



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 41 19 288 B4** 2004.08.26

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **P 41 19 288.5**
(22) Anmeldetag: **12.06.1991**
(43) Offenlegungstag: **17.12.1992**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **26.08.2004**

(51) Int Cl.⁷: **B01D 39/02**
B01D 71/58, A61K 35/14, A61K 35/16,
A61L 2/02, B01D 39/14, B01D 39/18

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden.

(71) Patentinhaber:
Schenk-Filterbau GmbH, 73550 Waldstetten, DE

(74) Vertreter:
Patentanwalt Dipl.-Ing. Walter Jackisch & Partner,
70192 Stuttgart

(72) Erfinder:
Oechsle, Dietmar, Dipl.-Chem. Dr., 7070
Schwäbisch Gmünd, DE; Mohn, Dieter, 7071
Bartholomä, DE; Göpfert, Bernhard, Dipl.-Ing.,
7070 Schwäbisch Gmünd, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:
DE-PS 12 47 633
DE 40 10 526 A1
DE 29 10 289 A1

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Schichtenfiltration von pharmazeutischen, biologischen, chemischen oder dergleichen Flüssigkeiten**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Schichtenfiltration von pharmazeutischen, biologischen, chemischen oder dergleichen Flüssigkeiten, insbesondere von Injektionslösungen, beispielsweise Blutplasma bzw. andere Seren oder Fotogelatine oder dgl., bei dem als Filterhilfsmittel feinst zerkleinerter Zellstoff, insbesondere Zellstoffasern, sowie eingelagerte filtrationsaktive Komponenten verwendet werden, dadurch gekennzeichnet, daß inerte, praktisch keine Metallionen abgebende, organische filtrationsaktive Komponenten in Form von feinem, hochdispersivem Polymergranulat oder mikronisierter, hochreiner Zellstoffe oder Mischungen daraus verwendet werden.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Schichtenfiltration von pharmazeutischen, biologischen, chemischen oder anderen Flüssigkeiten, insbesondere von Injektionslösungen nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

Stand der Technik

[0002] Es ist allgemein bekannt, die Schichtenfiltration zur Trennung von Fest-/Flüssiggemischen zur Gewinnung eines Filtrats einzusetzen. Sie eignet sich besonders, um Feinsttrubstoffe, beispielsweise Kolloide oder kompressible Partikel, wie Schleimstoffe sowie Mikroorganismen, abzutrennen und so die Flüssigkeit zu klären bzw. zu sterilisieren. Die Schichtenfiltration wird außer zur Klärung von Naturgetränken, wie Wein, Bier, Fruchtsäfte usw., auch in der Biotechnologie und bei der Herstellung vieler pharmazeutischer und chemischer Produkte angewandt. Dabei sind je nach Beschaffenheit und Menge der abzutrennenden Trubstoffe Filterschichten unterschiedlicher Filtrationsschärfen zu verwenden. Die zu filtrierende Flüssigkeit (Unfiltrat) wird bei der Schichtenfiltration durch industriell hergestellte Filterschichten, die auch als vorgefertigte Filterkuchen bezeichnet werden können, von verhältnismäßig geringer Dicke geleitet. Die Filterschichten bestehen aus einem labyrinthartigen dreidimensionalen Netzwerk aus faserförmigen und hochporösen Materialien. Das Grundgerüst der Filterschichten besteht aus gemahlene Zellstoffasern; sie werden mittels geeigneter Aufschlußverfahren aus organischen Stoffen, beispielsweise Laub- oder Nadelhölzern, gewonnen. Da Filterschichten, die nur aus Zellulose bestehen, eine verhältnismäßig geringe Filtrationsschärfe haben, werden äußerst filtrationsaktive Stoffe als Filterhilfsmittel, nämlich hochporöse Diatomeen, also Kieselguren, und je nach Bedarf zusätzlich Perlite in das aus Zellstoffasern bestehende Grundgerüst der Filterschichten eingelagert. Es ist auch bekannt, zur Erhöhung der Naßfestigkeit der Filterschichten sogenannte Naßfestmittel, nämlich lebensmittelrechtlich unbedenkliche synthetische Harze zuzusetzen, die während der Trocknung der Filterschichten kondensieren und diesen einen inneren Zusammenhalt verleihen. Bei der Schichtenfiltration unterscheidet man je nach den Anforderungen an den Feinheitsgrad der Filtration die Grobfiltration, Klärfiltration, Feinfiltration und als feinste Filtration die sogenannte Sterilfiltration. Bei der Grobfiltration werden Partikel größer als 15 µm aus niederviskosen Flüssigkeiten mit entsprechend aufgebauten Filterschichten abgeschieden. Die Klärfiltration dient der Beseitigung von sichtbaren Trübungen im Unfiltrat sowie zur Verminderung der Populationsdichte von Mikroorganismen, insbesondere Hefen. Durch den Einsatz von Filterschichten zur Feinfiltration erhält man auch dann optisch klare Filtrate, wenn im Unfiltrat kolloidale Trübungen vor-

