



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 19 139 T2 2004.12.30**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 059 106 B1**

(51) Int Cl.7: **B01D 39/16**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 19 139.4**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 650 109.4**

(96) Europäischer Anmeldetag: **16.11.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **13.12.2000**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **04.08.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **30.12.2004**

(30) Unionspriorität:

326559 07.06.1999 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(73) Patentinhaber:

Nicast Ltd., Migdal Haemek, IL

(72) Erfinder:

Dubson, Alexander, 23513 Migdal HaEmeck, IL

(74) Vertreter:

derzeit kein Vertreter bestellt

(54) Bezeichnung: **Vorrichtung und Verfahren zur Herstellung eines Filtermaterials**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

GEBIET DER ERFINDUNG UND ALLGEMEINER STAND DER TECHNIK

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft Filtermittel, insbesondere polymere Verbundfaserfilter und die Technologie zu ihrer Herstellung.

[0002] Die Bildung von Filtermaterialien, die in der Lage sind, Teilchen einer Größe von 0,1–10 Mikron aufzufangen, und ihre zunehmende Anwendung ist mit zunehmend stringenten Erfordernissen bezüglich der Qualität und Verlässlichkeit in der Technik hergestellter Waren sowie der schnellen Entwicklung moderner Technologien und Herstellungsverfahren, wie beispielsweise, jedoch nicht darauf beschränkt, der Elektronik, Luftfahrt, Fahrzeugindustrie, elektrochemische Industrie, Biotechnologie, Medizin usw. verbunden.

[0003] Die wichtigsten industriellen Fertigungsverfahren für derartige Materialien umfassen die Herstellung von Polymerlösungen (V. P. Dubyaga et al., Polymermembranen, „Chemistry“ Publishing House, Moskau, 1981 (auf Russisch), V. E. Gul und V. P. Dyakonova, Physikalische und chemische Prinzipien der Polymerfilmherstellung, „Higher School Publishing House, Moskau, 1978 (auf Russisch), Deutsches Patent DE 30 23 788 „Kationisches Absorptionsmittel für das Entfernen saurer Farbstoffe usw. aus Abwasser – aus Aminoplast-Vorkondensat und Amin-Amid-Verbindung zubereitet“), aus Pulvern und polymeren Pulververbundstoffen (P. B. Zhivotinskiy, Poröse Trennungen und Membranen in elektrochemischen Geräten, „Chemistry“ Publishing House, Leningrad, 1978 (auf Russisch); Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Wiley, New York, 1987, Band 8, Seite 533) aus makromonolithischen Filmen (I. Cabasso und A. F. Turbank, „Synthetic membranes“, Band 1, ACS Symposium, Ser. 154, Washington CD, 1981, Seite 267) und aus Fasern und Dispersionen faserförmiger Polymere (T. Miura, „Totally dry unwoven system combines air-laid and thermobonding technology (Vollständig trockenes Vliesssystem verbindet Luftablagerungs- und Heißverklebungstechnologie“, Unwoven World Band 73 (März 1988) Seite 46). Letztere Methode ist die weitverbreitetste, da sie die Herstellung von Materialien mit einem optimalen Kosten-Qualitätsverhältnis ermöglicht.

[0004] Starkes Interesse ist auch am Ausdehnen der herkömmlichen Anwendungen von Filtermaterialien insbesondere auf Kombinationfunktionen des Auffangens von Mikroteilchen in gasförmigen und flüssigen Medien unter Adsorption molekularer Mischungen, beispielsweise beim Entfernen von Mercaptanen, als Substrat für katalytische Reaktionen, beim Verbessern der bakteriziden Wirkung des Filtermaterials usw. zum Ausdruck gebracht worden. Das Erfüllen dieser zusätzlichen Funktionen ist aufgrund des Einführens gewisser funktioneller Gruppen, die zur Bildung einer zusätzlichen Festphase d. h. durch Herstellen von Verbundfiltermaterialien führen, in die Fasermatrix von Füllstoffen möglich.

[0005] Zur Zeit werden hoch wirksame polymere Filtermaterialien aus Synthesefasern durch eine Technologie hergestellt, die in vieler Hinsicht der herkömmlichen, in der Pülpe- und Papierindustrie angewendeten Technologie gleichen. Ein langer Faserfaden wird in Stücke einer vorgegebenen Länge geschnitten, die daraufhin gewissen grundlegenden und zusätzlichen Arbeitsvorgängen unter mehr als 50 Möglichkeiten unterzogen werden, die das chemische Verarbeiten zum Modifizieren von Oberflächeneigenschaften, das Mischen mit Bindemittel- und Stabilisierungsmittelzusammensetzungen, das Kalandern, Trocknungsvorgänge usw. umfassen können (O. I. Nachinkin, Polymermikrofilter, „Chemistry“ Publishing House, Moskau, 1985 (auf Russisch) Seite 157–158). Die Vielfältigkeit eines derartigen technologischen Prozesses behindert die Herstellung von Materialien mit beständigen Eigenschaften für die darauffolgende Ausbeutung, führt zu höheren Kosten der hergestellten Filtermaterialien und schließt praktisch die Herstellung von Verbundstoffen mit Füllstoffen aus, die gegen die Wärmeverarbeitung unter feuchten Bedingungen empfindlich sind.

[0006] Filtermaterialien geringer Effizienz (Klasse ASHRAE), werden durch Schmelzblas- oder Spinnvliesverfahren hergestellt.

[0007] Es gibt jedoch ein Verfahren für die Herstellung ultradünner Synthesefasern (und Vorrichtungen zu ihrer Fertigung), die das Kombinieren des Faserherstellungsverfahrens mit der Bildung eines mikroporösen Filtermaterials ermöglichen und dadurch die Anzahl technischer Arbeitsschritte reduziert, die Notwendigkeit wässriger Reaktionsmedien ausschließt und die Beständigkeit von Eigenschaften der herzustellenden Produkte erhöht (man vergleiche beispielsweise US-Patentschrift Nr. 2,349,950). Diesem Verfahren entsprechend, das als „Elektrokapillarspinnen“ bekannt ist, werden Fasern einer vorgegebenen Länge während des Vorgangs des Strömens der Polymerlösung aus Kapillaröffnungen unter elektrischen Kräften und des Auffallens auf eine Aufnahmevorrichtung unter Bildung eines Polymervliesmaterials gebildet, dessen grundlegende Eigenschaften auf wirksame Weise geändert werden können.

[0008] Bei diesem Verfahren findet die Faserbildung in den Lücken zwischen jeder Kapillare, die unter einem negativen Potential steht, und einer geerdeten Antielektrode in Form eines dünnen Drahts, d. h. in Anwesenheit eines heterogenen Felds, das von Koronaentladung begleitet ist, statt. Der Vorgang des Lösungsmittelverdampfens findet jedoch sehr schnell statt und dadurch unterliegt die Faser verschiedenen elektrischen und aerodynamischen Kräften, was zur Anisotropie der Faserbreite entlang und zur Bildung kurzer Phasen führt.

[0009] Die Herstellung von Filtermaterialien hoher Qualität aus derartigen Fasern ist daher unmöglich, da die elektrische Ladung der Fasern derart niedrig ist, dass der Vorgang der Bildung des Fasermaterials nicht durch elektrische Kräfte gesteuert wird und das Fasermaterial dadurch nicht gleichförmig ist.

[0010] Die Ausnutzung einer Vorrichtung für die Ausführung des oben beschriebenen Verfahrens wird durch eine Reihe technischer Schwierigkeiten kompliziert gemacht:

1. Kapillaröffnungen werden durch Polymerfilme blockiert, die bei irgendeiner Abweichung von den technischen Verfahrensbedingungen – Konzentration und Temperatur der Lösung, Luftfeuchtigkeit, Intensität des elektrischen Felds usw. gebildet werden.
2. Das Vorliegen einer großen Anzahl derartiger Bildungsformen führt zu einem vollständigen Anhalten des technologischen Vorgangs oder es bilden sich Tropfen als Folge des Zerreißens der oben erwähnten Filme.
3. Das Vorliegen eines elektrischen Hochintensitätsfelds im Bereich der Niederschlagselektrode schränkt die Produktivität des Verfahrens ein.

[0011] Aus diesem Grund ist die Herstellung von Synthesefasern durch dieses Verfahren nur aus einer sehr begrenzten Anzahl von Polymeren, beispielsweise Celluloseacetat und niedermolekularem Polycarbonat möglich, die nicht zu den oben beschriebenen Defekten neigen.

[0012] Es muss die Tatsache in Rechnung gezogen werden, dass ein derartig wichtiger Parameter von Filtermaterialien wie die Monodispersität der Poren (und die davon herrührende Trennungseffizienz des Produkts) in diesem Fall nur schwach von den Fasereigenschaften abhängt und größtenteils durch den rein wahrscheinlichkeitsmäßigen Vorgang der Faseraufschichtung bestimmt wird.

[0013] Die Filtermaterialien von heute unterliegen strengen, sich oft widersprechenden Erfordernissen. Zusätzlich zu der hohen Effizienz des Trennens heterogener Flüssigkeits- und Gassysteme wird von ihnen gefordert, dass sie eine geringe hydro-(oder aero-) dynamische Widerstandsfähigkeit des Filters, eine gute mechanische Stärke und technische Eigenschaften (z. B. Faltbarkeit), chemische Beständigkeit, eine gute Schmutzabsorptionseffizienz und eine Vielseitigkeit der Anwendung in Verbindung mit geringen Kosten bieten.

[0014] Eine Voraussetzung für die Herstellung derartiger Produkte ist die Verwendung langer und dünner Fasern hoher Qualität mit einem isometrischen Querschnitt, die monodispergierte Poren enthalten und eine hohe Porosität aufweisen. Der praktische Wert dieses Produkts lässt sich dadurch stark erhöhen, dass mögliche Anwendungen aufgrund der Bildung zusätzlicher Phasen, d. h. bei der Herstellung der oben erwähnten Verbundfiltermaterialien erweitert werden.

[0015] Zur Zeit besteht eine starke Nachfrage nach hoch wirksamen Schwebeteilchenluftfiltern (HEPA)-Filtern, die als dazu fähig definiert sind, 99,97% Teilchen mit 0,3 µm in einem Luftstrom mit 5 cm/s auszufiltern. Ein derartiges Erfordernis wird beispielsweise durch Filter auf der Basis von Glasfasern erfüllt, jedoch auf Kosten eines starken Druckabfalls im Bereich von 30–40 mm H₂O.

[0016] Die US-Patentschriften Nr. 4,874,659 und 4,178,157 lehren beide hocheffiziente Schwebeteilchen-Luftfilter, die in der Lage sind, 99,97% Teilchen mit 0,3 µm in einem Luftstrom mit 5 cm/s auszufiltern, gekennzeichnet durch einen geringeren Druckabfall im Bereich von 5–10 mm H₂O. Diese Filter werden aus Vliesstoff (4,874,659) oder Schnittfolie hergestellt, die aus Polyolefinen wie beispielsweise Polyethylen oder Polypropylen hergestellt sind, die durch Erhitzen auf ca. 100°C teilweise geschmolzen und daraufhin einem immensen elektrischen Feld unterworfen werden, das das Polymer elektrisch aufladet. Das führt zu einem Filtermedium, das durch im Durchmesser dicke Fasern (10–200 µm), eine geringe Porosität gekennzeichnet und elektrisch geladen ist. Letztere Eigenschaft versorgt diese Filter mit Hocheffizienz-Schwebeteilchen-Luft(HEPA)-Eigenschaften. Jedoch weisen derartige Filter einige Einschränkungen auf. Erstens ist die Leistungsfähigkeit derartiger Filter, da sie bezüglich des wirksamen Auffangens von Schwebeteilchen auf der elektrischen Ladung basieren, stark durch die Luftfeuchtigkeit beeinflusst, was zur Ladungsdissipation führt. Zweitens sind derartige Filter aufgrund ihrer Wirkungsweise und der Tatsache, dass sie relativ dünn sind, durch eine geringe Staublast (das Gewicht des Staubs pro Filterbereich, das zu einer zweifachen Erhöhung des Druckabfalls führt) pro Filtergewicht pro Bereichsverhältnis von ca. 0,8 gekennzeichnet, wobei die Staubbelastung derarti-

ger Filter typischerweise ca. 50–80 g/m² und ihr Gewicht pro Bereich ca. 80–130 g/m² beträgt.

[0017] US-A-4,043,331 offenbart ein Produkt, das eine Matte aus Fasern umfasst, die durch das elektrostatische Spinnen eines organischen Materials und Einsammeln der gesponnenen Fasern auf einer geeigneten Aufnahmevorrichtung umfasst. US-A-4,143,196 lehrt ein Faserfilter, das durch elektrostatisches Versprühen flüssiger Faser und Ablagern des Faservlieses auf einem leitfähigen Träger hergestellt wird.

[0018] Aus diesem Grund besteht die Hauptaufgabe der vorgeschlagenen technischen Lösung aus dem Eliminieren der oben aufgeführten Fehler bekannter Lösungen für Filteranwendungen (die hauptsächlich auf das Herstellen von Mikrofiltern aus Polymerfasern ausgerichtet sind) und andere Zwecke, einschließlich der Anwendung als Mikrofiltermittel, d. h. der Bildung von Mitteln und dem Erfüllen der oben aufgeführten Erfordernisse für technische Mittel für die Herstellung von Mikrofiltermaterialien mit neuen Verbrauchereigenschaften.

KURZDARSTELLUNG DER ERFINDUNG

[0019] Einer Ausgestaltung der vorliegenden Erfindung gemäß wird eine Vorrichtung zum Überführen eines verflüssigten Polymers in eine Faserstruktur, wie im angehängten Anspruch 1 definiert, bereitgestellt, umfassend (a) eine im Wesentlichen planare Niederschlagselektrode; (b) einen ersten Mechanismus zum Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode; (c) einen zweiten Mechanismus zum Bilden einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung zum Bewirken dessen, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers durch das erste elektrische Potential zu der Niederschlagselektrode gezogen wird, wobei der erste und zweite Mechanismus so aufgebaut sind, dass, wenn mehrere Fasern auf der Niederschlagselektrode abgeschieden sind, eine hoch wirksame Schwebeteilchen-Luftvliesfaserstruktur erhältlich ist, die mindestens 99,97% Teilchen mit 0,3 µm in einem Luftstrom mit 5 cm/s ausfiltern kann, dadurch gekennzeichnet, dass sie ferner (d) einen Aerosolbildner umfasst, der zum Zuführen eines Aerosols zu der Niederschlagselektrode mit einem zweiten elektrischen Potentialunterschied von der Niederschlagselektrode mit umgekehrten Zeichen zum ersten elektrischen Potentialunterschied verwendbar ist.

[0020] Weiteren Merkmalen bei bevorzugten Ausführungsformen der im folgenden beschriebenen Erfindung entsprechend umfasst der erste Mechanismus zum Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode in Kombination (i) eine Hochspannungsquelle; und (ii) ein mit dem verflüssigten Polymer gemischtes Ladungsregulierungsmittel.

[0021] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen entsprechend umfasst der erste Mechanismus zum Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode des Weiteren (iii) eine Quelle ionisierter Luft, die sich in Kontakt mit dem verflüssigten Polymer befindet.

[0022] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß wird der zweite Mechanismus durch mindestens ein rotierendes Rad mit einem Radkranz betrieben, der mit mehreren Vorsprüngen gebildet ist.

