr. 3823080.

(57) **Sammendrag**

En fremgangsmåte for å rense porøse metallfiltre og spesielt filtre av rustfritt stål omfatter:

(1) å elektrolysere filteret i et elektrolysebad ved bruk av filteret som en av elektrodene, fortrinnsvis som katode i det elektrolytiske system, og å legge en strøm, fortrinnsvis en likestrøm på systemet; og

(2) å skylle filteret for å fjerne elektrolyseoppløsning fra filteret og å skylle bort eventuelle gjenstående forurensninger fra filteret.

Når organisk materiale skal fjernes benyttes fortrinnsvis et brenningstrinn før elektrolysetrinnet.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for rensing av metallfiltre og mere spesielt en fremgangsmåte for rensing av porøse rustfrie stålfiltre ved elektrolyse.

5 Metallfiltre som porøse rustfrie stålfiltre har funnet anvendelse i et antall prosesser der høye trykkfall oppstår og i anvendelser der en meget høy filtreringsevne må være kombinert med mekanisk styrke, motstandsevne overfor høye temperaturer og/eller motstandsevne overfor kjemisk angrep.

10 Et eksempel på en anvendelse av porøse rustfrie stålfiltre er filtrering av fine katalysatorer som benyttes i fluid-katalytiske krakkingsprosesser i oljeindustrien. Temperaturer opptil flere hundre grader celsius kan foreligge i
15 filtrene i slike prosesser. Katalysatorene som filtreres inkluderer forskjellige oksyder som silisiumdioksyd, aluminiumoksyd, magnesiumoksyd, zirkoniumoksyd og lignende såvel som molekylsikter. Når disse materialer tetter til porene i et finporet filter er de meget vanskelige å fjerne
20 ved konvensjonelle midler som tilbakespyling.

Porøse rustfrie stålfiltre har også funnet ved anvendelse ved fremstilling av "hi-fi" magnetiske lydbånd som benytter forskjellige magnetiske materialer som jernoksyd eller
25 kromoksyd i forbindelse med forskjellige bindemiddelhar-pikser. Ved denne anvendelse blir filtrene til slutt tettet igjen med en blanding av (1) organisk materiale, det vil si bindemiddelharpiksen som er tilstede i preparatene som filtreres, og (2) ett eller flere metalloksyder. Igjen er
30 fjerning av disse stoffer ved konvensjonelle midler meget vanskelig.

Ytterligere en anvendelse for slike filtre er ved filtrering av harpiksstrømmer som benyttes ved fremstilling av polymerer
35 som for eksempel polyestre. Karakteristisk må ved slike anvendelser en høytemperatur-matestrøm av en monomer som inneholder en katalysator, filtreres, noe som til slutt

fører til tiltetting av filtre med en tverr-bundet geldannet masse som gjør rensing av filtret meget vanskelig.

5 Fordi porøse metallfiltre som de som benyttes ved de ovenfor beskrevne prosesser er heller kostbare, det vil si i størrelsesorden 100 ganger så dyre som sammenlignbare konvensjonelle filtre som benytter cellulosefibre eller lignende, er det et sterkt ønske å rense disse filtre og tilbakeføre dem til bruk i motsetning til ganske enkelt å erstatte dem med nye til en betydelig pris. På tross av dette 10 er det til nu ikke funnet noen riktig tilfredsstillende metode for rensing av slike filtre og å bringe dem tilbake i drift. Oppfinnelsen er således rettet mot en fremgangsmåte for rensing av slike filtre og i virkeligheten en prosess som, når den drives optimalt, kan rense filtrene så 15 effektivt at de for det meste er sammenlignbare med nye filtre av samme konstruksjon.

20 I henhold til dette angår foreliggende oppfinnelse en fremgangsmåte for behandling av en porøs metallgjenstand ved å forbinde gjenstanden som elektrode i et elektrolytisk system, og denne fremgangsmåte karakteriseres ved at gjenstanden i form av et blokkert metallfilter av rustfritt stål forbindes som katoder i det elektrolytiske system og 25 underkastes en pålagt likestrøm med en densitet på 0,16 til 0,48 ampær/m² filteroverflate og som forårsaker utvikling av gass på filteroverflaten og løsgjøring av blokkerende materiale som er akkumulert under filterets bruk, å fjerne filtre fra systemet og å skylle filteret for å fjerne elektrolytt og å spyle bort gjenværende forurensninger, at 30 filteret før innarbeiding i det elektrolytiske system eventuelt underkastes varmebehandling ved for høy temperatur for å pyrolysere tilstedeværende organisk materiale på filteret, at filteret etter spyletrinnet for å fjerne elektrolytt eventuelt behandles med en vandig oppløsning av 35 salpetersyre eller en annen oksyderende syre fulgt av et ytterligere skylletrinn for å fjerne salpetersyre, og at

filteret, efter spyletrinnet og for å fjerne elektrolytt, eventuelt videre behandles med en alkalisk oppløsning, skylles for å fjerne denne, behandles med en vandig oppløsning av salpetersyre, fosforsyre eller en annen oksyderende syre og så skylles for å fjerne den oksyderende syreoppløsning.

Når man renser porøse metallfiltre som er tett med et preparat inneholdende organisk materiale foregår elektrolysetrinn som beskrives ovenfor av et brenningstrinn ved forhøyet temperatur for å pyrolysere det organiske materiale i filteret. I tillegg blir filteret etter elektrolysetrinnet skyllet for å fjerne elektrolytt fra filteret og for å spyle bort gjenværende forurensninger. Fortrinnsvis behandles filteret så med en vannbasert blanding, fortrinnsvis salpetersyre, for å oksydere og å oppløse eventuelle gjenværende sporforurensninger såvel som for å gi filteret en lysere farve. Filteret skylles så igjen for å fjerne syre fra filteret. I tillegg, og avhengig av arten av den benyttede elektrolytt, kan et alkalivasketrinn og en andre skylling gjennomføres før syrevasketrinnet.