handen waren. Feinfiltrationsschichten scheiden ferner Hefen ab und sind stark bakterienreduzierend. Bei der Sterilfiltration werden als Filterschichten sogenannte Sterilschichten verwendet, die auch Mikroorganismen aus Flüssigkeiten abtrennen. Für die erwähnten Filtrationsstufen stehen verschiedene Filterschichttypen zur Verfügung. Als Anschwemmunterlage für Platten- und Rahmenfilter werden allgemein sogenannte Kieselgur-Anschwemmschichten verwendet. Sie dienen als Trägermaterial für filtrationsaktive Kieselguranschwemmungen und haben selbst keine Filtrationsfunktion.

[0003] Die für die verschiedenen Filtrationsaufgaben erforderlichen Filterschichten aus Zellulose mit eingelagerten Filterhilfsmitteln, nämlich Kieselgur und Perlite, filtrieren somit feste Bestandteile, Schleier, Kolloide, Agglomerate und dgl. aus dem Unfiltrat aus, haben aber den Nachteil, daß beim Filtervorgang aus ihnen Metallionen, insbesondere Eisen- und Aluminiumionen, ausgespült und in die zu filtrierende Flüssigkeit gelangen. Dies wirkt sich besonders nachteilig bei der Schichtenfiltration bestimmter pharmazeutischer oder chemischer Flüssigkeiten aus, da die Metallionen bei der Weiterverwendung solcher Flüssigkeiten, beispielsweise von Injektionslösungen, bei der Blutplasmafiltration oder bei der Filtration von Fotogelatine, unerwünschte Nebenwirkungen haben können. Metallionen, wie beispielsweise Eisen- oder Aluminiumionen, in Injektionslösungen, insbesondere im Blutplasma, sollen nach neueren Forschungen für die Entstehung der sogenannten Alzheimer'schen Krankheit mindestens mit ursächlich sein. Ebenso können die aus Kieselgur und Perliten herausgelösten Metallionen in chemischen Filtraten, insbesondere bei der Filtration von Fotogelatine, schädlich sein, zumal Gelatine die Lösung von Metallionen aus Kieselgur und Perliten fördert (Komplexierung) und diese die in der Fotogelatine enthaltenen Silbersalze in unerwünschter Weise beeinflusst. Die bekannten Filtrationsverfahren bzw. Filterschichten sind daher für die Filtration von Fotogelatine bzw. von Injektionslösungen, wie Blutplasma usw., von Nachteil bzw. gänzlich ungeeignet.

[0004] In der DE 40 10 526 A1 ist ein Filtermaterial in Form von flexiblen Blättern oder Bahnen und ein Verfahren zu seiner Herstellung beschrieben. Das Grundgerüst des dort beschriebenen Filtermaterials besteht aus Polyolefinfasern und/oder reinem Zellstoff und/oder Baumwollfasern. Als Agglomeratteilchen sind Fällungskieselsäuren genannt, die zu den anorganischen Materialien zu zählen sind. Die Verwendung derartiger anorganischer Materialien zieht eine Reihe von Nachteilen nach sich. Bei anorganischen Stoffen insbesondere aus Metalloxiden ist beim Filtrationsvorgang entweder mit einer Abgabe von Metallionen zu rechnen oder es ist ein sehr hoher Aufwand zur Reinigung erforderlich. Eine Verformung der anorganischen Materialien in eine für die Filtration geeignete Morphologie ist schwierig. Im übrigen ist das Recycling oder die Entsorgung entspre-

chender Stoffe nicht oder nur mit hohem Aufwand durchführbar.