[0023] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß ist jeder der Vorsprünge mit einem Aufnahmehohlraum für das verflüssigte Polymer gebildet.

[0024] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß ist das mindestens eine Rad jeweils in Bezug auf die Niederschlagselektrode geneigt.

[0025] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß schließt das mindestens eine Rad jeweils einen dielektrischen Kern ein.

[0026] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß wird der zweite Mechanismus durch einen Gasblasen bildenden Mechanismus betrieben.

[0027] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß wird der zweite Mechanismus durch einen rotierenden mit einer Vielzahl an Vorsprüngen gebildeten Riemen betrieben.

[0028] Die grundlegende erfindungsgemäße Vorrichtung schließt ein geerdetes laufendes Band ein, das als Niederschlagselektrode funktioniert, und einen Elektrodensammler für das negative Laden einer Polymerlö-

sung mit Bezug auf das sich bewegende Band und zum Bilden von Bereichen starker Oberflächenwölbung in der Polymerlösung.

[0029] Bei einer Ausführungsform der Vorrichtung werden die Bereiche starker Oberflächenwölbung durch Hindurchdrücken der Polymerlösung durch eine Serie von Düsen gebildet. Die Düsen des Elektrodensammlers sind der Länge nach in zylindrische Öffnungen eingesetzt, die in Abständen in einer negativ geladenen Deckplatte des Elektrodensammlers angebracht sind. Die Quelle von Lösungsmitteldämpfen ist mit den Öffnungen verbunden. Bei einer alternativen Konfiguration sind die Düsen durch ein System offener Kanäle mit dem Lösungsmittelgefäß verbunden.

[0030] Bei einer der Ausführungen wird die Vorrichtung mit einer zusätzlichen geerdeten Elektrode (oder alternativ einer Unterpotentialelektrode der gleichen Polarität wie die Hochspannungselektrode, jedoch mit niedrigerer Spannung) versorgt, die parallel zur Oberfläche der Düsen des Elektrodensammlers angebracht und in der Lage ist, sich in einer zur Ebene der Düsen des Elektrodensammlers normalen Richtung zu bewegen.

[0031] Um den Herstellungsprozess zu verbessern, kann die zusätzliche Elektrode die Form eines einzigen, über den Elektrodenzwischenraum gespannten Einzeldrahts annehmen.

[0032] Die zusätzliche Elektrode kann auch die Form einer Lochplatte mit einem Flansch annehmen, in welchem Fall die Oberfläche der zusätzlichen Elektrode, der Flansch und der Elektrodensammler einen geschlossenen Hohlraum bilden und die Öffnungen der Lochplatte coaxial zu den Öffnungen des Elektrodensammlers liegen.

[0033] Die erfindungsgemäße Vorrichtung schließt auch einen Aerosolbildner ein, der in der Form eines hohlen Apparats (Wirbelbettschicht) gebildet und durch eine poröse elektrisch leitende Trennwand getrennt ist, die an die hauptsächlich positive Hochspannungsquelle angeschlossen ist. Der untere Teil des Hohlraums bildet eine Druckkammer, die an einen Verdichter angeschlossen ist, und der untere Teil des Hohlraums ist mit dem dispergierbaren Füllmittel, beispielsweise Polymerpulver, gefüllt.

[0034] Alternativ kann der Aerosolbildner in Form eines Schlitzsprüher, der an eine positive Hochspannungsquelle angeschlossen ist, und einer Trockenfluid-Speisevorrichtung ausgebildet sein, die mit einer Ausdrückvorrichtung zum Liefern des Pulvers an die Sprühhvorrichtung ausgestattet ist.

[0035] Zweitens lässt sich die in der gegenwärtigen Erfindung vorgeschlagene Aufgabe durch die vorgeschlagene Herstellungsmethode für ein Verbundfiltermaterial erreichen, die die in dem angehängten Anspruch 14 definierten Arbeitsvorgänge (Stufen) vorschreibt.

[0036] So wird der vorliegenden Erfindung gemäß ein Verfahren zum Formen eines Polymers in eine hoch wirksame Schwebeteilchen-Luftvliesstruktur bereitgestellt, die 99,97% Teilchen mit $0,3 \mu\text{m}$ in einem Luftstrom mit 5 cm/s ausfiltrieren kann, umfassend die Schritte (a) Verflüssigen des Polymers, um dadurch ein verflüssigtes Polymer herzustellen; (b) Ergänzen des verflüssigten Polymers mit einem Ladungsregulierungsmittel; (c) Bereitstellen einer Niederschlagselektrode; (d) Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode; (e) Bilden einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung zum Bewirken dessen, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers zu der Niederschlagselektrode durch den ersten elektrischen Potentialunterschied gezogen wird, um damit die Vliesfaserstruktur zu bilden, die 99,97% Teilchen mit $0,3 \mu\text{m}$ im Luftstrom mit 5 cm/s auf der Niederschlagselektrode ausfiltrieren kann; und (f) Laden eines Füllstoffpulvers zu einem zweiten elektrischen Potential in Bezug auf die Aufnahmeoberfläche, wobei das zweite elektrische Potential mit umgekehrtem Zeichen zu dem ersten elektrischen Potential vorliegt, um damit ein geladenes Füllstoffpulver zu bilden; und (g) Aussetzen der Vliesfaserstruktur auf der Niederschlagselektrode dem geladenen Pulver gegenüber, um damit das geladene Füllstoffpulver an die Vliesfaserstruktur anzuziehen.

[0037] Noch weiteren Merkmalen bei bevorzugten Ausführungsformen der beschriebenen Erfindung gemäß umfasst wird das Verflüssigen durch Lösen des Polymers in einem Lösungsmittel unter Bildung einer Polymerlösung durchgeführt.

[0038] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß umfasst das Verfahren des weiteren den Schritt des (f) Bereitstellens von Dämpfen des Lösungsmittels in der Nähe der Oberfläche mit starker Wölbung.

[0039] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß wird das Ladungsregulierungsmittel aus der Gruppe ausgewählt bestehend aus biskationischen Amiden, Phenol und Urylsulfidderivaten, Metallkomplexverbindungen, Triphenylmethanen, Dimethylimidazol und Ethoxytrimethylsilanen.

[0040] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß wird das Formen der Oberfläche mit starker Wölbung durch Bewirken dessen durchgeführt wird, dass das verflüssigte Polymer von einer Düse austritt, wobei die Oberfläche mit starker Wölbung ein Meniskus des verflüssigten Polymers ist.

[0041] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß wird das Bilden der Oberfläche mit starker Wölbung durch Befeuchten eines Vorsprungs (**40**) mit einer Spitze mit dem verflüssigten Polymer durchgeführt, wobei die Oberfläche mit starker Wölbung eine an die Spitze grenzende Oberfläche des verflüssigten Polymers ist.

[0042] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß umfasst das Verfahren des Weiteren den Schritt (f) des Bewegens der Niederschlagselektrode so, dass die Vliesfaserstruktur auf der Niederschlagselektrode als Lage gebildet wird.

[0043] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß umfasst das Verfahren des weiteren den Schritt des (f) Vibrierens der Oberfläche mit starker Wölbung.

[0044] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen wird das Vibrieren mit einer Frequenz zwischen ca. 5.000 Hz und ca. 30.000 Hz durchgeführt.

[0045] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß folgt dem Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode das Wiederbeladen des verflüssigten Polymers zu einem zweiten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode, wobei das zweite elektrische Potential in der Größenordnung ähnlich, jedoch mit umgekehrtem Zeichen in Bezug auf das erste elektrische Potential, ist. Bevorzugt werden die ersten und zweiten elektrischen Potentiale mit einer Frequenz von ca. 0,1–10 Hz, bevorzugt ca. 1 Hz, oszilliert.

[0046] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß umfasst das Verfahren die Schritte des (f) Ergänzens des verflüssigten Polymers mit einem Zusatzstoff ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus einem die Viskosität reduzierenden Zusatzstoff, einem die Leitfähigkeit regulierenden Zusatzstoff und einem die Faseroberflächenspannung regulierenden Zusatzstoff.

[0047] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß ist das die Viskosität reduzierende Zusatzmittel Polyoxyalkylen, das die Leitfähigkeit regulierende Zusatzmittel ein Aminsalz und das die Faseroberflächenspannung regulierende Zusatzmittel ein oberflächenaktives Mittel.

[0048] Noch weiteren Merkmalen bei den beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen gemäß ist das verflüssigte Polymer in Bezug auf die Niederschlagselektrode negativ geladen, wobei das geladene Pulver in Bezug auf die Niederschlagselektrode positiv geladen ist.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

[0049] Die Erfindung wird hier nun ausschließlich als Beispiel mit Bezug auf die beiliegenden Zeichnungen beschrieben, wobei

[0050] Fig. 1 eine schematische Zeichnung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung ist, die zwei alternative elektrifizierte Aerosolbildner umfasst;

[0051] Fig. 2a eine Draufsicht des Elektrodensammlers der Vorrichtung von Fig. 1 ist;

[0052] Fig. 2b ein seitlicher Querschnitt des Elektrodensammlers aus Fig. 2a ist;

[0053] Fig. 3 und 4 seitliche Querschnitte alternativer Elektrodensammler auf Düsenbasis sind;

[0054] Fig. 5 ein seitlicher Querschnitt eines Elektrodensammlers auf der Basis eines rotierenden Rads ist;

[0055] Fig. 6 ein seitlicher Querschnitt eines Elektrodensammlers auf der Basis sich hin und her bewegender Nadeln ist;

[0056] Fig. 7 eine Elektronen-Mikroaufnahme eines erfindungsgemäßen Filters ist;

[0057] Fig. 8 ein Querschnitt einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist, die für die Herstellung eines Schichtenfilters mit einer Trägerschicht und einer Vorfilterschicht, die eine Mittelschicht eines hoch wirksamen Schwebeteilchenluftfilters umgeben, geeignet ist;

[0058] Fig. 9a ein Querschnitt einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist, die einen Luftionisator zum Steigern des Ladens des verflüssigten Polymers und dadurch zum Ermöglichen eines homogeneren Niederschlags desselben auf einer Niederschlagselektrode umfasst;

[0059] Fig. 9b eine vergrößerte Ansicht eines Kreises I der Fig. 9a, der einen Luftionisator in größeren Einzelheiten ist;

[0060] Fig. 10 ein Querschnitt eines Mechanismus zum Bilden einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung ist zum Bewirken, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers durch Bildung von Blasen im verflüssigten Polymer zu der Niederschlagselektrode gezogen wird;

[0061] Fig. 11 ein Querschnitt einer erfindungsgemäßen Vorrichtung ist, die mehrere geneigte runde Räder umfasst;

[0062] Fig. 12a–b Seitenansichten und Querschnitte eines einer erfindungsgemäße bevorzugten Ausführungsform entsprechenden Rads, einschließlich eines dielektrischen Kerns ist;

[0063] Fig. 13 ein Querschnitt einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, einschließlich mehrerer geneigter runder Räder in unterschiedlicher Konfiguration ist;

[0064] Fig. 14 eine Seitenansicht eines einer bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsform entsprechenden Rads, einschließlich Aufnahmekammern für das verflüssigte Polymer ist; und

[0065] Fig. 15 eine perspektivische Ansicht noch eines anderen Mechanismus zur Bilden einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung ist, das einen rotierbaren Riemen aus einem leitfähigen Material umfasst, der mit mehreren Vorsprüngen ausgebildet ist, die parallel zu der Niederschlagselektrode rotieren.

BESCHREIBUNG DER BEVORZUGTEN AUSFÜHRUNGSFORM

[0066] Die vorliegende Erfindung betrifft die Herstellung eines hoch wirksamen Schwebeteilchen-Luftfilters, das hier auch als Vliespolymerstruktur bezeichnet wird, und eine Vorrichtung und ein Verfahren für das elektrostatische Niederschlagen von Fasern desselben. Spezifisch kann die vorliegende Erfindung zum Herstellen eines Verbundvliesstofffilters verwendet werden.

[0067] Die Prinzipien und das praktische Durchführen der vorliegenden Erfindung werden unter Bezugnahme auf die Zeichnungen und die beiliegende Beschreibung besser verständlich.

[0068] Vor dem Erklären mindestens einer Ausführungsform der Erfindung in größeren Einzelheiten, sollte man sich im Klaren darüber sein, dass die Erfindung bezüglich ihrer Anwendung nicht auf die Einzelheiten der Konstruktion und der Anordnung der Komponenten, die in der folgenden Beschreibung aufgeführt oder in den Zeichnungen veranschaulicht sind, begrenzt ist. Die Erfindung ist zu anderen Ausführungsformen oder zum Aus- oder Durchführen auf verschiedene Art fähig. Auch sollte man sich Klaren darüber sein, dass die hier benutzte Ausdrucksweise und Terminologie dem Zweck der Beschreibung dient und nicht als begrenzend aufgefasst werden sollte.

[0069] Dem Verfahren der vorliegenden Erfindung entsprechend kann ein hoch wirksames Schwebeteilchenluftfilter hergestellt werden, umfassend Vliesfasern aus einem Polymer. Das erfindungsgemäße Filter ist in der Lage, mindestens 99,97% Teilchen mit 0,3 μm in einem Luftstrom mit 5 cm/s auszufiltern und weist einen Druckabfall von 13 mm H₂O, bevorzugt von ca. 10 mm H₂O, noch bevorzugter von ca. 5 mm H₂O, am bevorzugtesten von ca. 2 mm H₂O, optimal von ca. 0,75 mm H₂O oder weniger auf. So liegt ein Druckabfall eines

Werts im Bereich von ca. 0,75 mm H₂O und ca. 13 mm H₂O innerhalb des Umfangs der vorliegenden Erfindung.

[0070] Das mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltene Filter weist bevorzugt ein Verhältnis der Staubbelastung zum Filtergewicht pro Bereich von ca. 1 bis ca. 1,8 auf. Ein jeder Wert innerhalb dieses Bereichs liegt innerhalb des Umfangs der vorliegenden Erfindung. Beispielsweise macht ein erfindungsgemäßes Filter, das 100 Gramm/m² wiegt und ein Verhältnis von Staubbelastung zum Filtergewicht pro Bereich von 1,5 besitzt, eine zweifache Erhöhung ihres Druckabfalls beim Beladen mit 150 Gramm/m² Staub auf.

[0071] Man wird sich im Klaren darüber sein, dass die in den US-Patentschriften Nr. 4,874,659 und 4,178,157 im Abschnitt bezüglich des Stands der Technik oben beschriebenen Filter durch ein Verhältnis von Staubbelastung zum Filtergewicht pro Bereich von weniger als 0,8 gekennzeichnet sind.

[0072] Einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung gemäß ist das Filter im Wesentlichen elektrisch neutral und aus diesem Grund sind seine Eigenschaften als Filter viel weniger durch Luftfeuchte beeinflusst als die in den US-Patentschriften 4,874,659 und 4,178,157 offenbarten, oben im Abschnitt bezüglich des Stands der Technik beschriebenen Filter, deren Leistung auf den damit verbundenen Ladungen beruht. Das erfindungsgemäße Filter wird typischerweise innerhalb von 5–10 Minuten nach dem Niederschlagen auf einer Niederschlagselektrode elektrisch neutral, wie weiter unten noch näher beschrieben.