En foretrukket fremgangsmåte ifølge oppfinnelsen omfatter fem trinn:

- (1) brenning av filteret ved forhøyet temperatur for å pyrolysere tilstedeværende organisk materiale i filteret;
- (2) elektrolysering av filteret i et elektrolytisk system ved bruk av filteret som katode i systemet og å underkaste systemet en pålagt likestrøm;
- (3) skylling av filteret for å fjerne elektrolytt fra dette og å spyle bort eventuelle gjenværende forurensninger fra filteret;
- (4) behandling av filteret med en syre for å oksydere og å oppløse spormengder av gjenværende forurensninger såvel som for å lysgjøre filteret;
- (5) å skylle filteret for å fjerne syre derfra.

Som beskrevet ovenfor er oppfinnelsen rettet mot en fremgangsmåte for rensing av porøse metallfiltere og omfatter et elektrolysetrinn. Ifølge oppfinnelsen omfatter renseprosessen minst to trinn 2 og 3 som angitt i den foretrukne femtrinnsprosess som ovenfor angitt. Det vil si at filteret i ethvert tilfelle underkastes et elektrolysetrinn fulgt av skylling av filteret for å fjerne elektrolytt fra dette og for å spyle bort restforurensninger.

Når et filter som er rensed har vært i kontakt med organisk materiale, det vil si benyttet for å filtrere noe som har inneholdt organisk materiale, omfatter fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen et trinn før elektrolysetrinnet, nemlig brenning av filteret ved forhøyet temperatur for å pyrolysere det organiske materialet (trinn 1 i den 5-trinnsprosess som er beskrevet ovenfor).

I tillegg blir filteret, uansett om man har gjennomført et brenningstrinn eller ikke, efter å ha vært skyllet for å fjerne elektrolytt og å spyle bort restforurensninger fra filtertrinnet (trinn 3 ovenfor), fortrinnsvis derefter behandlet med en vannbasert sur blanding for å oksydere og å oppløse eventuelle sporrestforurensninger såvel som for å lysgjøre filteret (trinn 4 ovenfor) og filteret skylles igjen, men denne gang for å fjerne syre fra filtertrinnet (trinn 5).

I den beskrivelse som gis nedenfor vil femtrinnsprosessen som beskrevet ovenfor forklares ytterligere.

Når trinn 1 i den foretrukne fremgangsmåte benyttes, det vil si når organisk materiale er tilstede eller man antar at det er tilstede i det skitne filteret, oppvarmes filteret til en temperatur som karakteristisk ligger innen området 315 til 482°C i et tidsrom fra 60 til 180 minutter for å pyrolysere eventuelt tilstedeværende organisk materiale i filteret. Mere foretrukket blir brenningen utført ved en temperatur fra 343

til 426°C i et tidsrom fra 100 til 140 minutter. Når man skal rense et porøst rustfritt stålfilter som er vært benyttet for å filtrere høymolekylharpikser er en brennperiode på 120 minutter ved 371°C spesielt foretrukket.

5 Dette prosesstrinn kan gjennomføres i en konvensjonell industriovn, fortrinnsvis i en hette eller lignende, for å trekke av flyktige stoffer som blandes under brenntrinet. Tiden og temperaturen slik dette er angitt ovenfor kan selv
10 om man antar at gitte grenser er de effektive driftsområder, utvides, spesielt når det gjelder tiden. Imidlertid antas det at ytterligere brenntider utover 180 minutter ikke er produktive. Omvendt anses de ikke som skadelige. Lavere temperaturer krever lengere brenntider, høyere temperaturer
15 kan imidlertid på ugunstig måte påvirke metallfiltere avhengig av det anvendte metall eller metall-legering. For eksempel blir enkelte rustfrie stål-legeringsfiltere ugunstig påvirket ved eksponering til temperaturer på ca. 537°C eller derover. Slike temperaturer bør unngås.

20 Elektrolysen (trinn 2 i den foretrukne prosess) av det porøse metallfilter gjennomføres ved å nedsenke filteret (fortrinnsvis helt og holdent fordi alle porøse overflater av filtere til slutt vil måtte nedsenkes for fullstendig
25 behandling) i et elektrolysebad, vanligvis i et tidsrom fra ca. 5 til ca. 60 minutter, ved bruk av filteret som en elektrode for det elektrolytiske system, og derefter å underkaste systemet en pålagt strøm karakteristisk fra ca. 0,16 til 0,48 ampère/cm² overflate. Bruken av en pålagt
30 likestrøm der metallfilteret tjener som katode for systemet er meget foretrukket. Som heri benyttet har "katode" den betydning som tilskrives uttrykket når det gjelder elektrolyse (i motsetning til for eksempel et batteri). Det vil si at katoden er den negative elektrode eller den elektrode som
35 har et negativt felt der kjemisk reduksjon inntreffer. En viss suksess med rensing av metallfiltere med pålagt vekselstrøm har vært oppnådd. Generelt forlenges imidlertid det tidsrom

som er nødvendig for å bevirke rensing, videre er prosessen vanskeligere å regulere, karakteristisk er rensingen ikke så grundig og videre kan en utstrakt eksponering av et metallfilter til et elektrolysebad resultere i oppløsning av metall-strukturen, noe som fører til en endring av filterets egenskaper, for eksempel en lavere poregrad (større porer) på grunn av fjerning av metall fra poreoverflatene eller sogar ødeleggelse av filteret. Av disse grunner er bruken av likestrøm meget foretrukket,