Aufgabenstellung

[0005] Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren bzw. Filterschichten zu schaffen, mit dem bzw. mit denen eine Schichtenfiltration pharmazeutischer Flüssigkeiten, insbesondere von Injektionslösungen, Seren, wie Blutplasma, aber auch die Filtration chemischer bzw. biochemischer Flüssigkeiten ermöglicht wird, bei der die zu filtrierende Flüssigkeit arm bzw. frei – nämlich unterhalb der Nachweisgrenze – von Metallionen, insbesondere von Schwermetallionen, wie Eisen- bzw. Aluminiumionen, ist.

[0006] Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren gemäß Gattungsbegriff des Anspruches 1 dadurch gelöst, daß anstelle der üblichen filtrationsaktiven mineralischen Komponenten, nämlich Kieselgur und Perlite, als filtrationsaktive Komponente metallionenarme, vorzugsweise metallionenfreie, Filterhilfsmittel, wie feines, hochdispersives Polymer-Granulat, mikronisierte Zellstoffe oder Mischungen dieser Stoffe verwendet werden.

[0007] Zur metallionenarmen, insbesondere zur metallionenfreien, Filtration von Blutplasma oder anderen Seren ist als feines, hochdispersives Polymer-Granulat besonders ein Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukt geeignet, das eine Primärteilchengröße von etwa 0,1 bis 3,0 µm und eine spezifische Oberfläche von $20 \pm 5 \text{ m}^2/\text{g}$ nach der BET-Methode aufweist. Das Polymer-Granulat kann dabei ein spezifisches Gewicht von 1,30 bis 1,50 g/cm³ und ein Schüttgewicht von ca. 60 g/l haben. Es hat sich gezeigt, daß besonders gute Filtrationsergebnisse insbesondere für eine Sterilfiltration erreicht werden, wenn Primärteilchen von 0,1 bis 0,20 µm des Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsproduktes verwendet werden. Für weniger feine Filtrationen, beispielsweise zur Klärfiltration, können Agglomerate von Primärteilchen in der Größe zwischen 4 bis 200 µm oder mehr verwendet werden. Der Anteil metallionenfreier Filterhilfsmittel, also der Anteil des feinen, hoch dispersiven Polymer-Granulates bzw. der mikronisierten Zellstoffe oder Gemische derselben, soll vorteilhaft zwischen 5% und 60% des Gesamtgewichtes der Filterschicht betragen.

[0008] Mit der Erfindung kann nun den Humanblutbanken gefiltertes Blutplasma zur Verfügung gestellt werden, das keine durch die Filtration erhöhte Gehalte von Eisen oder anderen Metallionen besitzt, da die bisher allgemein übliche mineralische filtrationsaktive Komponente durch ein synthetisches Polymer-Granulat oder mikronisierte, trocken gemahlene Zellstoffe ersetzt ist. Metallionenfreie Filtration von Seren, insbesondere Blutplasma oder anderer pharmazeutischer bzw. biochemischer oder chemischer Flüssigkeiten kann außer durch Verwendung hoch dispersiver Polymer-Granulate auch durch micronisierte Zellstoffe oder durch Mischungen beider Stoffe erreicht

werden. Demgemäß ist die Erfindung nicht nur besonders für die Schichtenfiltration von Blutplasma, sondern auch für die Filtration anderer pharmazeutischer, biochemischer oder chemischer Flüssigkeiten, und zwar besonders für die Filtration von Fotogelatine geeignet.

[0009] Bei der metallionenfreien Filtration von Fotogelatine ist allerdings anstelle eines Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsproduktes als Filterhilfsmittel ausschließlich mikronisierte Zellulose zu verwenden, weil Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte geringe Bestandteile an Formaldehyd aufweisen, die ebenso wie Eisenionen die in der Fotogelatine enthaltenen Silbersalze entwickeln. Die mikronisierte Zellulose, die sich sowohl für die Filtration von Fotogelatine als auch für andere Filtrationsaufgaben, wie die Filtration pharmazeutischer Flüssigkeiten, eignet, besteht aus trocken und feinst gemahlenen, hoch reinen Zellstoffen, vorzugsweise von Laubhölzern, wie Buchen usw. Der Anteil mikronisierter Zellulose am Filterstoff kann gleichfalls etwa 5% bis 60% des Gesamtgewichtes der Filterschicht betragen.