[0073] Einer anderen bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsform entsprechend weisen die Fasern einen Durchmesser von ca. 0,1 µm bis ca. 20 µm auf. Fasern mit einem Durchmesser von ca. 0,1–0,5 µm, ca. 0,5–2 µm, ca. 2–5 µm und ca. 5–20 µm liegen alle innerhalb des Umfangs der vorliegenden Erfindung und sind durch Auswählen entsprechender Verfahrensparameter, wie weiter unten in weiteren Einzelheiten aufgeführt, erhältlich. Man wird sich im Klaren darüber sein, dass die in den US-Patentschriften Nr. 4,874,659 und 4,178,157 offenbarten Filter, die dem im Abschnitt bezüglich des Stands der Technik beschrieben sind, durch Durchmesser im Bereich von mehr als 10 bis ca. 200 µm gekennzeichnet sind.

[0074] Noch einer anderen bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsform gemäß weisen mindestens ca. 90% der Fasern einen Durchmesser im Bereich von X und 2X auf, wobei X irgendein Wert im Bereich von ca. 0,1 µm und ca. 10 µm ist. Noch einer anderen erfindungsgemäßen Ausführungsform gemäß weist das Filter Poren auf, die unter den Fasern gebildet sind, wobei mindestens ca. 90% der Poren einen Durchmesser im Bereich von Y und 2Y aufweisen, wobei Y irgendein Wert im Bereich von ca. 0,2 µm und ca. 10 µm ist. Diese letzteren Merkmale des erfindungsgemäßen Filters werden durch die bevorzugte Herstellungsmethode, wie hier im Einzelnen beschrieben, erzielt. Die oben in dem Abschnitt bezüglich des Stands der Technik offenbarten und beschriebenen Filter weisen jedoch nicht die beschriebene Homogenität der Faser und Porendurchmesser auf.

[0075] Fig. 7 bietet eine 4000-fache Vergrößerung des hier beschriebenen Filters. Man beachte bitte, dass viele der gezeigten Fasern eine Stärke von 1 µm aufweisen (was 4 mm in der Elektronenmikroaufnahme entspricht) und dass die Abweichung gering ist. Derartige Vergrößerungen wurden verwendet, um die oben aufgeführten Merkmale und Bereiche zu gewinnen, die die physikalischen Eigenschaften des erfindungsgemäßen Filters beschreiben und durch die sich das erfindungsgemäße von Filtern des Stands der Technik unterscheidet.

[0076] Einer bevorzugten erfindungsgemäßen Ausführungsform entsprechend wird das Filter des Weiteren durch einen Füllstoff ergänzt, der, wie oben beschrieben und hier in weiteren Einzelheiten angegeben, zum Entfernen von Mercaptanen, als Substrat für katalytische Reaktionen, zum Verbessern der bakteriziden Wirkung der Filtermaterialien usw. nützlich ist.

[0077] Der technologische Vorgang des Zubereitens des erfindungsgemäßen Verbundfiltermaterials umfasst zwei grundlegende Stufen, die gleichzeitig stattfinden. Die erste besteht aus der Bildung und dem Niederschlagen, auf einer sich ständig bewegenden Oberfläche (Basis), von ultradünnen Fasern (typischerweise im Bereich von 0,1–10 µm) aus der Polymerlösung, die aus den Kapillaröffnungen unter der Wirkung eines elektrischen Felds strömt.

[0078] Der zweite Arbeitsvorgang besteht aus dem Einführen von mikrodispersierten Teilchen von Füllstoff einer bestimmten Zusammensetzung in die Faserstruktur (Matrix), die vorher in der ersten Produktionsstufe gebildet worden ist.

[0079] Eine grundlegende Variante der erfindungsgemäßen Vorrichtung (**Fig. 1**) umfasst einen Hochspannungs-Elektrodensammler **1**, der als mit der Polymerlösung (oder dem geschmolzenen Polymer) gefülltes Bad gefertigt und mit einer Grundplatte **2** und einem Deckel **2'** ausgestattet ist. Der Elektrodensammler ist an eine Speisevorrichtung **3** (in **Fig. 2b** gezeigt) durch ein biegsames Rohr, das so installiert ist, dass es eine senkrechte Bewegung erlaubt, und eine Quelle **4** hoher Spannung negativer Polarität angeschlossen.

[0080] Spinndüsen **5** mit Spritzdüsen **6**, die Kapillaröffnungen aufweisen sind in Gewindeöffnungen eingeschraubt, die im Deckel **2** des Elektrodensammlers wie auf einem Schachbrett (**Fig. 2**) gebildet sind. Da die Höhe der Spinndüsen etwas geringer ist als die Breite des Deckels **2'** und die Länge einer jeden Spritzdüse **6** die Breite des Deckels **2'** übersteigt, ist der Spritzdüsenabschnitt über dem Deckel **2'** auf der Achse zylindrischer Vertiefungen **7** angebracht, die miteinander durch ein System offener Kanäle **8** (**Fig. 2a**) verbunden sind. Das Lösungsmittel wird in dieses System von Kanälen aus einem Gefäß **9** eingespeist.

[0081] Eine Niederschlagselektrode **10** befindet sich in gewissem Abstand (z. B. ca. 15–50 cm) oberhalb des Deckels **2'**. Die Niederschlagselektrode **10** ist in Form einer sich ständig bewegenden Oberfläche (im Betriebsmodus), beispielsweise einem aus elektrisch leitfähigem Material hergestellten Band, gefertigt. Die Niederschlagselektrode **10** ist geerdet. Wellen **11** und **12**, die an einen elektrischen Motor (in den Zeichnungen nicht gezeigt) angeschlossen sind, sind für das Antreiben der Niederschlagselektrode **10**, das unter Spannung Halten der Niederschlagselektrode **10** und das vorläufige Komprimieren des Materials auf der Niederschlagselektrode **10** verantwortlich.

[0082] Ein Teil der Niederschlagselektrode **10** ist um die Welle **13** gewunden, die einen großen Durchmesser aufweist, und ist daher in den rechteckigen Hohlraum des elektrifizierten Aerosolbildners eingetaucht. Der Hohlraum des elektrifizierten Aerosolbildners ist durch eine poröse leitfähige Trennwand **15** in zwei Abschnitte geteilt. Die Trennwand ist an eine Hochspannungsquelle **16** positiver Polarität angeschlossen. Der untere Teil **14** des elektrifizierten Aerosolbildners, der die Druckkammer **17** bildet, ist an einen Verdichter (in den Zeichnungen nicht gezeigt) angeschlossen. Ein mikrodispersierbarer Füllstoff wird auf die Oberfläche der porösen Trennwand **15** im oberen Teil des Bildners gegossen. Bevorzugt wird die in **Fig. 1** gezeigte Vorrichtung als Ganzes in einem hermetisch verschlossenen Behälter gehalten, der mit einer Saugereinheit und einer Absetzkammer für das Auffangen und Rezyklieren der Lösungsmitteldämpfe (in den Zeichnungen nicht gezeigt) ausgestattet ist.

[0083] Der elektrifizierte Aerosolbildner kann auch in Form eines Schlitzspritzers (**18**) ausgeführt sein, der durch eine Rohrleitung an die Trockenpulver-Ausstoßspeisevorrichtung **19** und an eine Quelle positiver Hochspannung **16** angeschlossen ist. Die Verwendung der Schlitzspritzvorrichtung mit Laden des Aerosols in Koronaentladungsfeld ist im Falle eines Metallpulvers (einschließlich Graphitpulvers) und Pulvern, die sich nicht leicht fluidisieren lassen, bevorzugt.

[0084] Experimentell hat es sich gezeigt, dass in Filtern mit hoher Falzbarkeit, sich durch Zusetzen, zu der Polymergrundschicht, einer äußerst geringen Menge (sagen wir ca. 2–3%) eines Pulvers, wie beispielsweise Polypropylenpulvers, Epoxidpulvers und/oder Phenolformaldehydpulvers und des weiteren durch Zusetzen von ca. 5–6% eines zweiten Pulvers, wie beispielsweise Talkumpulver, Zinkpulver und oder Titandioxidpulvers und darauffolgendes Erhitzen der in das Filter geladenen Pulver auf ca. 70–80 % der Schmelztemperatur des in der Grundschicht verwendeten Polymers Leistungsfähigkeiten erzielen lassen.

[0085] Die Erhitzungsrate eines jeden der obigen Pulver hängt von der Dispersion des Pulvers und den spezifischen Wärmemerkmalen ab. So ist bei Polymerpulvern mit hoher Dispersion (quadratischer mittlerer Durchmesser 1–5 µm) das Erhitzen gering. Größere Metall- und Oxidpulver erfordern relativ höhere Temperaturen.

[0086] Die Richtung der Fasernspeisung auf der senkrechten Oberfläche kann umgekehrt werden und die Dimensionen des Elektrodensammlers und die Anzahl von Kapillaren können mit Hilfe der in **Fig. 3** dargestellten Vorrichtung minimiert werden. Die Vorrichtung besteht aus einem Elektrodensammlerrahmen **20**, der aus einem dielektrischen Material hergestellt ist und einen zentralen Kanal **21**, beispielsweise zylindrischer Form, aufweist. Dieser Kanal ist durch eine Rohrleitung an eine Speisevorrichtung (in der Zeichnung nicht gezeigt) angeschlossen und mit einer Öffnung **22** ausgestattet, um den Austausch von Gasen mit der Atmosphäre zu gestatten. Eine Sammelschiene **23** mit Spinndüsen **5** und Spritzdüsen, die Kapillaröffnungen aufweisen, ist im unteren Teil des Rahmens **20** eingebaut. Die Spritzdüsen sind an eine Hochspannungsquelle (in der Zeichnung nicht gezeigt) angeschlossen. Der Deckel **24** mit Öffnungen **25** wird vor der Sammelschiene angebracht. Spritzdüsen **6** sind mit koaxialem Abstand in diese Öffnungen eingesetzt. Die Innenfläche des Deckels und der Sammelschiene bildet einen Hohlraum **26**, der durch eine Rohrleitung an eine Sättigungsvorrichtung (in der

Zeichnung nicht gezeigt) angeschlossen ist.

[0087] In einer Reihe von Fällen kann das Verfahren für das Herstellen des Verbundfiltermaterials durch praktisches Ausführen der in **Fig. 4** gezeigten Vorrichtung verbessert werden. Hier dient ein dielektrischer Flansch **28** als Basis für eine geerdete Lochplatte **27** (oder alternativ eine untere Potentialplatte der gleichen Polarität wie die Hochspannungselektrode, jedoch mit niedrigerer Spannung), die mit einem gewissen Abstand *C*, sagen wir ca. 0,5–13 cm, parallel zu den Oberflächen des Elektrodensammlers **20** und der Sammelschiene **23** eingebaut ist. Die Platte **27** stützt sich auf dem Flansch derart ab, dass eine senkrechte Bewegung für das Regulieren der Größe des Abstands *C* geboten wird. Die Öffnungen **29** der Lochplatte sind koaxial zu den Öffnungen von Elektrodensammler-Spritzdüsen. Die Innenfläche der Lochplatte **27** und Sammelschiene **23** bildet einen Hohlraum **26**, der durch eine Rohrleitung an eine Sättigungsvorrichtung angeschlossen ist.

[0088] Die vorgeschlagene Vorrichtung funktioniert in ihrer grundlegenden Form wie folgt: von der Speisevorrichtung **3** (**Fig. 2b**) fließt die Polymerlösung in das Elektrodensammlerbad **1** und unter der Wirkung von hydrostatischem Druck beginnt die Polymerlösung durch die Kapillaröffnungen der Spritzdüsen **6** extrudiert zu werden. Sobald sich in der Polymerlösung ein Meniskus bildet, beginnt der Vorgang der Lösungsmittelverdampfung. Dieser Vorgang ist von der Bildung von Kapseln mit einer halbstarren Hülle begleitet, deren Dimensionen einerseits durch hydrostatischen Druck, die Konzentration der ursprünglichen Lösung und den Wert der Oberflächenspannung und andererseits durch die Konzentration des Lösungsmitteldampfes im Bereich der Kapillaröffnungen bestimmt werden. Letzterer Parameter wird durch die Wahl des Bereichs freier Verdampfung vom Deckel **2'** und der Lösungsmitteltemperatur optimiert. Alternativ oder zusätzlich dazu wird er durch das Bedecken der Vorrichtung und das Ergänzen seiner Atmosphäre mit Lösungsmitteldampf (z. B. durch einen Lösungsmitteldampfbildner) optimiert.

[0089] Ein elektrisches Feld, das von einer unipolaren Koronaentladung im Bereich der Spritzdüse **6** begleitet ist, wird zwischen dem Deckel **2'** und der Niederschlagsselektrode **10** durch Anschalten einer Hochspannungsquelle **4** gebildet. Da die Polymerlösung eine gewisse elektrische Leitfähigkeit besitzt, werden die oben beschriebenen Kapseln aufgeladen. Coulomb-Repulsivkräfte innerhalb der Kapseln führen zu einer dramatischen Erhöhung des hydrostatischen Drucks. Die halbstarren Hüllen werden gedehnt und eine Reihe punktförmiger Mikrobrüche, (2–10) werden auf der Oberfläche jeder Hülle gebildet. Ultradünne Strahlen von Polymerlösung beginnen aus diesen Öffnungen herauszusprühen. Diese sich mit hoher Geschwindigkeit in dem Elektrodenintervall bewegenden Strahlen beginnen, Lösungsmittel zu verlieren und Fasern zu bilden, die chaotisch auf der Oberfläche der sich bewegenden Niederschlagsselektrode **10** unter Bildung einer lagenähnlichen Fasermatrix niedergeschlagen werden.

[0090] Da die Polymerfaser eine hohe elektrische Oberflächenwiderstandsfähigkeit aufweist und das Volumen des mit der Niederschlagsselektrodenoberfläche in Kontakt stehend Materials gering ist, behält die Fasermatrix die negative elektrische Ladung für eine relativ lange Zeit, ca. 5–10 Minuten bei. Man wird sich im Klaren darüber sein, dass der elektrische Widerstand durch spezielle Zusatzmittel geregelt werden kann.

[0091] Wenn Druckluft in die Druckkammer **17** des elektrifizierten Aerosolbildners **14** eingespeist und die Hochspannungsquelle **16** eingeschaltet wird, so wird mikrodispersierbarer Füllstoff fluidisiert und nimmt eine positive elektrische Ladung an. Unter der Wirkung elektrischer und aerodynamischer Kräfte bewegen sich Füllstoffteilchen an die Oberfläche der Niederschlagsselektrode **10**, die die Fasermatrix hält. Aufgrund der Wirkung von Coulombkräften treten die Füllstoffteilchen in Wechselwirkung mit der Fasermatrix, durchdringen ihre Struktur und bilden ein Verbundmaterial.

[0092] Wenn das Niederschlagsselektrodenband **10** zwischen den Wellen **11** hindurchgeht, findet eine vorläufige Materialverdichtung statt, die durch die Neuverteilung der Füllstoffteilchen im Matrixvolumen begleitet ist. Kugelförmige Teilchen, die ausschließlich durch elektrische Kräfte an das Fasermaterial angebunden sind, bewegen sich Bahnen geringsten Widerstands entlang in Mikrozononen, die eine Mindestvolumendichte an Matrixmaterial aufweisen unter Füllen großer Poren und verbessern dadurch die Homogenität des Verbundstoffs und des Mikrodispersionsgrads der Poren.