Under henvisning til filteroverflatearealet slik uttrykket her benyttes, spesielt når det gjelder den anvendte strøm, menes med " m^2 " det totale overflateareal på en side av filteret, det vil si at det indre overflateareal av porene ikke er inkludert. I konvensjonelle sylindriske porøse rustfrie stålfiltre betyr dette det totale overflateareal av den ytre sylindriske overflate av filteret, bestemt ved å måle omkretsen av filteret og multiplisere denne verdi med filterets lengde. Valget av elektrolytt vil avhenge sterkt av arten av materialet som filteret var i kontakt med før renseprosessen. I mange situasjoner vil en alkalibasert elektrolytt, for eksempel KOH i vann, være tilfredsstillende. Foretrukne ioniserbare stoffer av alkaliske typer for bruk ved fremstilling av alkalibaserte elektrolytter inkluderer Na_2CO_3 , Na_2HPO_4 , K_2HPO_4 , NaOH og KOH. Mest foretrukket er NaOH og KOH og den førstnevnte foretrekkes mest. Konsentrasjonen av alkalisk materiale i elektrolytten kan ligge innen området fra ca. 20 til 75 vekt-%. Når NaOH benyttes er en konsentrasjon på ca. 50 vekt-% NaOH i vann spesielt foretrukket selv om sammensetningen innen området for eksempel ca. 30 til ca. 65 vekt-% NaOH er funnet tilfredsstillende. Andre konsentrasjoner av NaOH kan også benyttes selv om det er funnet at en konsentrasjon på ca. 16 vekt-% NaOH er vesentlig mindre effektiv enn konsentrasjoner innen det foretrukne område på ca. 30 til ca. 65 vekt-%. I enkelte tilfeller der organisk materiale er filtrert har det vært observert skumming under elektrolysen. Denne skumming synes

å oppstå i nærheten av elektrodene. En forklaring som kan beskrive dette fenomen er, selv om andre også kan være riktige, dannelsen av et overflateaktivt middel som en såpe som dannes ved alkalisk hydrolyse eller forsåping av oljeaktiv organisk materiale. Det resulterende skum er uønsket i storskala-gjennomføring ifølge oppfinnelsen fordi hydrogen som dannes under elektrolysen kan fanges inn i skummet og bygges opp til farlige nivåer, noe som derved utgjør en eksplosjonsrisiko.

For å overvinne denne mangel ble det funnet at en sur elektrolytt ikke bare eliminerte skummingsproblemet men også viste god rensing i elektrolysetrinnet. Ikke-oksyderende syrer som fosforsyre er foretrukket på grunn av deres reduserte tendens til å påvirke reaksjoner som opptrer ved katoden (metallfiltere). Syrer som svovel- og saltsyre har en tendens til å angripe rustfritt stål og er derfor uønsket når man renser porøse rustfrie stålmfiltere. Syrer som maursyre og eddiksyre er flyktige og deres overveldende lukt gir arbeiderne uønskede, ubehagelig og potensielt skadelige omgivelser. Salpetersyre som er uønsket fordi det er en oksyderende syre, avgir også giftige oksyder av nitrogen som NO_2 .

Et egnet konsentrasjonsområde for syren er ca. 60 til ca. 90 vekt-% eller den høyeste konsentrasjon som syren er kommersielt tilgjengelig i. Når fosforsyre benyttes er det foretrukne konsentrasjonsområde ca. 60 til ca. 85 vekt-% med en spesielt foretrukket konsentrasjon på ca. 70 vekt-%.

Anoden som benyttes for gjennomføring av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen må tilfredsstille visse kriterier. Den må selvfølgelig være ledende og må heller ikke påvirke renseprosessen som skjer under elektrolysetrinnet. I henhold til dette bør anoden generelt være (1) inert under de betingelser som opptrer, eller (2) være offeranode på ikke-påvirkende måte. Når det gjelder punkt 2 er en karbon-basert anode og

spesielt grafitt eller en blanding av grafitt og amorft karbon, spesielt foretrukket, fordi karbondioksydgass dannes under elektrolysedriften ved den karbonbaserte offeranode etterhvert som anoden forbrukes. Karbondioksydgass trer ut av systemet og det er ingen overføring fra metall eller andre forurensninger til katoden (metallfilteret) på grunn av oppløsning av anoden i elektrolytten. Hvis anoden som velges oppløses i elektrolytten under de oppstående betingelser økes sannsynligheten for interferens eller avbrudd av renseprosessen, for eksempel økes metallvandring til katoden (metallfilteret). Av denne grunn er bruken av en anode som oppløses i elektrolytten fortrinnsvis å unngå. Når det gjelder (1) kan man benytte et inert materiale eller et materiale som enten har eller danner et beskyttende belegg på den ytre overflate av elektroden. For eksempel kan man i en syrebasert elektrolyse benytte en bly/blyoksydanode fordi blyoksydbelegget effektivt kan forhindre oppløsning av bly til elektrolytten. Fordi karbonbaserte anoder er relativt rimelige, har de ønskede ledende egenskaper og ikke påvirker renseprosessen, er de foretrukket.