[0010] Es wurde weiter gefunden, daß Filterschichten nach der Erfindung auch als Filterhilfsmittel zur Anschwemmfiltration mit gleichem Vorteil angewandt werden können. Hierzu werden die fertigen Filterschichten durch Trockenmahlung nachträglich z.B. in einer Stößmühle weiter zerkleinert und sind so besonders auch für die Voranschwemmung geeignet, die ihrerseits die Grundlage für nachfolgend zudosierte feinere Filterhilfsmittel bildet sowie ein Durchspülen von Feinteilen und eine problemlose Abreinigung des Filterkuchens nach beendeter Filtration ermöglicht. Es ist denkbar, daß je nach Filterauftrag die zermahlenden Filterschichten gemäß der Erfindung noch durch weitere Zusatzstoffe, wie Zellmehle oder andere faserige Anschwemmmaterialien, wie z.B. PE-Fibrille, zur Optimierung einer ersten Voranschwemmung bzw. zur Herstellung stabiler, homogener und gleichmäßig über die ganze Filterfläche verteilter Anschwemmungen ergänzt werden.

[0011] Um die adsorptiven Kräfte zur Abtrennung feinsten Teilchen und gelöster Stoffe, insbesondere bei neutralen bis leicht sauren Lösungen mit negativer Oberflächenladung, zu erhöhen, empfiehlt es sich, dem Filterstoff ein positives Potential zu verleihen, das vom pH-Wert abhängig ist, indem vorzugsweise in die wässrige Suspension der verwendeten Zellulosen ein Epichlorhydrin-Harz zugegeben wird. Dieses zieht auf die Zellulose auf, kondensiert bei dem anschließenden Trocknungsprozeß bei 130° bis 150°C aus und wird somit unlöslich. Dieses sogenannte Zeta-Potential ist die elektrische Ladung, die sich um Feststoffteilchen in einer elektrolythaltigen Flüssigkeit ausbildet.

[0012] Des weiteren kann das Verfahren noch dadurch optimiert werden, daß das Filtermaterial nach Aufbereitung und Zubereitung getrocknet und dabei durch Zugabe von Naßfestmitteln, beispielsweise durch Zugabe einer wässrigen Lösung eines Epi-

chlorhydrin-Harzes oder eines modifizierten Melamin-Formaldehyd-Harzes, verfestigt wird. Die Anwendung anderer Naßfestmittel ist denkbar; diese kondensieren während der Trocknung der Filterschicht und geben dieser einen inneren Zusammenhalt. Bei den angegebenen Naßfestmitteln handelt es sich um synthetische, lebensmittelrechtlich unbedenkliche Harze. Gesundheitlich unbedenklich ist auch die Zugabe der vorgenannten Additive zur Änderung der elektrischen Ladung des Filtermediums.

Ausführungsbeispiel

[0013] Als ein Ausführungsbeispiel für die erfindungsgemäße Filtration wird mikronisierter Zellstoff aus reiner α -Zellulose um etwa 90% benannt, mit einem Glührückstand von maximal 0,3% hinsichtlich der mineralischen Komponente, nämlich Calcium-Magnesium, als Bestandteil des zerkleinerten Zellstoffes, also der zerkleinerten Pflanze oder dgl., wobei eine Reinheit der Zellulose (Weiße) von 86% vorteilhaft ist. Die verwendete α -Zellulose kann eine Faserlänge von 10 bis 300 μm , vorzugsweise von 18 bis 200 μm , haben, wobei eine durchschnittliche Faserdicke von 5 bis 30 μm zweckmäßig ist. Eine solche mikronisierte Zellulose ist sowohl für die Filtration von Blutplasma als auch für die von Fotogelatine geeignet. Da dieser Zellulose positives Oberflächenpotential fehlt, wird der wässrigen Suspension, also der Suspension aus mikronisierter Zellulose, beispielsweise Polyamido-aminepichlorhydrin-Harz zugegeben, wonach die auf einem Langsieb vorgefertigte Filterpapierbahn in einer Trockenanlage bei Temperaturen zwischen 130° und 150° getrocknet wird. Bei dieser Trocknung kondensiert das zugegebene Additiv und legt sich in langen Ketten auf die Oberfläche der Zellulose. Danach können auch während der Trocknung des Filterstoffes geeignete Naßfestmittel, beispielsweise modifizierte Melamin-Formaldehyd-Harze oder eine wässrige Lösung eines Epichlorhydrin-Harzes, zugegeben werden, wobei diese Stoffe während des Trocknungsvorganges ebenfalls kondensieren.