[0093] Die mikrodispersierbaren Pulver folgender Materialien können als Füllstoffe verwendet werden: ein Polymer der gleichen chemischen Zusammensetzung wie derjenigen der Matrix, Polymerlatizes, Glas oder Teflon sowie aktive Füllstoffe, die zur Herstellung von Mikrofiltrier-Verbundmaterialien mit neuen Verbrauchereigenschaften führen. Diese neuen Materialien finden als Adsorptionsmittel, Indikatoren, Katalysatoren, Ionenaustauschharze, Pigmente, Bakterizide usw. Anwendung.

[0094] Die Verwendung eines elektrifizierten Aerosolbildners, wie er oben mit der fluidisierten Schicht beschrieben ist, ermöglicht eine hohe Produktivität des Verfahrens und eine hohe Produkthomogenität. Jedoch ist es bei mehreren Pulvern schwierig, eine fluidisierte Schicht zu bilden: Metallpulver, besonders katalytische Metalle, können einem elektrischen Niederschlagen nur im Feld einer unipolaren Koronaentladung unterworfen werden. Aus diesem Grund ist es in diesen Fällen sowie im Fall, in dem es notwendig ist, genaue Füllstoffmengen auszumessen, wert, eine Schlitzspritzvorrichtung **18** als elektrifizierten Aerosolbildner (**Fig. 1**) zu verwenden.

[0095] Wenn Druckluft aus einem Verdichter in die Trockenpulver-Speisevorrichtung eingespritzt und die Hochspannungsquelle angeschaltet wird, so wird der gepulverte Füllstoff in die Schlitzspritzvorrichtung **18** eingedrückt. Die aus den Spritzvorrichtungsöffnungen kommende Aerosolwolke wird in dem unipolaren Koronaentladungsfeld aufgeladen und unter der Wirkung elektrischer und aerodynamischer Kräfte zur Niederschlagselektrode übertragen, wo sie mit der Fasermatrix, wie oben beschrieben, in Wechselwirkung tritt.

[0096] Das Funktionieren der in **Fig. 3** beschriebenen Vorrichtung entspricht in vielen Hinsichten dem Funktionieren der grundlegenden Vorrichtung. Der Hauptunterschied ist wie folgt: Lösungsmitteldampf aus der Sättigungsvorrichtung wird unter leichtem Überdruck in den Hohlraum **26** eingespeist und tritt durch Öffnung **25** aus, indem er über die Kanten der Öffnungen der Spritzdüsen **6** strömt. Als Alternative oder zusätzlich dazu wird die Vorrichtung bedeckt und ihre Atmosphäre mit Lösungsmitteldampf ergänzt (z. B. durch einen Lösungsmitteldampfbildner).

[0097] Der Vorteil dieser Konfiguration liegt in der Tatsache, dass sie die Möglichkeit einer leichten räumlichen Neuorientierung und Faserspeisung in irgendeine Richtung bietet und dass sie in kompakter Form mit einer geringen Anzahl an Kapillaren hergestellt werden kann. Eine Vorrichtung dieses Typs ist in Anlagen nicht effizient, die auf einen hohen Durchsatz ausgerichtet sind, aufgrund der Schwierigkeiten, eine homogene Verteilung der Dampf-Luftmischung durch eine große Anzahl von Öffnungen zu erzielen und der Möglichkeit der Dampfkondensation in Rohrleitungen und des darauffolgenden Fallens von Tröpfchen.

[0098] Die Intensivierung des Fasermatrix-Herstellungsverfahrens und eine Reduzierung der Faserbreite zum Herstellen von Filtermaterialien mit einer Mindestporengröße setzt einerseits voraus, dass die Intensität des elektrischen Felds auf Werte erhöht werden sollte, die in der Nähe des Niveaus liegen, bei dem elektrische Entladungen sich zwischen den austretenden Fasern und der Niederschlagselektrode **10** zu bilden beginnen und andererseits, dass die Konzentration von Lösungsmitteldämpfen in dem Elektrodenzwischenraum erhöht werden kann, um die Fähigkeit, die Faserbildung zu konsolidieren, beizubehalten. Das Erhöhen der Lösungsmitteldämpfe in dem Elektrodenzwischenraum kann beispielsweise durch Bedecken der Vorrichtung und Ergänzen ihrer Atmosphäre mit Lösungsmitteldampf (z. B. durch einen Lösungsmitteldampfbildner) bewirkt werden. Die optimale Stärke des elektrischen Felds sowohl zwischen dem Elektrodensammler **1** und der Niederschlagselektrode **10** und zwischen dem elektrifizierten Aerosolbildner und der Niederschlagselektrode **10** liegt zwischen ca. 2,5 kV/cm und ca. 4 kV/cm.

[0099] Eine Erhöhung der durchschnittlichen Intensität und Heterogenität des elektrischen Felds, die zur Koronaentladung führt, kann durch Installieren, im Elektrodenzwischenraum, einer oder mehrerer geerdeter Elektroden (oder als Alternative von Unterpotentialelektroden der gleichen Polarität wie die Hochspannungselektrode, jedoch mit geringerer Spannung), die beispielsweise in Form von Drähten hergestellt sind, erzielt werden. Diese Lösung ermöglicht eine 1,5–2-fältige Erhöhung der Produktivität des Vorgangs, führt jedoch nicht zur Bildung kurzer Fasern verschiedener Stärke und Größenparameter. Die negative Wirkung des Verwendens einer linearen geerdeten Elektrode anstatt einer planaren geerdeten Elektrode unter Bildung eines nichthomogenen elektrischen Felds kann durch Erhöhen der Lösungsmitteldampfkonzentration im Faserbildungsbereich reduziert werden, was in offenen Vorrichtungen schwierig ist und den Lösungsmittelverbrauch und in manchen Fällen die Brandgefahr erhöht. Das Erhöhen der Lösungsmitteldampfkonzentration im Faserbildungsbereich kann beispielsweise durch Bedecken der Vorrichtung und Ergänzen ihrer Atmosphäre mit Lösungsmitteldampf (z. B. durch einen Lösungsmitteldampfbildner) bewirkt werden.

[0100] Dieser Mangel lässt sich durch Anwenden der oben beschriebenen und in **Fig. 4** dargestellten Vorrichtung überwinden.

[0101] Durch Anschalten der Hochspannungsquelle **4** im Abstand C wird ein homogenes elektrisches Feld gebildet, dessen Intensität leicht auf 10–15 kV/cm erhöht werden kann. Unter diesen Bedingungen wird die Auswirkung des elektrischen Felds auf den Strahl von Polymerlösung signifikant erhöht. Die Faser kommt dünner und ihrer gesamten Länge entlang homogener heraus. Die ursprüngliche Fasergeschwindigkeit erhöht sich

ebenfalls und daraufhin kommt sie durch die Öffnungen **29** der Lochplatte **27** heraus und wird wie oben beschrieben auf der Oberfläche der Niederschlagselektrode aufgeschichtet. Eine Änderung der Größe des Abstands C ermöglicht das Regulieren der Faserdicke und der Produktivität der Vorrichtung sowie des Porositätsgrads des Materials.

[0102] Die vorliegende Erfindung kann zum Herstellen der Polymerfaserstruktur aus einem viel breiteren Sortiment von Polymeren verwendet werden, als das mit Hilfe des Stands der Technik der US-Patentschrift 2,349,950 möglich ist.

[0103] Beim Reduzieren der vorliegenden Erfindung in die Praxis hat es sich erwiesen, dass zum Erhalten einer hoch wirksamen Schwebeteilchen-Luftvliesfaserstruktur, die mindestens 99,97% Teilchen mit 0,3 µm in einem Luftstrom mit 3 cm/s ausfiltern kann und des Weiteren die oben beschriebenen Merkmale aufweist, ein Verbessern des Ladens des Polymers erforderlich ist. Das verbesserte Laden wird erfindungsgemäß durch Mischen des verflüssigten Polymers mit einem Ladungsregulierungsmittel (z. B. einem dipolaren Zusatzmittel) unter Bildung beispielsweise eines Komplexes aus Polymer/dipolarem Zusatzmittel bewirkt, der scheinbar besser mit ionisierten Luftmolekülen, die unter dem Einfluss des elektrischen Felds gebildet werden, in Wechselwirkung tritt. Es wird auf nichtbegrenzende Art angenommen, dass die Extraladung, die den neugebildeten Fasern zugeschrieben wird, für ihre homogenere Ausfällung auf der Niederschlagselektrode verantwortlich ist, wobei eine Faser besser an ein örtliches Maximum angezogen wird, bei dem es sich um lokale Position handelt, die durch ältere ausgefällte Fasern, die, wie man sich erinnern wird, ihre Ladung 5–10 Minuten lang beibehalten, äußerst unterrepräsentiert ist. Das Ladungsregulierungsmittel wird typischerweise im Grammäquivalent pro Literbereich, sagen wir im Bereich von ca. 0,01 bis ca. 0,2 Normalen pro Liter, je nach dem jeweiligen Molekulargewicht des Polymers und des verwendeten Ladungsregulierungsmittels, zugesetzt.

[0104] Die US-Patentschriften Nr. 5,726,107, 5,554,722 und 5,558,809 lehren die Verwendung von Ladungsregulierungsmitteln in Kombination mit Polykondensationsverfahren bei der Herstellung von Elektrefasern, bei denen es sich um Fasern handelt, die durch eine permanente elektrische Ladung gekennzeichnet sind, unter Anwendung des Schmelzspinn- und anderer Verfahren, bei denen keine Niederschlagselektrode verwendet wird. Ein Ladungsregulierungsmittel wird derart hinzugegeben, dass es in die geschmolzenen oder teilweise geschmolzenen Fasern eingebaut wird und darin eingebaut bleibt, um die Fasern mit einer elektrostatischen Ladung zu versorgen, die auf längere Zeitspannen, sagen wir Monate, hin nicht abgeführt wird.

[0105] In starkem Gegensatz dazu, binden sich die erfindungsgemäßen Ladungsregulierungsmittel sich nur vorübergehend an die Außenfläche der Fasern und deshalb wird die Ladung kurz darauf (innerhalb von Minuten) abgeführt. Der Grund dafür ist, dass eine Polykondensation in keiner Weise stattfindet, so dass eine chemische Wechselwirkung zwischen dem Mittel und dem Polymer nicht vorliegt und des Weiteren der geringen Konzentration des verwendeten Ladungsregulierungsmittels zuzuschreiben ist. Das so erhaltene Filter ist daher im Wesentlichen ladungsfrei.

[0106] So schließt ein Mechanismus zum Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die erfindungsgemäße Niederschlagselektrode bevorzugt eine Hochspannungsquelle, wie beschrieben, ein.

[0107] Geeignete Ladungsregulierungsmittel umfassen, sind jedoch nicht darauf beschränkt, monocyclische und polycyclische Radikale, die sich an das Polymermolekül beispielsweise über -C=C-, =C-SH- oder -CO-NH-Gruppen binden, einschließlich biskationische Amide, Phenol und Urylsulfidderivate, Metallkomplexverbindungen, Triphenylmethane, Dimethylimidazol und Ethoxytrimethylsilane. Zusatzmittel zum Regulieren der Leitfähigkeit, wie weiter unten beschrieben, können ebenfalls verwendet werden.

[0108] Die Funktionalität beispielsweise von biskationischen Amidien wurde experimentell beurteilt. Zu diesem Zweck wurde eine 14%ige Lösung eines verzweigten Polycarbonatpolymers (Molmasse = ca. 110.000) in Chloroform zubereitet (die Viskosität betrug 180 cP). Die obige Lösung, ergänzt mit steigenden Konzentrationen von biskationischem Säureamid, wurde in Kombination mit einer Vorrichtung, wie in **Fig. 3** gezeigt, verwendet und, wie mit Bezug auf **Fig. 3** beschrieben, Niederschlagsfiltern zugeführt, die daraufhin auf ihre physikalischen und funktionellen Eigenschaften hin untersucht wurden. Die Untersuchung schloss das Beurteilen des Faserdurchmessers und der Gleichförmigkeit der Verteilung sowie Bewertungen des Druckabfalls ein. Der Zusatz steigender Mengen von biskationischem Säureamid änderte den Faserdurchmesser nicht, hatte jedoch eine auffallende Wirkung auf die Gleichförmigkeit der Verteilung, was zum Reduzieren der mit derartigen Filtern verbundenen Druckabfallswerte, wie beispielsweise in Tabelle 1 unten aufgeführt, führte:

TABELLE 1

Konzentration an biskationischem Säureamid (N-10 ⁻²)	Druckabfall bei 100 g/m ² - Filtern (mm H ₂ O)
0	22
0,1	22
0,2	18
0,3	6
0,5	5
0,6	5
0,7	6
1,0	5

[0109] Aus Tabelle 1 ist ersichtlich, dass das zugesetzte Ladungsregulierungsmittel das Filterprodukt bezüglich des Druckabfalls verbessert. Es ist außerdem klar, dass der Einfluss des Ladungsregulierungsmittels seine maximale Wirksamkeit bei einer niedrigen Konzentration erreicht und dass das Erhöhen seiner Konzentration über diesen Wert keine weitere Verbesserung der Qualität des Produkts bezüglich des Druckabfalls bewirkt.

[0110] Bei einem ähnlichen Versuch wurde die Funktionalität beispielsweise einer Metallkomplexverbindung (Eisensalicylsäurekomplex) experimentell bewertet. Zu diesem Zweck wurde eine 12%ige Lösung eines Polysulfonpolymers (Molmasse = ca. 80.000) in Chloroform zubereitet (die Viskosität betrug 140 cP, die Leitfähigkeit 0,32 µS). Die obige Lösung, ergänzt mit steigenden Konzentrationen der Metallkomplexverbindung, wurde in Kombination mit einer Vorrichtung, wie in **Fig. 3** gezeigt, verwendet und, wie mit Bezug auf **Fig. 3** beschrieben, Niederschlagsfiltern zugeführt, die daraufhin auf ihre physikalischen und funktionellen Eigenschaften hin untersucht wurden. Die Untersuchung schloss das Beurteilen des Faserdurchmessers und der Gleichförmigkeit der Verteilung sowie Bewertungen des Druckabfalls ein. Wie vorher änderte der Zusatz steigender Mengen von Ladungsregulierungsmittel den Faserdurchmesser nicht, hatte jedoch eine auffallende Wirkung auf die Gleichförmigkeit der Verteilung, was zum Reduzieren der mit derartigen Filtern verbundenen Druckabfallswerte, wie beispielsweise in Tabelle 2 unten aufgeführt, führte:

TABELLE 2

Konzentration an Eisen- salicylsäurekomplex (N-10 ⁻²)	Druckabfall bei 100 g/m ² - Filtern (mm H ₂ O)
0	18
0,1	9
0,2	3
0,3	3
0,5	3
0,6	3
0,7	3
1,0	3

[0111] Aus Tabelle 2 ist ersichtlich, dass das zugesetzte Ladungsregulierungsmittel das Filterprodukt bezüglich des Druckabfalls verbessert. Es ist außerdem klar, dass der Einfluss des Ladungsregulierungsmittels seine maximale Wirksamkeit bei einer niedrigen Konzentration erreicht und dass das Erhöhen seiner Konzentration über diesen Wert keine weitere Verbesserung der Qualität des Produkts bezüglich des Druckabfalls bewirkt.