Anoden er fortrinnsvis konstruert og anordnet på en slik måte at det tilveiebringes en så enhetlig behandling av metallfilteret i elektrolysesystemet som mulig. Det vil si at anoden fortrinnsvis har en lengde tilstrekkelig til å strekke seg over hele lengden av filteret og er fortrinnsvis anordnet i elektrolysebad slik at dens overflate nærmest filteret er i det vesentlige ekvidistant fra den nærmeste overflate av filteret. Når man for eksempel renser et enkelt porøst, sylindrisk rustfritt stålfilter med en lengde på ca. 45 cm er en flat grafitt- amorft karbonanode, også med en lengde på ca. 45 cm og ca. 1,27 cm tykk og ca. 15 cm bred, funnet effektiv. Fortrinnsvis legges det 45 cm lange filter flatt i elektrolysebadet og nedsenkes helt. Anoden anbringes fortrinnsvis slik at den hviler på bunnen av beholderen på en av sine halvparter på 1,27 cm x 45 cm med ca. 10,2 cm av bredden nedsenket. Den posisjoneres slik at lengdeaksen er

parallell med senterlinjen til det nedsenkede filter og avstanden mellom anoden og filteret ligger innen området ca. 2,54 til 10,2 cm, fortrinnsvis ca. 5 cm. Tilstrekkelig rom bør være tilstede mellom elektrodene for å gi sirkulering av elektrolytt. Imidlertid må etterhvert som avstanden øker, spenningen økes for å opprettholde strømmen og således er det ønskelig med den minimale avstand med samtidig tilstrekkelig sirkulering av elektrolytt og spyling og rensing av metallfiltere.

En del av karbonelektroden efterlates eksponert slik at forbindelse med kraftkilden kan oppnås, for eksempel ved metall-klemmer, krokodillekjefter eller lignende, uten å risikere metall-forurensning av elektrolysebadet ved å senke klemmene inn i badet. Tilsvarende oppnås forbindelse av katoden eller metallfilteret til kraftkilden fortrinnsvis ved bruk av en kontakt av samme materiale som katoden, for eksempel rustfritt stål, fordi en del av kontakten må være nedsenket i elektrolysebadet for å oppnå forbindelse.

Andre arrangementer av formene og porsjoneringen av elektrodene vis a vis hverandre kan også tenkes. For eksempel kan det porøse metallfilter være flatt eller plant. Alternativt kan anoden være sylindrisk tildannet og tilpasset over (uten kontakt) et mindre (i diameter) sylindriske porøst metallfilterelement for derved å gi en mere enhetlig behandling av filterelement. Som et annet alternativ kan anoden ha en konveks/konkav form (som en halvsylinder) og tillate at anoden "omhyller" et sylindrisk metallfilterelement for derved å gi mere enhetlig behandling. Videre kan to flate blokker av anodemateriale anbringes på motsatte sider av det eller de porøse metallfiltre som renses.

Kraftkilden kan være et hvilket som helst konvensjonelt system som er i stand til å gi den ønskede strømstyrke ved den ønskede spenning. Ampèrenivåer på ca. $0,16 \text{ ampère/cm}^2$ filteroverflate, fortrinnsvis ved en spenning på ca. 10

volt, kan benyttes både for alkalibaserte og syrebaserte elektrolyttssystemer. Et foretrukket strømstyrkeområde for begge systemer er fra ca. 0,16 til 0,48 ampère/cm² ved drift i et tidsrom fra 10 til 60 minutter i alkalisk elektrolyttoppløsning og 30 til 45 minutter og fortrinnsvis 30 minutter i sur oppløsning. Spesielt foretrukket er det når man renser porøse rustfrie stålfiltre å arbeide ved strømstyrkenivåer på ca. 0,36 ampère/cm² filteroverflate ved 10 volt spenning ved arbeid i alkalisk elektrolytt i tidsrom på ca. 20 minutter. For konvensjonelle metallfiltre med lengde ca. 47 cm og diameter ca. 3,8 cm betyr dette en amperbelastning på ca. 200 ampère/filter. Andre spenninger, for eksempel 6 til 15 volt kan også benyttes. En optimalt pålagt spenning er et kompromiss mellom slike faktorer som sikkerhet, strømstyrke, badtemperatur, elektrolyttens art og avstanden mellom katode og anode. Av sikkerhetsgrunner er en lavspenning foretrukket. En viss utprøving kan være nødvendig for å optimalisere et system for en spesiell filterkonfigurasjon og en spesiell forurensning. Prinsipielt bør de velges for å sikre dannelse av hydrogen ved katoden (metallfiltre) i en slik grad at det oppnås god rensesvirkning.

En foretrukket apparatur for å oppnå den eksternt pålagte likestrøm i liten skala er en "Line Welder Aircraft 250, kode 7490" buesveiser som er tilgjengelig fra Lincoln Arc Company. For større målestokk kan de porøse metallfiltre (spesielt sylindriske filtre) nedsenkes i badet, for eksempel ved å holde dem i vertikal posisjon og innrede dem i avstand mellom nærliggende filtre i linje til mellom 2,5 til 10 cm. Anoden kan da ha form av, som ved liten målestokk, en blokk av grafitt/amorft karbon som partielt nedsenkes i badet langs en av kantene med en andel fri for forbindelse til kraftkilden og innrettet slik at den nærmeste overflate av blokken er ekvidistant fra den nærmeste overflate av alle de innrettede filtre, i en fortrinnsvis avstand som beskrevet ovenfor, det vil si 2,5 til 10,2 cm. For denne driftstype

kan strømkilden for eksempel være et stabilt vekselstrømfasttilstandssystem istand til å gi likestrøm i en styrke på ca. 4000 ampère.

5 I et alkalisk elektrolysebad gjennomføres elektrolysen fortrinnsvis ved eller initieres i det minste ved omgivelsestemperatur. Et surt elektrolysebad holdes imidlertid fortrinnsvis ved en temperatur på mellom ca. 71 og 88°C, fortrinnsvis ca. 82°C. I begge typer bad dannes varme og
10 forhøyede temperaturer oppstår. I begge typer bad er forhøyede temperaturer akseptable. Fordi en høyere temperatur hurtigere oppnås i et surt elektrolysebad kan elektrolysen ved bruk av et slikt bad initieres ved omgivelsesbetingelser selv om forhøyede temperaturer som nevnt er
15 foretrukket.