[0014] Zur Klärfiltration pharmazeutischer Produkte, insbesondere für Blutplasma oder andere Seren, wird als Beispiel folgende Rezeptur angegeben:

Es werden 50% naß gemahlene Zellstoffmischung, also eine normale Zellulose, wie in üblichen Filterschichten, angesetzt mit 30 bis 40° Schopper-Riegler, also eine Zellstoffmischung aus hoch gebleichten Sulfid- und Sulfat-Zellulosen. Hierzu werden noch ca. 10% Polyäthylen-Fibrid (PE-Fibrid) zugesetzt, wie sie beispielsweise im Handel unter der Type ESS 21 von der Firma Schwarzwälder Textilwerke angeboten wird. Zu der 50% naß gemahlener Zellstoffmischung mit 10% PE-Fibrid wird etwa 40% Harnstoff-Formaldehyd-Kondensat zugegeben, wobei in diesem Beispiel als mittlere Größe Agglomerate zwischen 6 und 60 μm vorhanden sein können. Die Naßverfestigung erfolgt durch Beigabe von ca. 0,3% Polyamin-epi-

chlorhydrin-Harz. Anschließend wird der Filterstoff bei 130 bis 150° im Trockner getrocknet, und zwar bis auf eine Restfeuchte kleiner als 1%. Das geschieht durch entsprechende Steuerung der Durchsetzgeschwindigkeit im Trockner. Das Ergebnis ist ein außerordentlich trockenes, ausreichend verfestigtes Filtermaterial.

[0015] Bei dem nachfolgenden Beispiel für die Filtration von Fotogelatine wird eine sehr feine Filterschicht aufgebaut, die aus ca. 60% naß gemahlener, fibrillierter Zellstoffmischung, 35 bis 45° Schopper-Riegler besteht. Die Filterschicht ist somit feiner gemahlen als die im vorgenannten Beispiel und besteht ebenfalls aus einer Mischung aus hoch gebleichten Sulfid-Sulfat-Zellulosen zuzüglich etwa 40% trocken gemahlener, micronisierter, hoch reiner Laubholzzellulose, beispielsweise aus Buchenholz. Besonders gute Ergebnisse erzielt man, wenn diese Laubholzzellulose eine Faserlänge und eine Faserdicke von etwa 15 μm hat. Zur Kationisierung, also zur Bildung eines gewünschten Zeta-Potentials, werden ca. 0,5% kationisches Polyamido-aminepichlorhydrin-Harz und zur Naßverfestigung etwa 0,3% Polyamin-epichlorhydrin-Harz zugegeben.

[0016] Gegenstand der Erfindung sind ferner Filterschichten, die insbesondere zur Filtration pharmazeutischer, biochemischer oder chemischer Flüssigkeiten entsprechend dem beschriebenen Verfahren geeignet sind und aus einem Grundgerüst aus Zellstoffasern bestehen und bei denen in die Zellstoffasern feines, hoch dispersives Polymer-Granulat eingelagert ist. Als besonders geeignetes Polymer-Granulat weisen diese Filterschichten Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte mit einer Primärteilchengröße von etwa 0,1 bis 3,0 μm und einer spezifischen Oberfläche von $20 + 5 \text{ m}^2/\text{g}$ nach BET-Methode auf. Ein Polymer mit Primärteilchen der Größe zwischen 0,5 bis 0,20 μm ist besonders zur Feinfiltration, also zur Sterilfiltration, geeignet. Für weniger feine Filtrationen, beispielsweise für die Klärfiltration, kann die Filterschicht Agglomerate des Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsproduktes aufweisen, das aus Primärteilchen in der Größe von 4 bis 200 μm oder mehr besteht. Das bei der Filterschicht verwendete Polymergranulat kann ferner ein spezifisches Gewicht von 1,30 bis 1,50 g/cm^3 und ein Schüttgewicht von ca. 60 g/l haben. Vorteilhaft trägt der Anteil keine Metallionen abgebender filtrationsaktiver Stoffe, also der Anteil von mikronisierter Zellulose, oder der Anteil des feinen, hochdispersiven Polymer-Granulates zwischen 5 und 60% des Gesamtgewichtes der Filterschicht.

