

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
B01D 39/16 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480015624.5

[43] 公开日 2006 年 7 月 12 日

[11] 公开号 CN 1802198A

[22] 申请日 2004.6.4

[21] 申请号 200480015624.5

[30] 优先权

[32] 2003.6.5 [33] US [31] 60/476,254

[86] 国际申请 PCT/US2004/017808 2004.6.4

[87] 国际公布 WO2004/108250 英 2004.12.16

[85] 进入国家阶段日期 2005.12.5

[71] 申请人 库诺公司

地址 美国康涅狄格州

[72] 发明人 马克斯希梅尔

[74] 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任
公司

代理人 郭国清 樊卫民

权利要求书 3 页 说明书 19 页 附图 6 页

[54] 发明名称

使用具有一定流变性的聚烯烃制造过滤器元件

[57] 摘要

本公开涉及过滤器元件，更特别涉及从改善的聚烯烃聚合物、目前优选聚丙烯制备的过滤器元件，特征为特定的流变性能。最特别地，本公开涉及具有特定分子量和分子量分布等性质和/或性能的聚丙烯、涉及粘度、分子量和分子量分布等性质和/或性能已经调整的聚丙烯、以及其在制备深度过滤器元件中的用途。本公开进一步涉及制备改善聚烯烃聚合物例如聚丙烯的方法和/或系统，以及其在制造有利过滤器元件中的用途。



1. 一种过滤器元件，包含：

5 熔融指数约 35～约 380、分子量(Mp)约 110,000～约 180,000、多
分散性小于 5 和空隙体积大于约 70%的聚丙烯聚合物。

2. 权利要求 1 的过滤器元件，其中过滤器元件由通过可控降解
制备的聚丙烯制成。

10 3. 权利要求 1 的过滤器元件，其中过滤器元件由聚合物制造商
制备的聚丙烯制成，并在不改性的情况下用于过滤器制备过程。

15 4. 权利要求 1 的过滤器元件，其中通过熔融吹制法利用刚性挤
出粘合制备过滤器元件，过滤器元件显示出纤维与纤维间的高度粘
合，从而可实现过滤器元件的机械加工而没有表面打光或撕裂。

5. 权利要求 4 的过滤器元件，其中聚合物熔融指数包括：约 70～
约 270。

20 6. 权利要求 4 的过滤器元件，其中聚合物熔融指数包括：约 120～
约 200。

7. 权利要求 4 的过滤器元件，具有至少一个沟槽有效形成在其
外表面上。

25 8. 权利要求 4 的过滤器，具有至少一个沟槽有效形成在其内表
面上。

30 9. 一种从聚丙烯制备熔喷过滤器元件的方法，包括：
在以熔融形式将其挤出之前，对聚丙烯树脂进行可控降解，以降

解聚丙烯树脂，使得到的树脂显示出约 35～约 380 的熔融指数、约 110,000～约 180,000 的分子量(Mp)、小于 5 的多分散性；和挤出得到的树脂，以形成空隙体积约 70%的过滤器元件。

5 10. 权利要求 9 的方法，其中通过热设备实现可控降解。

11. 权利要求 9 的方法，其中通过使用自由基实现可控降解。

12. 权利要求 9 的方法，其中通过使用 γ 辐射实现可控降解。

10

13. 权利要求 9 的方法，其中通过使用双(叔烷基过氧)链烷实现可控降解。

14. 权利要求 13 的方法，其中双(叔烷基过氧)链烷包括：

15

2,5 -二甲基- 2,5 -二叔丁基过氧己烷。

15. 权利要求 9 的方法，其中在以下体系中实现可控降解，所述体系包括：

挤出机反应器；和

20

有效连接到挤出机反应器上的设备，以连续监测通过挤出机反应器的聚丙烯分子量参数。

16. 权利要求 15 的方法，其中监测参数包括：聚丙烯的熔体流动或其它粘性特征。

25

17. 权利要求 15 的方法，其中连续监测设备包括：连续流变仪。

18. 权利要求 17 的方法，其中所述的连续流变仪包括根据监测的分子量参数改变挤出机-反应器中状态的反馈设备。

30

19. 一种过滤器元件，由权利要求 9 的方法制备。

20. 一种深度过滤器元件，包含：

聚丙烯，MFI 约 35～约 380、分子量(Mp)约 110,000～约 180,000
5 和多分散性小于 5，具有基本上管状、基本上圆柱形的形状。

21. 权利要求 20 的深度过滤器元件，其中元件是自支撑和无芯的。

10 22. 一种通过可控降解制备的聚丙烯聚合物，显示出熔融指数约 35～约 380、相对粘度约 200～约 400 泊、分子量(Mp)约 110,000～约 180,000、多分散性小于 5，使得由其制备的过滤器元件具有约 70%的空隙体积。

使用具有一定流变性的聚烯烃制造过滤器元件

5 相关申请

本申请是 Mark Schimmel 于 2003 年 6 月 5 日提交的美国临时专利申请号 60/476,254 的部分继续，并要求其优先权，该专利名称为"制造过滤器元件中的受控流变性能"，其公开内容此处引入至与本公开不矛盾的程度，作为参考。

10

公开背景

本公开涉及过滤器元件，更特别涉及从改善聚烯烃聚合物、目前优选聚丙烯制备的过滤器元件，其特征在于特定的流变性能。最特别地，本公开涉及具有特定分子量和分子量分布等性质和/或特性的聚丙烯，已经调节粘度、分子量和分子量分布等性质和/或特性的聚丙烯，还涉及其在制备深度过滤器元件中的用途。本公开进一步涉及制备改善聚烯烃聚合物例如聚丙烯的方法和/或系统，以及其在制造有利过滤器元件中的用途。