Det hydrogen som dannes ved katoden eller metallfiltre gir en rensevirkning, spesielt inne i de fine porer i filteret, og understøtter utstøting av forurensninger av filterporene.
20 For ytterligere å sikre seg mot metalloverføring til katoden eller metallfilteret blir elektrolysetrinnet fortrinnsvis gjennomført i en beholder som ikke bidrar til et slikt uønsket resultat. Hvis en metallbeholder benyttes, bør den av denne grunn være utført for eksempel med gummi,
25 plast, glass eller lignende for å sikre seg mot et slikt resultat. Alternativt kan det selvfølgelig benyttes en beholder av plast, glass, gummi eller lignende.

Efter ferdig elektrolysetrinn blir filteret skyllet (trinn 3
30 i den foretrukne prosess), fortrinnsvis med vann i minst 30 sekunder, helst ett minutt eller mer. Tilfredsstillende resultater er oppnådd ved å forbinde en vannledning med filteret for å gi strøm innenfra og ut gjennom filteret og ved bruk av en dyse som gir 11,3 l/min., ved et trykk på ca.
35 703,1 g/cm² eller derover. Denne behandling spyler elektrolytt fra porene i filteret og gir en rensevirkning som fjerner rester eller forurensninger som materialer som har

løsnet fra overflaten i porene i filteret men som ikke er løftet ut av hydrogenet som dannes under elektrolyseprosessen. Andre strømningshastigheter og trykk såvel som andre fluider kan benyttes for å skylle filteret, både her og i trinn 5 som beskrevet nedenfor. Vann er foretrukket som skyllefluid av økonomiske grunner, lett disponering og effektivitet.

Som bemerket ovenfor er ved enkelte filterrenseprosesser de etterfølgende trinn 3a, 3b, 4 og 5 eventuelt ikke nødvendige, i hvilket tilfelle filteret efter skylling i trinn 3 er ferdig for ny bruk. Imidlertid gjennomføres fortrinnsvis de følgende trinn 4 og 5 og i enkelte tilfelle 3a og 3b som beskrevet nedenfor før filteret brukes omigjen.

I de tilfeller der en sur oppløsning benyttes som elektrolytt under elektrolysetrinn blir et alkalisk behandlingstrinn fortrinnsvis benyttet efter den første vannskylning i trinn 3 i den foretrukne prosess og kan hensiktsmessig gjentas som trinn 3a. Egnet for bruk som alkalisk oppløst stoff er de som er angitt ovenfor som egnet for bruk ved fremstilling av den alkaliske elektrolytt i trinn 2. Igjen er NaOH og KOH de foretrukne alkaliske stoffer. KOH er mest foretrukket fordi det er en mindre tendens til å forårsake mørkning av det rustfrie stålfilter, noe som kan skje når NaOH benyttes. En egnet konsentrasjon av alkali i skylleoppløsningen er ca. 40 til ca. 70 vekt-% og fortrinnsvis 50 til 70 vekt-%. Når KOH benyttes er en konsentrasjon på ca. 55 vekt-% mest å foretrekke. Optimale resultater oppnås når det alkaliske bad oppvarmes til en temperatur som ligger ved eller fortrinnsvis under oppløsningens kokepunkt. Således er temperaturer innen området 88 til ca. 127°C foretrukket. Filteret nedsenkes i den varme oppløsning i et tidsrom av ca. 2 til 16 timer, behandlingsslengden avhenger både av alkalikonsentrasjonen og oppløsningens temperatur. Når oppløsninger holdes ved den nedre ende av temperaturområdet er det nødvendig med lengre nedsenkningstider. Selv om lengre perioder av

nedsenkning i det varme alkaliske bad er effektive, blir bruken av kortere tidsrom, for eksempel 2 timer i forhold til 16 timer eller lenger av praktiske hensyn, for eksempel den totale tid for å gjennomføre den totale prosess.

5

Selv om enhver teknikk som fjerner gjenværende forurensninger er egnet er den prosedyre og de betingelser for spyling av filtere i trinn 3 ovenfor i de fleste tilfeller generelt foretrukket i skyllingen som følger alkalivaskingen. Det lavere trykkdifferensiale over filteret er imidlertid tillatelig i dette trinn 3 b fordi mesteparten av det materiale som stoppet til filterporene er fjernet. Spylingen fortsetter fortrinnsvis i et tidrom på minst 30 sekunder til noen minutter og helst ca. 1 minutt.

15

Efter trinn 3 ovenfor (og eventuelt trinnene 3a og 3b) blir filteret fortrinnsvis behandlet med et vannbasert oksydasjonsmiddel (trinnet 4 i den foretrukne prosess), fortrinnsvis et oksyderende surt preparat og helst salpetersyre, for å oksydere og oppløse eventuelt tilstedeværende spormengder av forurensninger på filteret såvel som for å gjøre filteret lysere. Salpetersyre er foretrukket fordi det er en oksyderende syre og som ikke angriper eller på annen måte ødelegger det rustfrie stålfileret, og er antatt å danne et passiverende og beskyttende oksydbelegg hvis syrer slik som saltsyre og svovelsyre er utilfredsstillende. Når det gjelder saltsyre er det to problemer: i) kloridioner kan innfanges i det rustfrie stål og virke ugunstig på dette, muligens ved å ødelegge det beskyttende oksydbelegg, og 2) den ønskede rensevirking oppnås ikke. Svovelsyre er korrosiv overfor rustfritt stål og gir heller ikke den nødvendige rensevirking.