[0017] Nach einem weiteren Merkmal zeichnet sich die mikronisierte Zellulose für die Filterschicht dadurch aus, daß sie aus trocken gemahlener Zellstoffen, insbesondere aus Laubholzzellulose, besteht. Aus diesen Filterschichten können Filterhilfsmittel zur Anschwemmfiltration hergestellt werden, wenn die fertigen Filterschichten durch Trockenmahlung fein zerkleinert werden. Solche fein zerfaserten bzw. zer-

kleinerten Filterschichten gemäß der Erfindung können mit Vorteil zur Vorfiltration von Produkten mit sehr hohen Reinheitsanforderungen eingesetzt werden.

[0018] Schließlich kann nach einem weiteren Merkmal der Erfindung zur Erzielung einer erwünschten elektrischen Ladung des Filtermaterials die Filterschicht mit einem Zeta-Potential versehen sein. Zur Verfestigung der Filterschicht kann diese ferner mit geeigneten Naßfestmitteln, insbesondere mit einem Melamin-Formaldehyd-Harz oder einem Epichlorhydrin-Harz, behandelt sein.

[0019] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren und den erfindungsgemäßen Filterschichten ist es erstmals möglich, pharmazeutische Flüssigkeiten, wie Blutplasma oder andere Seren, metallionenfrei – also unterhalb der Nachweisgrenze –, insbesondere frei von Aluminium- und Eisenionen, herzustellen, wodurch Blutplasma zur Verfügung gestellt werden kann, das gesundheitsschädliche Metallionen nicht mehr enthält. Desgleichen lassen sich Filtrate ohne Aufnahme von Metallionen aus dem Filtermittel herstellen, die in der chemischen Industrie oder auf anderen Gebieten gewünscht werden, und zwar insbesondere bei der Filtration von Fotogelatine, die nunmehr ohne aufwendiges Auswaschen oder sonstige notwendige zusätzliche Maßnahmen filtriert werden kann.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Schichtenfiltration von pharmazeutischen, biologischen, chemischen oder dergleichen Flüssigkeiten, insbesondere von Injektionslösungen, beispielsweise Blutplasma bzw. andere Seren oder Fotogelatine oder dgl., bei dem als Filterhilfsmittel feinst zerkleinerter Zellstoff, insbesondere Zellstoffasern, sowie eingelagerte filtrationsaktive Komponenten verwendet werden, **dadurch gekennzeichnet**, daß inerte, praktisch keine Metallionen abgebende, organische filtrationsaktive Komponenten in Form von feinem, hochdispersivem Polymergranulat oder mikronisierter, hochreiner Zellstoffe oder Mischungen daraus verwendet werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur metallionenarmen bzw. metallionenfreien Filtration von Seren, insbesondere Blutplasma, als feines, hochdispersives Polymergranulat ein Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukt mit einer Primärteilchengröße von etwa 0,1 bis 3,0 µm und einer spezifischen Oberfläche von 20 ± 5 m²/g (BET-Methode) verwendet wird.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß zur Sterilfiltration Primärteilchen von 0,1 bis 0,20 µm des Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsproduktes und für weniger feine Filtrationen, beispielsweise für Klärfiltration, Agglomerate von Primärteilchen in der Größe zwischen