[0112] Dieses Phänomen lässt sich durch Sättigung der Polymerfaseroberfläche durch das Ladungsregulierungsmittel und des Weiteren durch den Verlust von Zugangsladung an die umgebende Atmosphäre erklären.

[0113] Die Ladung (oder deren Fehlen) kann durch eine zweckgebundene Vorrichtung, nämlich einen Anzeiger für das Messen elektrischer Feldintensitäten, gemessen werden. Der Endwert der elektrischen Ladung oder die Verlustrate spiegeln die homogene Faserverteilung nicht wieder. Nur die Anfangsrate der Ladung ist zu diesem Zweck wichtig. Die für die Ladungsabführung erforderliche Zeit beträgt ungefähr ein paar Minuten.

[0114] Die Vorrichtung und das Verfahren gemäß vorliegender Erfindung unterscheiden sich von diejenigen, die in den an Martin et al vergebenen US-Patentschriften Nr. 4,043,331 und 4,127,706 und der an Anton Formhals vergebenen US-Patentschrift Nr. 1,975,504 offenbart sind, dadurch, dass sie das Herstellen einer hoch wirksamen Luftvliesfaserstruktur ermöglichen, die 99,97% Teilchen mit 0,3 µm in einem Luftstrom mit 5 cm/s ausfiltern kann und die des Weiteren die oben beschriebenen physikalischen Merkmale aufweist. Die in den obigen Patenten offenbarten Vorrichtungen und Verfahren sind nur in der Lage, Filter geringerer Qualität zu bieten, die nicht in der Lage sind, den Erfordernissen hoch wirksamer Schwebeteilchen-Luftfilter, wie sie hier beschrieben sind, zu entsprechen.

[0115] Einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung gemäß folgt auf das Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode das erneute Laden des verflüssigten Polymers zu einem zweiten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode, wobei das zweite elektrische Potential in der Größenordnung ähnlich ist, jedoch mit umgekehrten Zeichen in Bezug auf das erste elektrische Potential vorliegt. Bevorzugt wird die Ladung zwischen dem ersten und zweiten elektrischen Potential mit einer Frequenz von ca. 0,1–10 Hz oszilliert. Die Ladungssoszillation führt zu einer Produktivität des Verfahrens, homogeneren Verteilung der niedergeschlagenen Fasern und zu Filtern verbesserter Qualitäten, wie oben beschrieben.

[0116] Polymere, die sich für die vorliegende Erfindung eignen, umfassen Polysulfon, Polyphenylsulfon, Polyethersulfon, Polycarbonat im Allgemeinen, ABS, Polystyrol, Polyvinylidenfluorid, postchloriertes Polyvinylchlorid und Polacrylnitril. Geeignete Lösungsmittel umfassen unter anderem Chloroform, Benzol, Aceton und Dimethylformamid. Die optimale Konzentration der Lösung hängt von dem verwendeten spezifischen Polymer und Lösungsmittel ab. Im Allgemeinen ist die Prozessausbeute umso höher und die Porosität des Produkts umso niedriger, je höher die Konzentration des Polymers in der Lösung ist. Konzentrationen von ca. 10% bis ca. 12% haben sich als optimal für die im Elektrodensammler **1** verwendete Polymerlösung erwiesen. Geschmolzene Polymere wie beispielsweise, jedoch nicht darauf beschränkt, Polyolefine, einschließlich Polyethylen und Polypropylen, eignen sich ebenfalls für das erfindungsgemäße Verfahren.

[0117] Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, den Lösungen dieser Polymere gewisse Zusatzmittel hinzuzusetzen. Aminsalze wie Tetraethylammoniumbromid und Benzyltriethylammoniumbromid werden zum Regulieren der Leitfähigkeit der Polymerlösung, wie oben beschrieben, verwendet. Geringe Mengen von Polyoxyalkylen-Zusatzmitteln hoher Molmasse (im Größenbereich von 500.000), wie beispielsweise Polyethylenglykol und Polyvinylpyrrolidon fördern die Bildung der Polymerlösungsstrahlen durch Reduzieren der intermolekularen Reibung. Tenside wie Dimethylimidazol und Ethoxytrimethylsilan verbessern die Faserdicke und -gleichförmigkeit. Durch Verwenden von die Viskosität und Oberflächenspannung reduzierenden Zusatzmitteln ist es möglich, die Polymerkonzentration um bis zu ca. 17–18% zu erhöhen.

[0118] Noch allgemeiner umfasst der Umfang der vorliegenden Erfindung die Herstellung der Polymerfaserstruktur aus einem verflüssigten Polymer und nicht nur aus einer Polymerlösung. Der Ausdruck verflüssigtes Polymer soll ein Polymer bedeuten, das durch irgendeine Möglichkeit, einschließlich Lösen des Polymers in einem Lösungsmittel, wie oben beschrieben, und Schmelzen des Polymers in einen flüssigen Zustand versetzt worden ist.

[0119] Ebenfalls noch allgemeiner umfasst der Umfang der vorliegenden Erfindung die Bildung einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer ausreichend starker Wölbung zum Auslösen des oben besprochenen Vorgangs der geladenen Kapseln, was zur Bildung der Strahlen von verflüssigtem Polymer führt, die sich in Fasern verwandeln und auf die Niederschlagselektrode **10** niederschlagen. Wie oben besprochen, werden, wenn es sich bei dem verflüssigten Polymer um eine Polymerlösung handelt, Fasern durch Verdampfen des Lösungsmittels gebildet. Handelt es sich bei dem verflüssigten Polymer um eine Schmelze, so werden die Fasern durch Verfestigung der Strahlen gebildet.

[0120] Bei dem oben beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich bei der stark gewölbten

Oberfläche um Menisken von aus Düsen **6** austretender Polymerlösung. Andere Mechanismen für das Bilden dieser stark gewölbten Oberflächen sind in **Fig. 5** und **6** veranschaulicht. **Fig. 5** veranschaulicht eine Variation des Elektrodensammlers **1**, bei dem die in einem Tank **33** gespeicherte Polymerlösung durch eine Pumpe **32** durch eine Speiserohrleitung **31** zu einer Abgabekammer **36** gepumpt wird. Ein rundes Rad **30**, das aus einem elektrisch leitfähigen Material hergestellt ist, ist drehbar in der Abgabekammer **36** montiert. Auf den Rand **38** des Rads **30** sind dreieckige Vorsprünge **40** montiert, die aus einem Material hergestellt sind, das durch die Polymerlösung befeuchtet wird. Spitzen **42** der Vorsprünge **40** zeigen von dem Rad **30** radial nach außen. Das Rad **30** wird durch die Quelle **4** negativ geladen. Beim Abgeben der Polymerlösung an die Kammer **36**, dreht sich das Rad **30** und jeder der Vorsprünge **40** wird nacheinander mit einer Schicht Polymerlösung beschichtet, die wiederum eine negative Ladung erhält. Die Oberfläche des Teils dieser Polymerlösungsschicht, die die Spitze **42** umgibt, stellt die stark gewölbte Oberfläche dar, aus der die beladenen Strahlen austreten. Im Laufe des Niederschlagens von Fasern auf die Niederschlagselektrode **10** wird nicht verbrauchte Polymerlösung über eine Auslassrohrleitung **35** durch eine Pumpe **34** in den Tank **33** zurückgeführt. Die optimale Konzentration an Polymerlösung, die bei dieser Variation des Elektrodensammlers **1** verwendet wird, ist gewöhnlich zwischen ca. 14% und ca. 17% gelegen.

[0121] **Fig. 6** ist eine Teilansicht im Querschnitt, die dem Querschnitt von **Fig. 2b** ähnlich ist, einer Variation des Elektrodensammlers **1**, bei der Düsen **6** durch sich hin und her bewegende Nadeln **40** ersetzt sind, die aus einem elektrisch leitfähigen Material hergestellt sind, das durch die Polymerlösung befeuchtet wird. Jede Nadel **40** ist mit einem Mechanismus **42** für das Hochheben und Senken der Nadel **40** ausgestattet. Wenn eine Nadel **40** gesenkt wird, so wird zugespitzte Spitze **44** derselben durch die Polymerlösung befeuchtet und beschichtet. Die Oberfläche der Polymerlösung ist an der Spitze **44** stark gewölbt. Wenn eine Nadel **40** auf die Niederschlagselektrode **10** zu hochgehoben wird, so verursacht der Hochspannungsunterschied zwischen der Nadel **40** und der Niederschlagselektrode **10**, dass Strahlen der Polymerlösung aus der die Spitze **44** umgebenden Polymerlösung austreten und auf die Niederschlagselektrode **10** zuströmen. Man sollte beachten, dass bei dieser Variation des Elektrodensammlers **1** nur Nadeln **40** und deshalb die sich darauf befindende Polymerlösung durch die Quelle **4** negativ geladen werden.

[0122] In **Fig. 6** wird auch ein Lautsprecher **50** für eine System für das Bilden akustischer Schwingungen in der Luft über dem Elektrodensammler **1** gezeigt. Der Lautsprecher **50** gibt einen Einzelfrequenzton, bevorzugt im Bereich zwischen ca. 5.000 Hz und ca. 30.000 Hz auf die Nadeln **40** zu ab. Die so in den stark gewölbten Oberflächen der Polymerlösung an den Spitzen **44** ausgelösten Schwingungen haben sich als fähig erwiesen, dass Ausströmen von Strahlen von Polymerlösung auf den Niederschlagssammler **10** zu anzuregen.

[0123] **Fig. 8–15** lehrt zusätzliche bevorzugte Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Vorrichtung und Verfahrensweise.

[0124] So wird, wie in **Fig. 8** gezeigt, für die Bildung eines Mehrschichtenfilters mit einer Vorfilterschicht und einer Stützsicht, die eine mittlere Schicht von hoch wirksamem Schwebeteilchenluftfiltern umgeben, eine Dreifachkonfiguration der oben beschriebenen Vorrichtung mit einigen im Folgenden beschriebenen Modifikationen bereitgestellt. So wird der Elektrodensammler **1** dieser Konfiguration entsprechend durch drei Elektrodensammler **100a**, **100b** und **100c** ersetzt, wobei jeder für das Niederschlagen einer der obigen Schichten des Schichtenfilters konstruiert ist. Durch eine geeignete Hochspannungsquelle werden die Elektrodensammler **100a**, **100b** und **100c** beispielsweise mit einem negativen Potential von beispielsweise -100 kV versorgt. Die erfindungsgemäße Niederschlagselektrode **10** wird durch eine modifizierte Version mit drei unabhängigen Niederschlagselektroden **102a**, **102b** und **102c** und einem sich drehenden Riemen **104** ersetzt, der um eine sich drehende Welle **106** herumgewunden ist. Die Position der Niederschlagselektroden **102a**, **102b** und **102c** wird über den Elektrodensammlern **100a**, **100b** und **100c** gewählt und durch unabhängige Hochspannungsquellen werden sie mit positiven, negativen und negativen Potentialen, sagen wir jeweils $(+1)-(+5)$, $(-1)-(-2)$ und $(-2)-(-5)$ kV ausgestattet, was beispielsweise zur Bildung von Potentialunterschieden bezüglich ihrer jeweiligen Elektrodensammler **100a**, **100b** und **100c** von 101–105, 98–99 und 95–98 kV führt. Diese Potentialunterschiede in Kombination mit dem Potentialabfall mit dem Abstand und mit verschiedenen Polymerlösungen reichen aus, um auf den niedergeschlagenen Fasern deutliche Veränderungen, wie folgt, hervorzurufen.

[0125] In Elektrodensystemen wie Punktplatten mit abrupt ungleichförmigem elektrischem Feld ist der Intensitätsabfall im Bereich in der Nähe der Plattenelektrode gering, so dass das relative Potential eine ausreichende beschleunigende oder verlangsamende Wirkung bieten kann.

[0126] Fasern, die aus dem Paar **100a–102a** hervorgehen, bilden so eine Vorfilterstruktur oder -schicht, die aus relativ feinen und groben (z. B. 8–10 μm) Fasern gebildet ist, ein großes Volumen (Porosität 0,96), eine

geringe aerodynamische Widerstandsfähigkeit und ein hohes Staubbeladungsvermögen(40–50% der Gesamtmasse) aufweist.

[0127] Fasern, die aus dem Paar **100b–102b** hervorgehen, bilden ein hoch wirksames Schwebeteilchen-Luftfilter, das aus feinen Fasern (z. B. von 1–3 µm Durchmesser) gebildet ist, eine geringe Porosität (z. B. ca. 0,85–0,88), eine höhere aerodynamische Widerstandsfähigkeit und ein Staubbeladungsvermögen von z. B. ca. 20–30% aufweist.

[0128] Aus dem Paar **100c–102c** hervorgehende Fasern dagegen bilden einen Trägerfilm oder eine Trägerschicht für das Bereitstellen des Mehrschichtenfilters mit mechanischer Festigkeit und technischen Eigenschaften wie Faltbarkeit, das durch grobe Fasern (10–20 µm im Durchmesser), eine Porosität von 0,9–0,92 und ein Staubbeladungsvermögen von ca. 20–30% gekennzeichnet ist.

[0129] In der Tat kombiniert diese Version der erfindungsgemäßen Vorrichtung drei einzelne Vorrichtungen, wie hier beschrieben, wobei jede etwas modifizierte Eigenschaften aufweist, zu einer einzigen Vorrichtung, die das kontinuierliche Herstellen von drei- oder mehrschichtigen Filterstrukturen ermöglicht, wobei jede der drei oder mehr Schichten verschiedene Merkmale aufweist und einem anderen Zweck dient. Eine jegliche geeignete Anzahl, z. B. 2–10 kombinierte Vorrichtungen, ist für verschiedene Anwendungen vorgesehen. In jedem Fall wird der erfindungsgemäßen Ausführungsform gemäß jede der Schichten vollständig niedergeschlagen, bevor das Niederschlagen einer anderen Schicht stattfindet. Aus dem Grund werden die Eigenschaften der Vorrichtung so gewählt, dass die Niederschlagseffizienz so hoch ist, wie es für das vollständige Ausführen des Niederschlagens einer Schicht in jeder der Stationen in einem einzigen Lauf (z. B. durch Regulieren der Länge jedes Abschnitts oder jeder einzelnen Vorrichtung) erforderlich ist. Das so gebildete Filter **105** wird über eine zusätzliche sich drehende Welle **107** gerollt.

[0130] Wie in **Fig. 9a–b** gezeigt, wird einer anderen bevorzugten Ausführungsform der Erfindung gemäß ionisierte Luft durch einen Luftionisator **110** gebildet, der einen Lufteinlass **112**, eine geerdete Netzstruktur **114**, eine ionisierende, ein Potential von z. B. 15 kV/cm bildende Elektrode und einen Luftauslass **117** aufweist, wie er im Stand der Technik allgemein bekannt ist, zum Erhöhen des Ladens des verflüssigten Polymers (oder der Fasern) verwendet und dabei ein gleichförmigeres Niederschlagen desselben auf einer Niederschlagselektrode ermöglicht. Zu diesem Zweck ist ein Bad **118**, in dem das verflüssigte Polymer **119** gehalten wird und von dem aliquote Teile desselben über ein rotierendes Rad **120** gesammelt werden, das dreieckige Vorsprünge **122**, wie mit Bezug auf **Fig. 5** (Rad **30**) in weiteren Einzelheiten angegeben, in einem Gehäuse **122** gehalten, das mit ionisierter Luft durch den Ionisator **110** ergänzt wird. Wie oben kann das Erhöhen der Lösungsmitteldämpfe in dem Elektrodenzwischenraum beispielsweise durch Bedecken der Vorrichtung und Ergänzen ihrer Atmosphäre durch Lösungsmitteldampf (z. B. über einen Lösungsmitteldampfbildner) ausgeführt werden.