35

Fortrinnsvis gjennomføres syrebehandlingen ved å nedsenke 6det porøse metallfilter i et bad av syre. Når det gjelder salpetersyre er en konsentrasjon av ca. 15 til ca. 50 vekt-% salpetersyre i vann foretrukket, allerhelst 25 vekt-%. Når

syrevasking benyttes etter alkalisk elektrolyse, nedsenkes filteret fortrinnsvis i badet i et tidsrom av ca. 1 til 16 timer ved en temperatur innen området omgivelsestemperatur til ca. 66°C. Når denne syrevasking skjer flere trinn etter
5 en sur elektrolyse, nedsenkes filteret i badet i meget kortere tid. I et slikt tilfelle gjennomføres syrevasking fortrinnsvis i et tidsrom fra ca. 1 til ca. 5 minutter og allerhelst ca. 3 minutter, fortrinnsvis ved en temperatur av ca. 60 til 82°C og aller helst ca. 71°C.

10 Vasketrinnet i trinn 5 i den foretrukne prosess gjennomføres fortrinnsvis på samme måte og under de samme betingelser som vannskylningstrinnet i trinn 3. Andre skylleteknikker kan imidlertid også benyttes, bare de gir en heftig skylle-
15 virkning for i det vesentlige totalt å fjerne surt preparat.

Oppfinnelsen finner spesiell anvendelse ved rensing av porøse rustfrie stålfiltre, vanligvis sintrede eller vevede porøse rustfrie stålfiltre, med porestørrelser som karakteristisk ligger i området ca. 1 til ca. 50 µm. Disse typer av
20 filtre er kommersielt tilgjengelige under betegnelsen "PSS", "REGIMESH" og "SUPRAMESH". Forskjellige rustfrie stålkvaliteter benyttes for å fremstille filtrene, som for eksempel SS316 og SS300. Foreliggende prosess antas også å
25 være anvendelig på andre metalliske porøse filtre som filtre av bronse. Med slike filtre kan andre syrer være nødvendige for å unngå ødeleggelse av filtrene. Når det for eksempel gjelder bronsefiltre bør en ikke-oksyderende syre som fosforsyre benyttes i elektrolysetrinnet og en skylning
30 med syre bør unngås.

Oppfinnelsen skal forklares nærmere under henvisning til de følgende illustrerende eksempler:

35 Eksempel 1

Et sylindrisk porøst rustfritt stålfilter med en nominell poregrad på ca. 3 µm, en lengde på ca. 47 cm og en ytre

diameter på 3,8 cm, ble funnet å ha porene fylt med innfanget partikkelformet materiale til et punkt der fluid ikke lenger kunne strømme gjennom filteret i målbar hastighet ved konvensjonelle trykk. Partiklene bestod hovedsakelig av tre deler kromdioksyd og en del polyuretan bindemiddelharpiks.

Filterelementet ble underkastet følgende behandling:

1) filterelementet ble oppvarmet i to timer til ca. 370°C i en konvensjonell luftventilert ovn:

2) etter avkjøling til omgivelsestemperatur ble elementet forbundet elektrisk til en ytre pålagt likestrømskilde, spesielt den negative pol til en "Line Welder Aircraft 250, Code 7490", buesveiser som nevnt ovenfor, og ble så nedsenket i en 50 vekt-%-ig vandig natriumhydroksyd-elektrolytt ved omgivelsestemperatur; En grafittblokk med en lengde på ca. 47 cm, en bredde på ca. 15,2 cm og en tykkelse på ca. 1,27 cm ble partielt nedsenket til en dybde av ca. 10 cm mens den hvilte på en av sine sider på 45,7 cm x 1,27 cm i elektrolytten i linje med lengdeaksen eller senterlinjen av filterelementet, og posisjonert slik at en av sidene på 15,2 cm x 45,7 cm var ca. 5 cm fra den nærmeste overflate av filterelement; grafittblokken ble forbundet med den positive klemme på strømkilden og en strøm på ca. 0,36 ampère/cm² filtermedium (200 ampère for dette filterelement med et ytre overflateareal på ca. 557 cm²) ved ca. 10 volt ble så lagt på systemet; gasser ble observert under utvikling både ved filterelementet eller katoden og grafittblokken eller anoden; elektrolysen av filterelementet ble fortsatt i 20 minutter;

3) filterelementet ble så skyllet med vann for å fjerne elektrolytt og for å fortrenge løst forurensende materiale fra filterporene;

4) filterelementet ble så nedsenket i en 25 vekt-%-ig salpetersyre i vannbad i ca. 2 timer i løpet av hvilket tidsrom badet ble holdt ved en temperatur av ca. 60°C;

5) etter fjerning av filterelementet fra salpetersyre-oppløsningen ble filtrert springvann ført igjennom

filterelementet for å skylle ut restsyre fra filteret og for å fjerne gjenværende innfanget partikkelformig for-urensende materiale fra porene av elementene; gjenvar-ende forurensninger ble hurtig fortrengt fra porene på dette punkt; det skyllede filter ble så prøvet på renhet ved å føre det filtrerte vann gjennom filterelementet i en strømningshastighet på ca. 407 l/minutt pr. m² (virkelig strømningshastighet var ca. 22,7 l/min.) og å sammenligne trykkdifferensialet over elementet over den til et rent eller nytt filterelement målt under de samme betingelser; sammenlignbare trykkdifferensialer ble oppnådd, noe som antydte effektiv rensing; hvorefter i tillegg det rensede filter kunne sammenligne utseendemessig med det nye filter.