4 bis 200 µm verwendet werden.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymergranulat ein spezifisches Gewicht von 1,30, bis 1,50 g/cm³ und ein Schüttgewicht von ca. 60 g/l hat.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil inerter, praktisch keine Metallionen abgebender Filterhilfsmittel zwischen 5% und 60% des Gesamtgewichtes der Filterschicht beträgt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur metallionenfreien Filtration von formaldehydepfindlichen Produkten, wie z. B. Fotogelatine, anstelle von Polymergranulat als Filterhilfsmittel mikronisierte Zellulose verwendet wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die mikronisierte Zellulose aus trockengemahlenen Zellstoffen, insbesondere aus Laubholzzellulose hoher Reinheit, besteht.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß zur Vorfiltration fertige Filterschichten mit einem Grundgerüst aus Zellstoff und eingelagertem Polymergranulat und/oder mikronisierter Zellstoffe gemahlen und zur Anschwemmung verwendet werden.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß bei negativer Ladung der im Unfiltrat befindlichen abzufilternden Partikel oder Kolloide den Zellulosefasern der Filterschicht ein positives Oberflächenpotential (Zeta-Potential) gegeben wird, vorzugsweise in der Weise, daß in die wässrige Suspension aus mikronisierter Zellulose ein Epichlorhydrin-Harz zugegeben wird, dieses auf die Zellulose aufzieht und beim anschließenden Trocknungsprozeß bei 130° bis 150°C auskondensiert.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Filterstoff nach Aufbereitung und Zubereitung getrocknet und durch Zugabe von Naßfestmitteln, beispielsweise einem modifizierten Melamin-Formaldehyd-Harz oder einer wässrigen Lösung eines Epichlorhydrin-Harzes verfestigt wird.

11. Filterschicht insbesondere zur Filtration von pharmazeutischen, biologischen oder chemischen Flüssigkeiten, die ein Grundgerüst aus fibrillierten Zellstoffasern aufweist, zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 10, gekennzeichnet durch in die Zellstoffasern eingelagertes feines, hochdispersives Polymergranulat.

12. Filterschicht nach Anspruch 11, dadurch ge-

kennzeichnet, daß das Polymergranulat ein Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukt mit einer Primärteilchengröße von 0,1 bis 3,0 µm und einer spezifischen Oberfläche von $20 \pm 5 \text{ m}^2/\text{g}$ (BET-Methode) ist.

oder eines Epichlorhydrin-Harzes, verfestigt ist.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen

13. Filterschicht nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß zur Feinfiltration, insbesondere zur Sterilfiltration, Primärteilchen von 0,1 bis 0,20 µm des Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsproduktes verwendet werden.

14. Filterschicht nach einem der Ansprüche 12 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß für weniger feine Filtrationen, beispielsweise zur Klärfiltration, Agglomerate von Primärteilchen in der Größe zwischen 4 bis 200 µm verwendet werden.

15. Filterschicht nach einem der vorhergehenden Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus Mischungen von Primärteilchen zwischen 0,1 bis 0,20 µm des Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsproduktes und deren Agglomerate besteht.

16. Filterschicht nach einem der Ansprüche 11 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymergranulat ein spezifisches Gewicht von 1,30 bzw. 1,50 g/cm³ und ein Schüttgewicht von ca. 60 g/l hat.

17. Filterschicht nach einem der Ansprüche 11 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil metallionenarmer bzw. -freier Filterhilfsmittel zwischen 5% und 60% des Gesamtgewichtes der Filterschicht beträgt.

18. Filterschicht mit einem Grundgerüst aus fibrilliertem Zellstoff, insbesondere Zellulosefasern, zur metallionenfreien Filtration von Fotogelatine, insbesondere nach den Ansprüchen 1, 6 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß als Filterhilfsmittel ausschließlich organische, metallionenarme, insbesondere metallionenfreie Substanzen vorgesehen sind, mit eingelagerter mikronisierter Zellulose, vorzugsweise aus Laubholz.

19. Filterschicht nach einem der Ansprüche 11 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die fertige Filterschicht aus Zellstoff und eingelagertem Polymergranulat und/oder mikronisierter Zellulose zur Verwendung bei Anschwemmfiltrationen durch Mahlung feinst zerkleinert ist.

20. Filterschicht nach einem der Ansprüche 11 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Zellulosefasern mit einem Zeta-Potential versehen sind.

21. Filterschicht nach einem der Ansprüche 11 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß der Filterstoff mit einem Naßfestmittel, insbesondere einer wässrigen Lösung eines Melamin-Formaldehyd-Harzes