[0131] Wie in **Fig. 10** gezeigt, wird einer anderen bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung gemäß ein Mechanismus für das Bilden einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung zum Bewirken dessen, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers durch ein elektrisches Potential zu der Niederschlagselektrode gezogen wird, bereitgestellt, bei dem in dem verflüssigten Polymer gebildete Gasblasen (bevorzugt mit Lösungsmittel gesättigter Dampf) die erforderlichen Oberflächen bildet.

[0132] Zu diesem Zweck wird ein Elektrodensammler oder Bad **130**, in dem das verflüssigte Polymer **132** (typischerweise, jedoch nicht obligatorisch, in diesem Fall ein geschmolzenes Polymer) gehalten wird, mit einem ein Druckgas abgebenden Mechanismus **143**, typischerweise in Form einer Rohrleitung **136**, die mit mehreren Blasen **137** bildenden Öffnungen **138** ergänzt ist, ausgestattet. Beim Erreichen der Oberfläche des verflüssigten Polymers bilden die Blasen eine Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer ausreichend starker Wölbung zum Bewirken dessen, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers durch das elektrische Potential zu der Niederschlagselektrode gezogen wird.

[0133] Wie in **Fig. 11** und **12a–b** und **13** gezeigt, sind noch einer anderen bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung gemäß mehrere runde Räder **140** in der Abgabekammer **146** drehbar montiert. Auf den Rand **148** der Räder **140** sind dreieckige Vorsprünge **150** montiert, die aus einem leitfähigen Material hergestellt sind, das durch die Polymerlösung befeuchtet wird. Die Spitzen **152** der Vorsprünge **150** zeigen von den Rädern **140** radial nach außen. Die Räder **140** werden durch eine Quelle **149** negativ geladen. Die Räder **140** sind in einer geneigten Orientierung mit Bezug auf eine Niederschlagselektrode **160** derart bereitgestellt, dass bei der Abgabe der Polymerlösung an die Kammer **146** die Räder **140** sich drehen und jeder der Vorsprünge **150** nacheinander durch eine Schicht der Polymerlösung beschichtet wird, die wiederum eine negative Ladung

annimmt, jedoch durch die geneigte Konfiguration Vorsprünge **150**, die nicht in die Polymerlösung getaucht werden, im Allgemeinen gleichmäßiger von der Elektrode **160** entfernt positioniert sind im Vergleich mit der senkrechten, beispielsweise in **Fig. 5** gezeigten Konfiguration. Dies führt wiederum zu einem gleichförmigeren Faserniederschlag und einer gleichförmigeren Faserdicke oder einem gleichförmigeren Faserdurchmesser. Um bei der praktischen Durchführung dieser Konfiguration mehrerer Räder **140** Überlagerungswirkungen des elektrischen Felds zu vermeiden, sind Kernstücke **162** der Räder **140** aus einer dielektrischen Substanz hergestellt, während die äußeren Ränder **148** derselben, einschließlich der Vorsprünge **150**, aus einer elektrischen Substanz hergestellt sind. Bei einer etwas anderen, in **Fig. 13** gezeigten Konfiguration ist die Überlagerungswirkung durch Auswählen einer geeigneten nicht abschützenden Radneigungsanordnung eliminiert.

[0134] Wie in **Fig. 14** gezeigt, wird noch einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung gemäß jeder der Vorsprünge **150** mit einem Aufnahmehohlraum für das verflüssigte Polymer zum Ermöglichen des Auffangens einer abgemessenen Menge verflüssigtes Polymer gebildet. Der Vorteil dieser erfindungsgemäßen Ausführungsform liegt darin, dass sie den Vorgang der Faserbildung derart verzögert, dass ein Vorsprung nur dann Fasern bildet, wenn er dabei ist, wieder in das verflüssigte Polymer einzutauchen, derart, dass alle Fasern aus einer ähnlichen Position und Entfernung mit Bezug auf die Niederschlags Elektrode gebildet wird, wobei eine verbesserte Homogenität erzielbar ist.

[0135] Wie in **Fig. 15** gezeigt, umfasst noch einer anderen bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung gemäß ein Mechanismus zum Bilden einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung zum Bewirken dessen, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers durch das elektrische Potential zu der Niederschlags Elektrode gezogen wird, einen rotierbaren Riemen **170** aus einem leitfähigen Material, der mit mehreren Vorsprüngen **171** gebildet wird, sich um mindestens zwei Wellen **172** dreht und an eine Quelle **174** angeschlossen ist. Die Vorsprünge **171** zeigen in eine Richtung einer Niederschlags Elektrode **176** derart, dass, wenn der Riemen **170** durch einen Tank **178** rotiert, der ein verflüssigtes Polymer enthält, aliquote Teile desselben sich über Vorsprünge **171** ansammeln unter Bildung einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung zum Bewirken, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers zu der Niederschlags Elektrode **176** gezogen wird. Da das Feld senkrecht zur Drehrichtung des Riemens **170** orientiert ist, kann der Riemen **170** mit höheren Geschwindigkeiten rotiert werden, was zu einer noch homogeneren Polymerfaserverteilung über die Elektrode **176** führt. Einer bevorzugten Ausführungsform gemäß wird der Riemen **170** kurz vor Hineingehen in den Tank **178** zum Entfernen von Polymerrückständen durch einen Wischer **180**, der beispielsweise aus adsorptionsfähigem Material hergestellt ist, abgewischt.

[0136] So ist der Abstand zwischen dem rotierenden Riemen und der Niederschlags Elektrode an allen Stellen konstant, so dass die an jeder Stelle erhaltene elektrische Feldintensität gleich ist, was zu einer gleichförmigeren Faserdicke führt. Des Weiteren ist es möglich, da in der Richtung der Niederschlags Elektrode keine Zentrifugalkraft vorhanden ist, die Geschwindigkeit des rotierenden Riemens zu erhöhen, um dadurch die Massenverteilung und Produktivität zu verbessern.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Überführen eines verflüssigten Polymers in eine Faserstruktur, umfassend:
 - (a) eine Niederschlags Elektrode (**10**) und eine Hochspannungsquelle, gekennzeichnet durch
 - (b) einen ersten Mechanismus (**21**) zum Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlags Elektrode, umfassend in Kombination:
 - (i) die Hochspannungsquelle (**4**);
 - (ii) eine Vorrichtung (**1**) zum Mischen des verflüssigten Polymers mit einem Ladungsregulierungsmittel mit einer minimalen oder keiner chemischen Wechselwirkung mit dem verflüssigten Polymer;
 und
 - (c) einen zweiten Mechanismus (**5, 6**) zum Bilden einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung zum Bewirken dessen, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers durch das erste elektrische Potential zu der Niederschlags Elektrode gezogen wird; wobei der erste und der zweite Mechanismus so aufgebaut sind, dass, wenn mehrere Fasern auf der Niederschlags Elektrode abgeschieden sind, eine hoch wirksame Luftvliesfaserstruktur erhältlich ist, die mindestens 99,97% Teilchen mit 0,3 µm in einem Luftstrom mit 5 cm/s ausfiltern kann, **dadurch gekennzeichnet**, dass sie ferner
 - (d) einen Aerosolbildner umfasst, der zum Zuführen eines Aerosols zu der Niederschlags Elektrode mit einem zweiten elektrischen Potentialunterschied von der Niederschlags Elektrode mit umgekehrten Zeichen zum ers-

ten elektrischen Potentialunterschied verwendbar ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei der erste Mechanismus zum Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode ferner folgendes einschließt:
(iii) eine Quelle (**110**) aus ionisierter Luft, die in Kontakt mit dem verflüssigten Polymer ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei der zweite Mechanismus durch mindestens ein rotierendes Rad (**30, 140**) mit einem Radkranz (**38, 148**), der mit mehreren Vorsprüngen (**40, 150**) gebildet ist, betrieben wird.

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, wobei jeder der Vorsprünge mit einem Aufnahmehohlraum (**151**) für das verflüssigte Polymer gebildet ist.

5. Vorrichtung nach Anspruch 3, wobei jedes mindestens eine Rad in Bezug auf die Niederschlagselektrode geneigt ist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 3, wobei jedes mindestens eine Rad einen dielektrischen Kern (**162**) einschließt.

7. Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei die Niederschlagselektrode so funktioniert, dass sie sich zum Bilden der Oberfläche mit starker Wölbung hinter den Mechanismus bewegt.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, wobei die Niederschlagselektrode einen Riemen einschließt.

9. Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei der Mechanismus zum Bilden der Oberfläche mit starker Wölbung mindestens einen Vorsprung (**40**) einschließt, der aus einem Material hergestellt ist, das durch das verflüssigte Polymer befeuchtet wird, wobei der mindestens eine Vorsprung eine Spitz (**42**) einschließt, auf welcher die Oberfläche mit starker Wölbung gebildet wird.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, wobei der mindestens eine Vorsprung auf einem Radkranz eines Rads aufgelegt ist, wobei die Spitze von dem Rad radial nach außen zeigt.

11. Vorrichtung nach Anspruch 9, ferner umfassend:

(e) ein Bad (**1, 2, 2'**) zum Halten des verflüssigten Polymers, wobei der mindestens eine Vorsprung so funktioniert, dass er sich in dem Bad hin und her bewegt, wobei die Strahlen des verflüssigten Polymers am nächsten Zugang des mindestens einen Vorsprungs zu der Niederschlagselektrode gebildet werden.

12. Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei der Aerosolbildner folgendes einschließt:

(i) eine Druckkammer (**17**) und

(ii) eine Abteilung (**15**) zwischen der Druckkammer und der Niederschlagselektrode, wobei die Druckkammer und die Abteilung miteinander arbeiten, um ein Füllstoffpulver zu verflüssigen, das durch den zweiten elektrischen Potentialunterschied zu der Niederschlagselektrode gezogen wird.

13. Vorrichtung nach Anspruch 11, wobei der Aerosolbildner ein Schlitzsprühelement (**18**) einschließt.

14. Verfahren zum Formen eines Polymers in eine hoch wirksame teilchenförmige Luftvliesstruktur mit der Vorrichtung nach Anspruch 1, umfassend die folgenden Schritte:

(a) Verflüssigen des Polymers, um dadurch ein verflüssigtes Polymer herzustellen und

(b) Bereitstellen einer Niederschlagselektrode (**10**), gekennzeichnet durch

(c) Ergänzen des verflüssigten Polymers mit einem Ladungsregulierungsmittel mit einer minimalen oder keiner chemischen Wechselwirkung mit dem verflüssigten Polymer;

(d) Laden des verflüssigten Polymers zu einem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode;

(e) Zuführen und Betreiben eines Aerosolbildners zum Zuführen eines Aerosols zu der Niederschlagselektrode mit einem zweiten elektrischen Potentialunterschied von der Niederschlagselektrode mit umgekehrtem Zeichen zum ersten elektrischen Potentialunterschied; und

(f) Bilden einer Oberfläche auf dem verflüssigten Polymer mit ausreichend starker Wölbung zum Bewirken dessen, dass mindestens ein Strahl des verflüssigten Polymers zu der Niederschlagselektrode durch den ersten elektrischen Potentialunterschied gezogen wird, um damit die Vliesfaserstruktur zu bilden, die etwa 99,97% Teilchen mit 0,3 µm im Luftstrom mit 5 cm/s (Sek.) auf der Niederschlagselektrode ausfiltert.

15. Verfahren nach Anspruch 14, wobei dem Laden des verflüssigten Polymers zu dem ersten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode das Wiederladen des verflüssigten Polymer zu einem zweiten elektrischen Potential in Bezug auf die Niederschlagselektrode folgt, wobei das zweite elektrische Potential in der Größenordnung ähnlich ist, jedoch mit umgekehrtem Zeichen in Bezug auf das erste elektrische Potential vorliegt.

16. Verfahren nach Anspruch 14, wobei das Verflüssigen durch Lösen des Polymers in einem Lösemittel durchgeführt wird, um damit eine Polymerlösung zu bilden.

17. Verfahren nach Anspruch 16, ferner umfassend den folgenden Schritt:

(g) Bereitstellen von Dämpfen des Lösemittels in der Nähe der Oberfläche mit starker Wölbung.

18. Verfahren nach Anspruch 14, wobei das Ladungsregulierungsmittel ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus biskationischen Amiden, Phenol und Urylsulfidderivaten, Metallkomplexverbindungen, Triphenylmethanen, Dimethylimidazol und Ethoxytrimethylsilanen.

19. Verfahren nach Anspruch 14, wobei das Bilden der Oberfläche mit starker Wölbung durch Bewirken dessen durchgeführt wird, dass das verflüssigte Polymer von einer Düse austritt, wobei die Oberfläche mit starker Wölbung ein Meniskus des verflüssigten Polymers ist.

20. Verfahren nach Anspruch 14, wobei das Bilden der Oberfläche mit starker Wölbung durch Befeuchten eines Vorsprungs (40) mit einer Spitze (42) mit dem verflüssigten Polymer durchgeführt wird, wobei die Oberfläche mit starker Wölbung eine an die Spitze grenzende Oberfläche des verflüssigten Polymers ist.

21. Verfahren nach Anspruch 14, ferner umfassend den folgenden Schritt:

(h) Bewegen der Niederschlagselektrode so, dass die Vliesfaserstruktur auf der Niederschlagselektrode als Lage gebildet wird.

22. Verfahren nach Anspruch 14, ferner umfassend den folgenden Schritt:

(i) Vibrieren der Oberfläche mit starker Wölbung.

23. Verfahren nach Anspruch 22, wobei das Vibrieren mit einer Frequenz zwischen etwa 5.000 Hz und etwa 30.000 Hz durchgeführt wird.

24. Verfahren nach Anspruch 14, ferner umfassend den folgenden Schritt:

(j) Laden eines Füllstoffpulvers zu einem zweiten elektrischen Potential in Bezug auf die Aufnahmeoberfläche, wobei das zweite elektrische Potential mit umgekehrten Zeichen zu dem ersten elektrischen Potential vorliegt, um damit ein geladenes Füllstoffpulver zu bilden; und

(k) Behandeln der Vliesfaserstruktur auf der Niederschlagselektrode mit dem geladenen Pulver, um damit das geladene Füllstoffpulver von der Vliesfaserstruktur anzuziehen.

25. Verfahren nach Anspruch 24, wobei das verflüssigte Polymer in Bezug auf die Niederschlagselektrode negativ geladen ist und wobei das geladene Pulver in Bezug auf die Niederschlagselektrode positiv geladen ist.

26. Verfahren nach Anspruch 14, ferner umfassend den folgenden Schritt:

(l) Ergänzen des verflüssigten Polymers mit einem Zusatzstoff, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus einem die Viskosität reduzierenden Zusatzstoff, einem die Leitfähigkeit regulierenden Zusatzstoff und einem die Faseroberflächenspannung regulierenden Zusatzstoff.