Eksempelene 2 - 8

I de følgende eksempler 2 - 8 ble den samme generelle prosedyre som anvendt i eksempel 1 benyttet for å rens filterelementer med samme konfigurasjon, konstruksjon og nominell poregrad som i eksempel 1. Filterelementene i eksempelene 2 - 8 ble også forurenset før behandling på i det vesentlige samme måte som det forurensede filter i eksempel 1. Konsentrasjonen av (1) ioniserbart materiale i elektrolytten og (2) den sure behandlingsoppløsning, varigheten av (1) elektrolysen og (2) syrebadingen og trykktapet over filteret etter rensing er angitt i tabell 1. Hvis ikke annet spesielt er angitt i tabell 1 er betingelser og prosedyrer som i eksempel 1.

TABELL 1

Elektrolyse ¹		Syrebad ²		Trykkfall	Ren ⁴	
Eksempel ⁵	Konsentrasjon tid	Konsentrasjon tid		g/cm ²	Ja/Nei	
	NaOH	HNO ₃				
2	25 %	30 min.	25 %	2 timer	1,8 (126,6)	Ja
3	50 %	20 min.	25 %	2 timer	1,5 (105,5)	Ja
4	65 %	20 min.	25 %	2 timer	1,5 (105,5)	Ja
5	50 %	20 min.	16 %	2 timer	1,6 (112,5)	Ja
6	50 %	20 min.	25 %	2 timer	1,6 (112,5)	Ja
7	50 %	20 min.	25 %	1 time	1,4 (98,4)	Ja
8	50 %	20 min.	50 %	1 time	1,7 (119,5)	Ja

1 200 ampère/element eller 0,36 ampère/cm²

2 temperatur = 60°C

3 et trykkfall på mindre eller lik 126,6 g/cm² antyder renhet

4 trykkfall som oppnås for filterelementene i eksemplene 2-8
 etter behandling er sammenlignbare med de som oppnås med nye filtre av
 samme konfigurasjon, konstruksjon og nominell poregrad

5 filterelementene i eksemplene 2-8 ble brent ved ca. 371°C i 120 minutter.

Eksempel 9

Et sylindrisk, porøst rustfritt stålfilterelement av den type som er beskrevet i eksempel 1 ovenfor og som hadde vært benyttet ved filtrering av magnetbåndbelegg ble funnet i vesentlig grad å være tilstoppet med en kombinasjon av fast organisk og uorganisk materiale bestående av hovedsakelig tre deler kromdioksyd og ca. 1 del polyuretanharpiksbindingemiddel. Filterelementet ble underkastet følgende behandling:

- 1) filterelementet ble oppvarmet i 2 timer til ca. 370°C i en konvensjonell luftventilert ovn;
- 2) etter avkjøling til omgivelsestemperatur ble elementet forbundet elektrisk med den negative pol av en "Line Welder Aircraft 250, Code 7490" buesveiser og derefter nedsenket i en vandig fosforsyreoppløsning med en syrekonsentrasjon på ca. 72 vekt-%; en grafittblokk (med de samme dimensjoner som i eksempel 1 og innrettet på samme måte) ble partielt nedsenket i den fosforsyrebaserte elektrolytt på samme måte som i eksempel 1; grafitt-elektroden ble forbundet med den positive pol på buesveiseren og en strøm på ca. 0,36 ampère/cm² filterelement ble lagt på systemet ved ca. 10 volt i ca. 30 minutter; man observerte gassutvikling både ved filterelementet eller katoden og ved grafittblokken eller anoden, under denne elektrolytten;
- 3) filterelementet ble så skyllet med vann for å fjerne elektrolytt og for å fortrenge løsgjorte forurensninger fra filterporene;
- 4) filterelementet ble så nedsenket i 68 vekt-%-ig kaliumhydroksyd i vann i 2 timer; i løpet av dette tidsrom ble badet holdt ved en temperatur ved ca. 90°C;
- 5) etter fjerning fra kaliumhydroksydbadet ble filterelementet skyllet med vann for å fjerne kaliumhydroksyduppløsning og for å fortrenge løst forurensning av porene i filterelementet;
- 6) filteret ble så anbragt i en 25 vekt-%-ig salpetersyreoppløsning i et vannbad i et tidsrom på ca. 30 minutter; i dette tidsrom ble badet holdt ved ca. 60°C;

7) etter fjerning av filterelementet fra syren ble filtrert springvann ført gjennom elementet for å fjerne i det vesentlige all gjenværende salpetersyre og å fortrenge i det vesentlige alle gjenværende forurensninger fra filterets porer; det rensede filter ble så sammenlignet med et nytt filter med henblikk på trykkforskjellen over filteret når vann ble ført gjennom filteret i en strømningshastighet av 407 l/minutt pr. m². Filteroverflate; det rensede filter ble funnet å ha et trykkfall sammenlignbart med det til et nytt filter, noe som antyder et rent filter; utseende av det rensede filter og har også sammenlignbart med det til det nye filter element.

Eksemplene 10 - 13

I de følgende eksempler 10 - 13 ble den generelle metode ifølge eksempel 9 benyttet på rene filterelementer av samme konstruksjon, konfigurasjon og nominell poregrad som i eksempel 9. Filterelementene i eksemplene 10 - 13 var også forurensset før behandling på i det vesentlige samme måte som det forurensede filter i eksempel 9. I eksemplene 10 til 13 omfattet elektrolytten 72 vekt-% fosforsyre i vann og elektrolysetrinnet ble gjennomført i 30 minutter ved bruk av den samme pålagte strømstyrke som i eksempel 9. Syrebehandlingen eller badingen ble gjennomført i hvert tilfelle i 30 minutter ved bruk av en 25 vekt-%-ig salpetersyre i vannopløsning. Alkalibehandlingen ble gjennomført ved bruk av KOH i vann ved konsentrasjoner som angitt i tabell 2.