27. Verfahren nach Anspruch 26, wobei das die Viskosität reduzierende Mittel Polyoxyalkylen ist, das die Leitfähigkeit regulierende Mittel ein Amin ist und das die Faseroberflächenspannung regulierende Mittel ein oberflächenaktives Mittel ist.

Es folgen 10 Blatt Zeichnungen

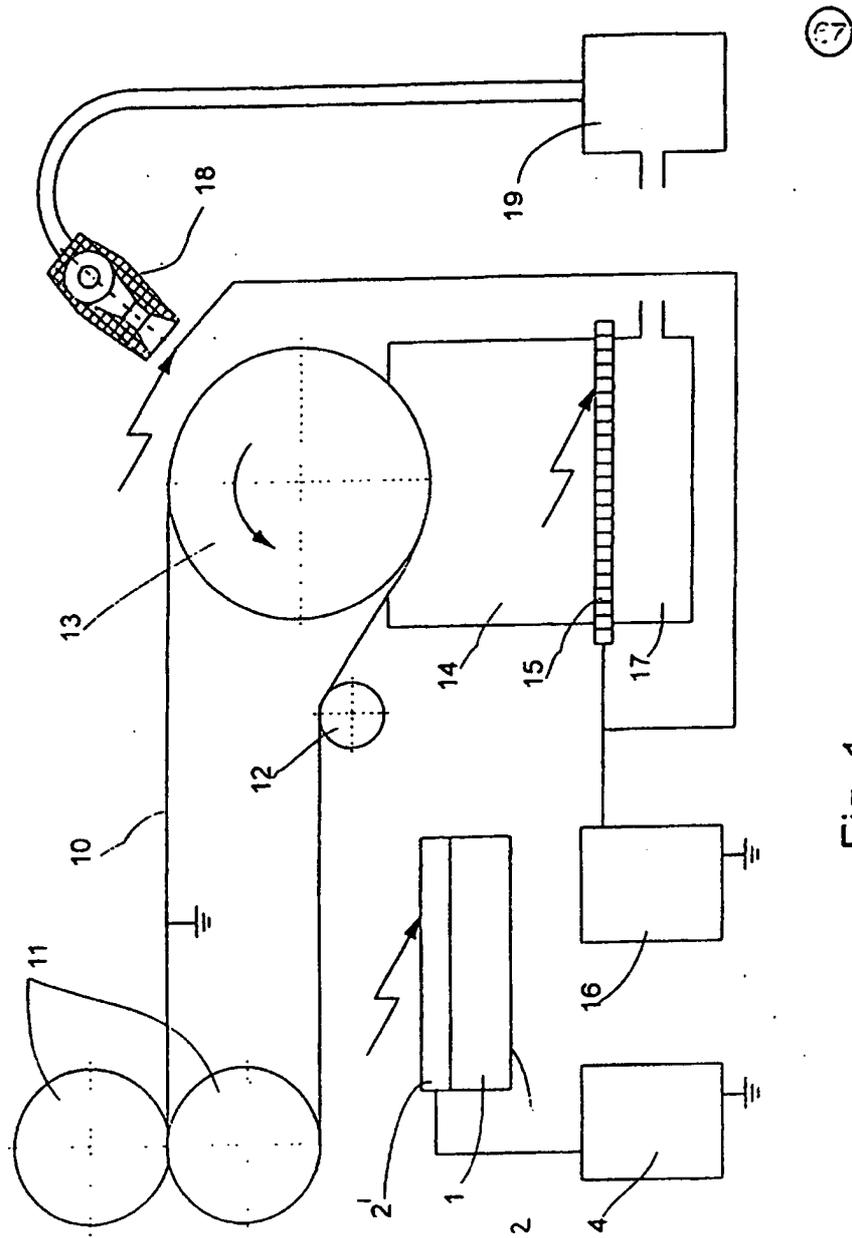


Fig. 1

67

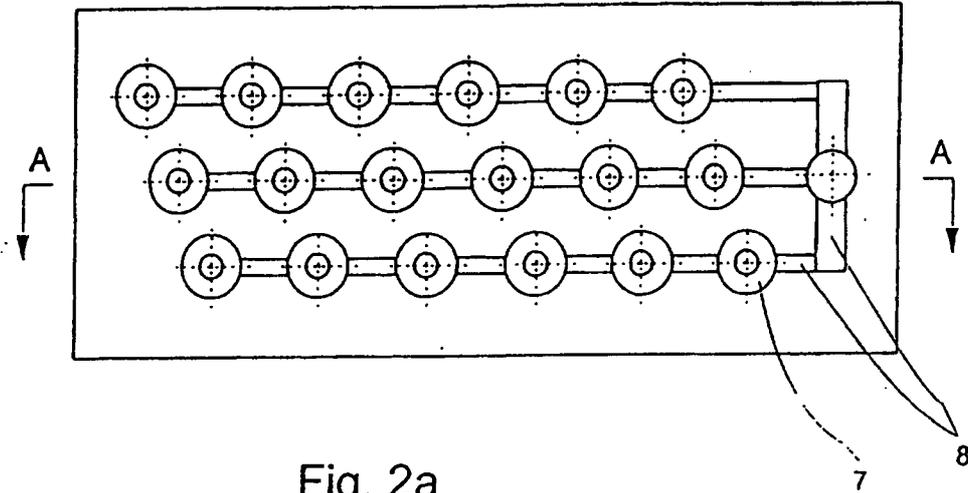


Fig. 2a

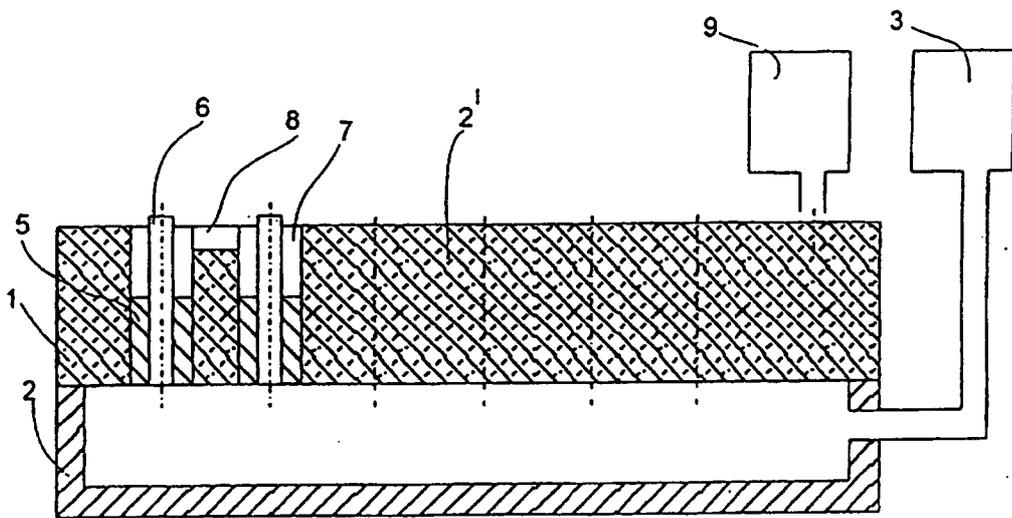
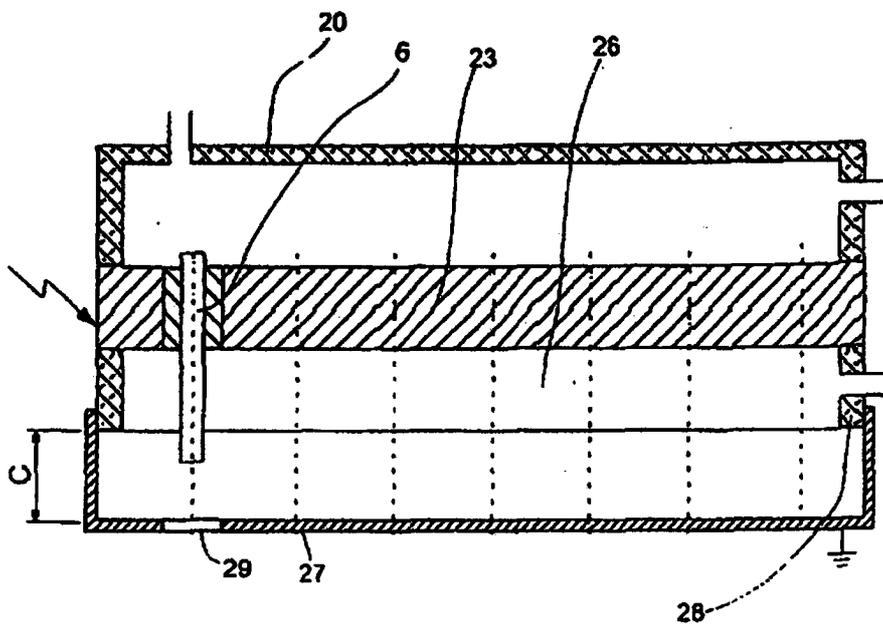
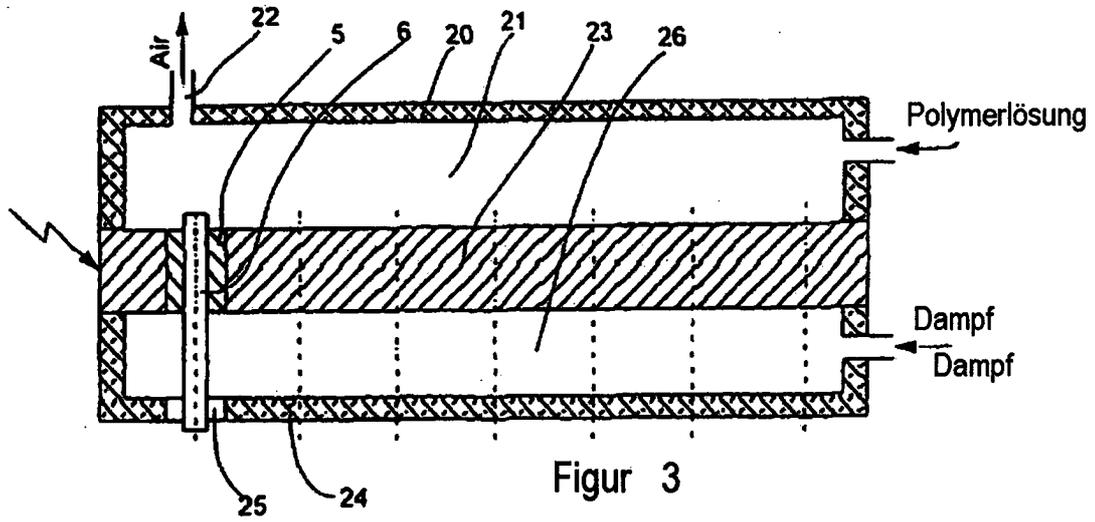


Fig. 2b



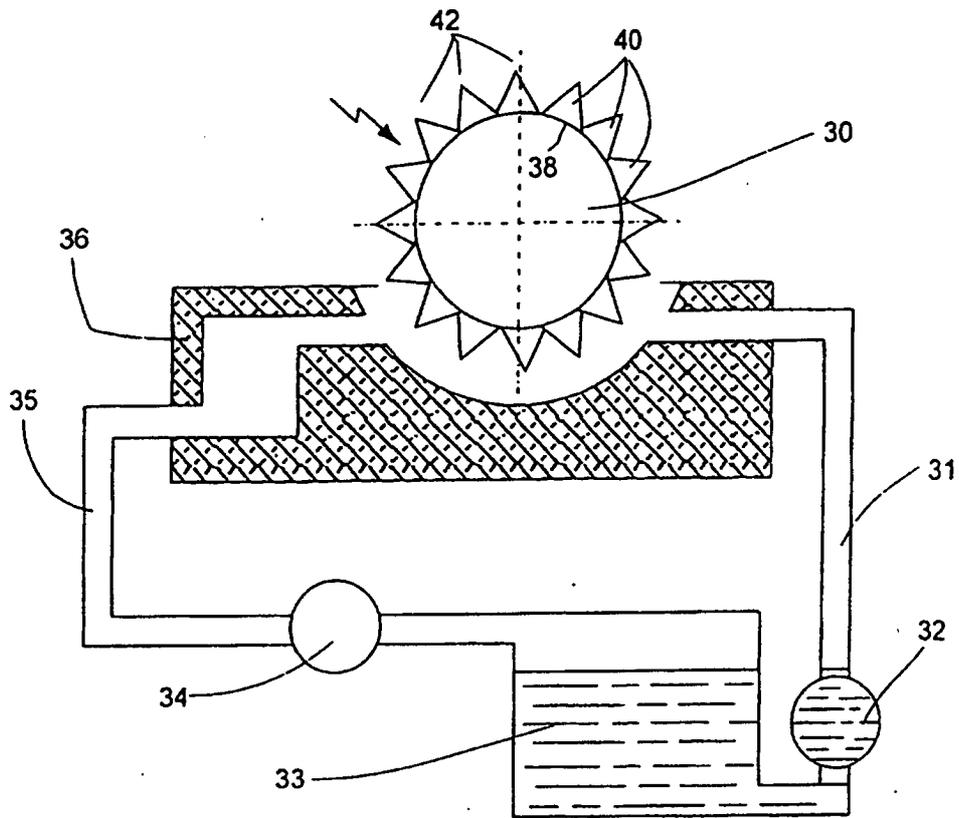


Fig. 5

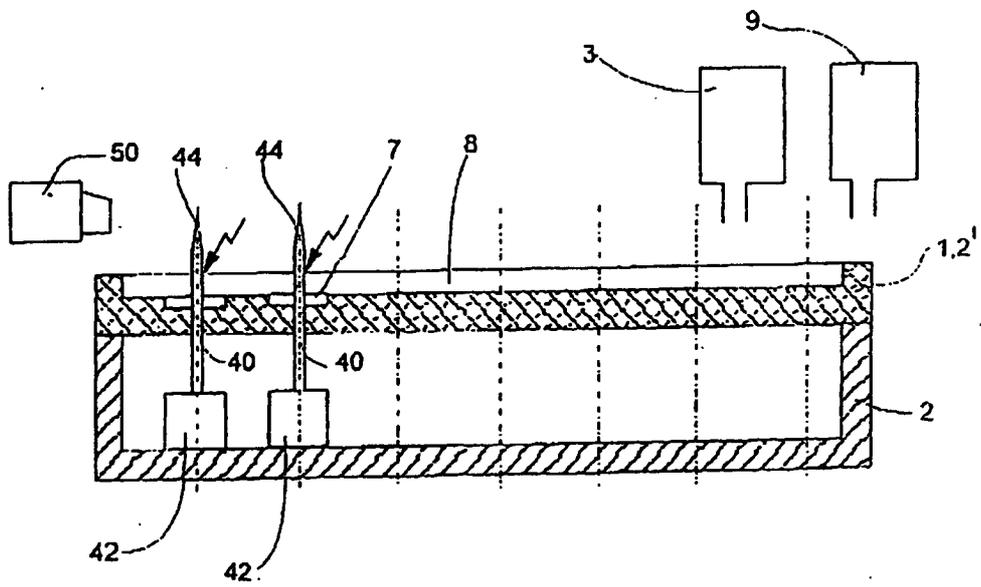


Fig. 6

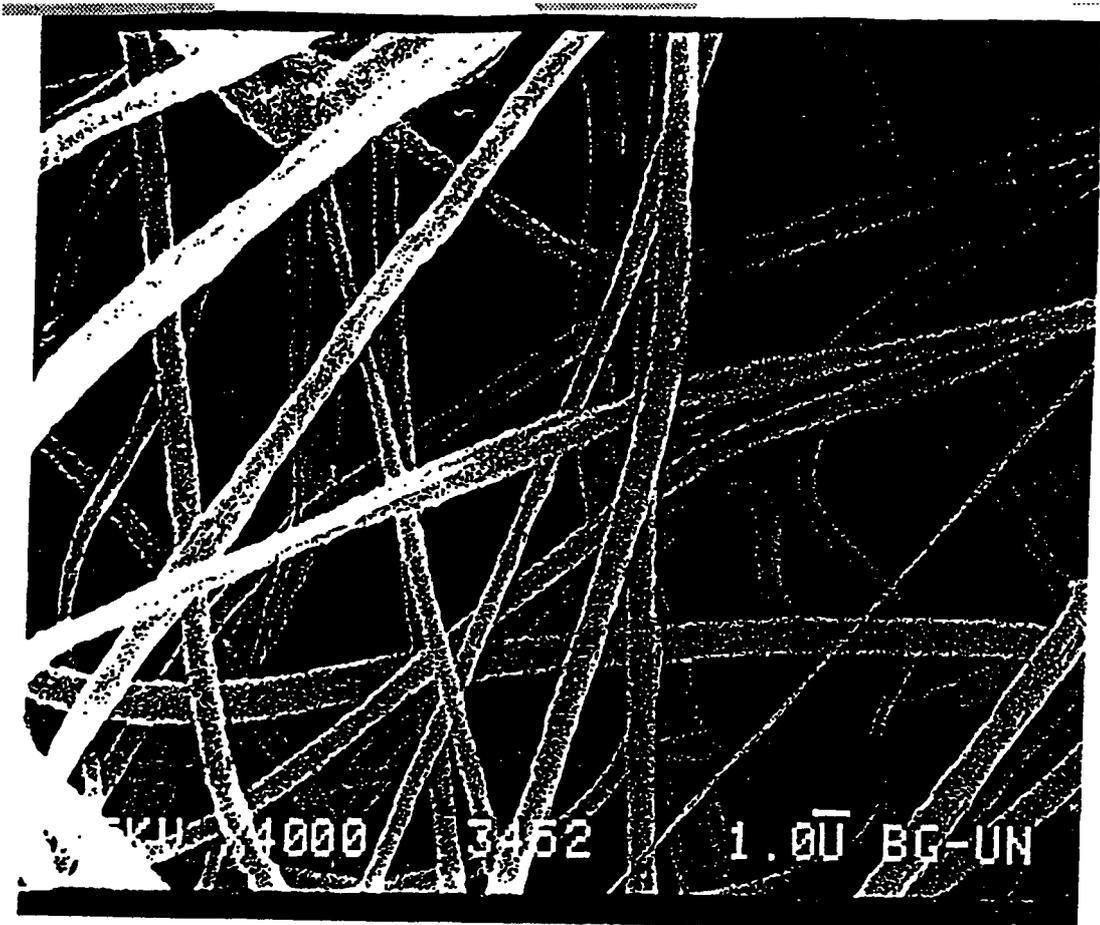


Fig. 7

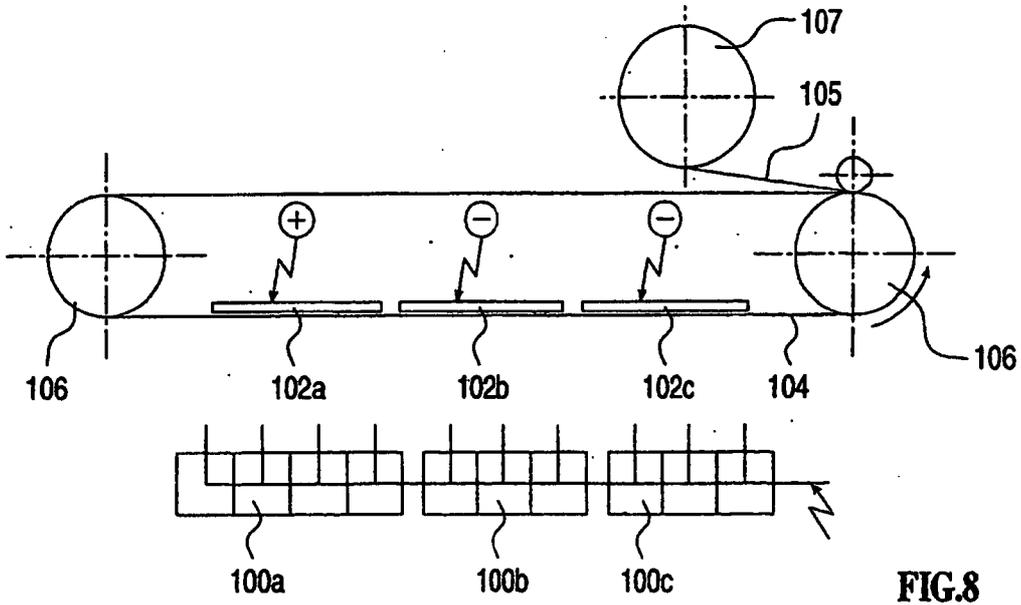


FIG. 8

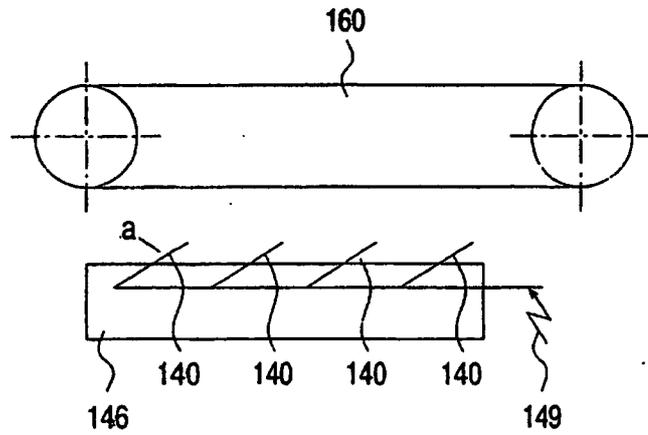


FIG. 11

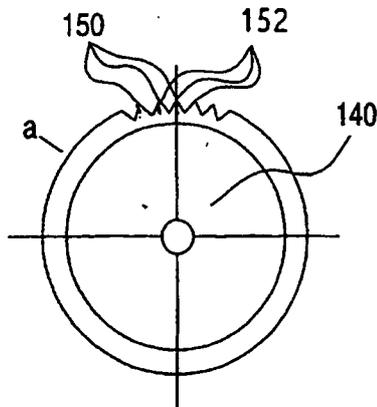


FIG. 12a

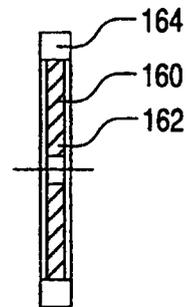


FIG. 12b

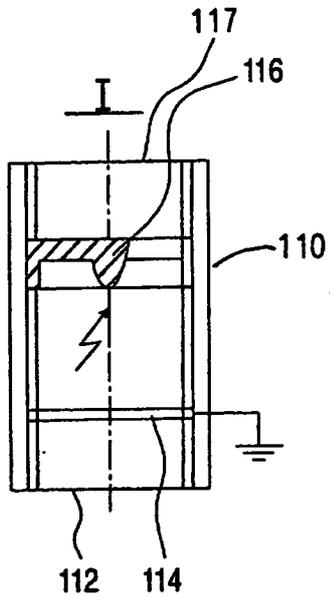


FIG.9b

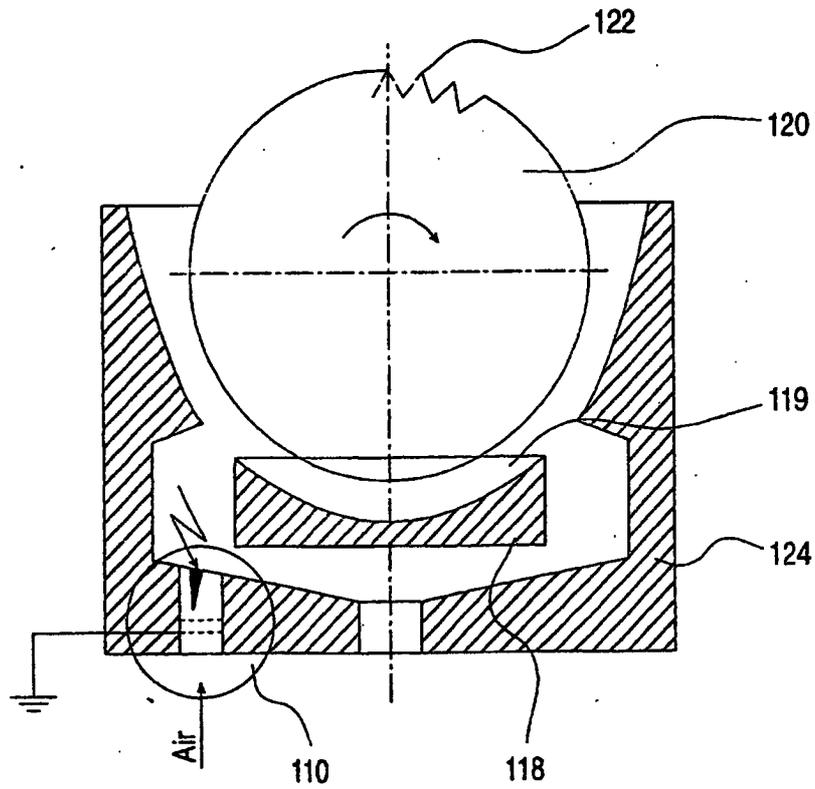


FIG.9a

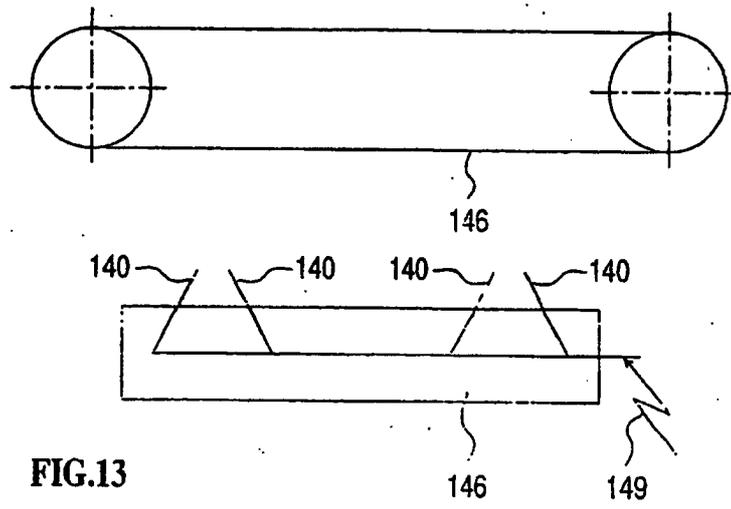
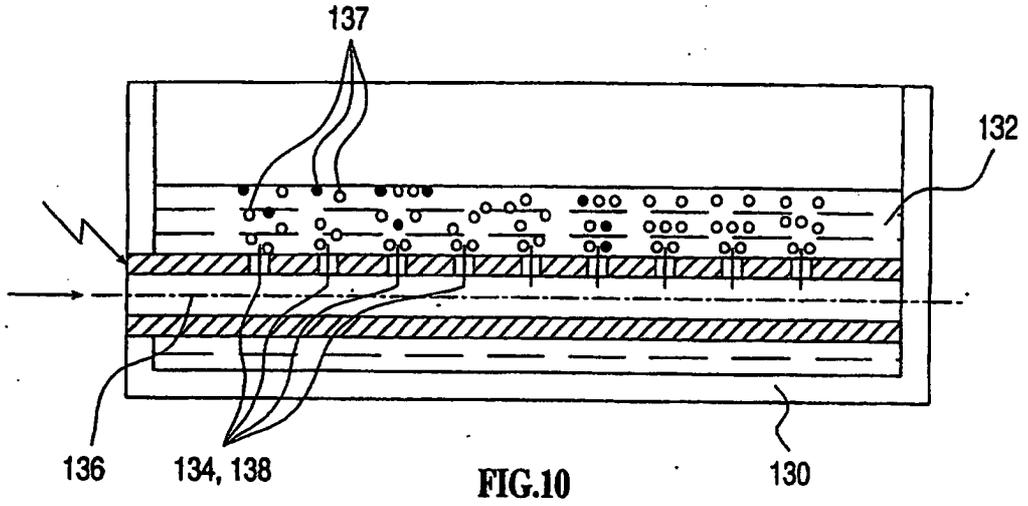


FIG. 13

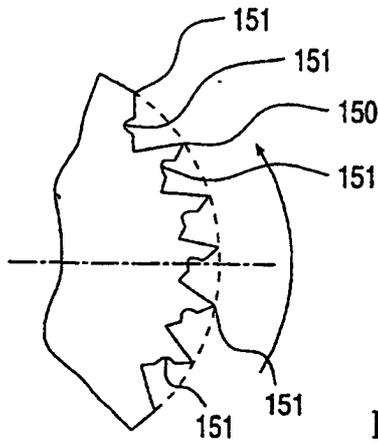


FIG. 14

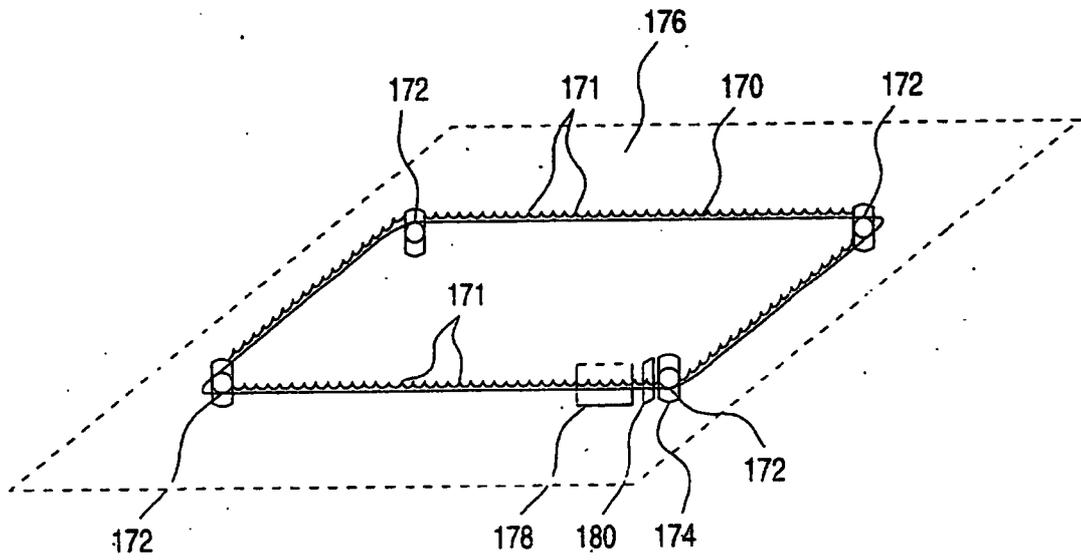


FIG.15