TABELL 2

Alkalivasking		Trykktap ¹	Elementrenhet ²
Konsentrasjon tid	Temperatur	g/cm ³	Ja/Nei
Eksempel ³ KOH			
Kontroll ⁴			
10	56 % 16 timer	91,4 ⁴	Ja
11	56 % 16 timer	91,4	Ja
12	68 % 2 timer	98,4	Ja
13	56 % 8 timer	98,4	Ja

¹ målt ved 407 liter/minutt pr. m² filteroverflate (22,7 l/min.)

² et trykktap mindre eller lik 126,6 g/cm³ antyder renhet

³ elementene i eksemplene 10-13 ble pyrolysert ved 371°C i 120 minutter

⁴ disse trykktap er sammenlignbare med de som ble oppnådd med nytt filter av samme konstruksjon, konfigurasjon og poregrad.

De relativt lave verdier for trykkdifferensiale som oppnås antyder at rensebehandlingen var effektiv. I tillegg var utseende av hvert av disse rensede filtere også sammenlignbart med det til et nytt filterelement.

5 På samme måte er forurensede metallfiltre effektivt behandlet ved bruk av en vandig fosforsyreelektrolytt der konsentrasjonen av syre lå fra 60 til 85 vekt-%. Ved en konsentrasjon på ca. 50 vekt-% reduseres fosforsyre-rensin-
10 gens effektivitet. Over 85 vekt-%, for eksempel ved 90 vekt-%, nødvendiggjorde den økede motstand i elektrolytten høyere spenninger for å oppnå den samme strømstyrke, noe som øket kraftforbruket og gjorde prosessen mindre økonomisk. Av disse grunner er det foretrukne område fra 60
15 til 85 vekt-% når fosforsyre benyttes.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen finner anvendelse ved rensing av porøse rust-frie stålfiltre som er blitt tilstoppet med organisk materiale, metallforurensninger,
20 andre partikkelformige stoffer og kombinasjoner av slike. Prosessen finner spesiell anvendelse ved rensing av filtere som brukes ved filtrering av preparater som benyttes ved fremstilling av magnetånd, polymerer som polyestere, og ved filtrering av katalysatorer som benyttes i fluid-
25 katalytiske krakkingsprosesser og lignende. I henhold til dette finner prosessen ifølge oppfinnelsen spesiell industriell anvendelse i magnetbåndindustrien, oljeindustrien og den kjemiske industri.

30

35

P a t e n t k r a v

1.

5 Fremgangsmåte for behandling av en porøs metallgjenstand ved
å forbinde gjenstanden som elektrode i et elektrolytisk
system, k a r a k t e r i s e r t v e d at gjenstanden i
form av et blokkert metallfilter av rustfritt stål forbindes
som katode i det elektrolytiske system og underkastes en
pålagt likestrøm med en densitet på 0,16 til 0,48 ampère/cm²
10 filteroverflate og som forårsaker utvikling av gass på
filteroverflaten og løsgjøring av blokkerende materiale som
er akkumulert under filterets bruk, å fjerne filteret fra
systemet og å skylle filteret for å fjerne elektrolytt og å
spyle bort gjenværende forurensninger, at filteret før
15 innarbeiding i det elektrolytiske system eventuelt under-
kastes varmebehandling ved forhøyet temperatur for å pyro-
lysere tilstedeværende organisk materiale på filteret, at
filteret etter spyletrinnet for å fjerne elektrolytt
eventuelt behandles med en vandig oppløsning av salpetersyre
20 eller en annen oksyderende syre fulgt av et ytterligere
skylletrinn for å fjerne salpetersyre, og at filteret, etter
spyletrinnet og for å fjerne elektrolytt, eventuelt videre
behandles med en alkalisk oppløsning, skylles for å fjerne
denne, behandles med en vandig oppløsning av salpetersyre,
25 fosforsyre eller en annen oksyderende syre og så skylles for
å fjerne den oksyderende syreoppløsning.

2.

30 Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at det anvendes en elektrolytt som inneholder 60-85
vekt-% fosforsyre og fra 40-15 vekt-% vann.

3.

35 Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at det anvendes en vandig oppløsning inneholdende fra
15-50 vekt-% salpetersyre og fra 85-15 vekt-% vann.

4.

Fremgangsmåte ifølge krav 1 der filteret er av rustfritt stål, k a r a k t e r i s e r t v e d at filteret forbindes med det elektrolytiske system i et tidsrom fra 30 til 45 minutter, at filteret så behandles, efter den første skylling, med en vannbasert alkalisk oppløsning inneholdende fra 50-70 vekt-% KOH, derefter underkastes en andre skylling for å fjerne alkalisk oppløsning og gjenværende forurensninger fra filteret, så behandles med en vandig salpetersyre-oppløsning inneholdende fra 15-50 vekt-% salpetersyre for å oksydere og oppløse gjenværende spor av forurensninger og å lysgjøre filteret og til slutt å skylle filteret for å fjerne salpetersyre fra filteret.

5.

Fremgangsmåte ifølge krav 1 der filteret er av rustfritt stål, k a r a k t e r i s e r t v e d at varmebehandlingen gjennomføres ved en temperatur innen området 243 til 427°C i et tidsrom fra 100 til 140 minutter og at det benyttes en elektrolytt i det elektrolytiske system inneholdende 30 til 65 vekt-% natriumhydroksyd og 70 til 35 vekt-% vann, hvorved tidsrommet i systemet er fra 10 til 60 minutter ved anvendelse av en pålagt likestrøm på fra 0,16 til 0,48 ampère/cm² filteroverflate, og at den påfølgende behandling omfatter bruk av en vandig salpetersyreoppløsning inneholdende fra 15-50 vekt-% salpetersyre for å oksydere filteret.