15

为了使液体圆柱形深度过滤器在应用中提供可接受的过滤效果，过滤器必须在过滤器使用寿命期间提供稳定的颗粒去除效率，使用期间随压差增加而不会卸载或旁通先前俘获的杂质，必须提供低的初始压差，必须提供长的有效使用寿命，并当暴露至加工流体时显示出低的可萃取性。此外，非常重要的是具有可靠的生产方法以提供每批制备过滤器的一致性。

20

25

圆柱形深度滤筒的某些特定物理属性通常可得到上述优选的过滤性能特征。具有足够刚性纤维结构以在使用延长期限内不会变形的圆柱形深度滤筒通常在过滤器使用寿命内提供一致的颗粒去除效率，并且在使用期间随压差增加没有卸载或旁通先前俘获的杂质。具有高空

30

隙体积和/或高表面积圆柱形深度滤筒通常提供低的初始压差和长的使用寿命。聚烯烃聚合物已知在大部分加工流体中具有低的可萃取性。

5 使用聚丙烯制造过滤器元件是已知的。已有许多努力来制备具有上述所有优选物理属性的深度滤筒，但是它们通常在一个或更多方面不足，因此没有获得全部所需过滤性能特征。例如，制备刚性圆柱形聚丙烯深度滤筒通常还产生更致密的低空隙体积纤维结构，其导致一致的颗粒去除效率与低压差和/或长过滤器使用寿命之间的折衷。另一个实例中，制备高空隙体积的圆柱形聚丙烯深度滤筒通常产生柔性可压缩的纤维性介质结构，其需要单独的模塑或金属中央支撑芯，以保持过滤器甚至在低压差下也不崩溃。得到的过滤器具有低的压差和长的使用寿命，但是具有在其使用寿命期间折衷的一致颗粒去除效率和/或随压差增加卸载或旁通先前俘获杂质的倾向。

15 已经尝试克服这些已知的问题。例如，已经研制沟槽过滤器，以试图增加可用的过滤器表面积。然而，当加工以试图提供高外表面积时，由聚丙烯制造的常规圆柱形深度过滤器具有熔融、打光、撕裂、撕碎、退化/或毛边的倾向。该加工通常导致较差的美观性和/或不可接受的短过滤器寿命。几个已知的可商购产品包括由 Dyna-Jet Co, Korea 和 Hidrofilter, Brazil 制备的具有沟槽的聚丙烯深度过滤器，但是这些产品非常重、致密并具有低的空隙体积，更重要地，看起来具有光滑的表面，并证明其有效寿命短。目前已知的现有技术可得到的沟槽过滤器不能完全令人满意，因为，它们显示出不可接受的短过滤器使用寿命等缺点。

25 已经做出其它尝试制备圆柱形深度过滤器，其没有利用加工或开槽来克服上述缺点。已经提出一种产生分级结构的技术，其在过滤器外表面具有较低的孔隙度/密度，朝着中心逐渐具有高的孔隙度/密度。该结构将使杂质进入过滤器基体，从而可利用更多深度过滤器的纤维

状孔隙结构。然而，该分级孔隙度/密度技术的有效性很大程度上取决于过滤层的孔尺寸分布和杂质的粒度分布。一些应用中，杂质可能穿透并利用过滤器的整个深度，然而，其它应用中，杂质可能堵塞仅一层孔隙，使得过滤器使用寿命非常短。因此，该特定类型的深度过滤器结构对于全部应用并不认为是最佳的。

美国专利 3,801,400 公开了一种密度变化的深度滤筒，美国专利 5,409,642 公开了可以制备分级孔隙度的滤筒。

美国专利 5,591,335 公开了由非纺织熔喷载体和过滤纤维整体相互协同定位的物质形成的过滤介质。平均起来，与整体协同定位的过滤纤维相比，载体纤维具有相对较大的直径。将过滤介质布置在过滤元件的至少一个环形带内，至于实施例，拆卸式圆柱形滤筒具有由过滤介质包围的轴向延伸中央中空的通道。根据该专利，形成的深度滤筒具有相互环形关系的一个或更多附加过滤带(其附加过滤带分别可以有或没有提供整体协同定位的纤维)。具有细纤维的大直径纤维共混物也产生渐变纤维/孔隙度结构，但是仍然需要载体芯。

美国专利 5,340,479 公开了一种深度滤筒，其由多个基本上连续相互缠绕的细丝形成，该细丝包含由具有第一直径的载体细丝形成的中央载体区，和由具有第二直径(其直径是不同的或细丝由不同的材料构成)细丝的过滤细丝形成的过滤区。深度过滤器是无芯的非纺织深度过滤器元件，并且是渐变纤维元件。该细丝包括在过滤器中央区的载体细丝，其直径足够大以热连接到结构上，其足够强以支持过滤器结构的其余部分。通过在外表面放置细纤维以增加过滤介质区的面积，该过滤介质区与上述渐变多孔性设计相反，并且粗糙的粘合纤维在内部形成纤维状芯，实现上述目的。尽管在深度过滤器外部设置过滤介质区与在深度过滤器内部设置过滤介质区相比增加了有效表面，但由于圆柱形深度过滤器的外表面积仍然相对较低，所以过滤器仍然可能显示出短的过滤器使用寿命。

另一种尝试是制备缠绕滤筒，其使一部分杂质无阻碍地通过一层至下一层，以利用内部介质层，否则该内部介质层未使用或使用不足。然而，缠绕深度过滤器通常需要许多材料和组分，这增加了滤筒组件的复杂性和成本。美国专利 6,391,200 公开了一种过滤器，其包括过滤介质和扩散介质的交替层。交替层从过滤器元件的辐射状最内层延伸到过滤器元件的辐射状最外层，扩散介质定义为网孔材料的连续纵向片材，过滤介质定义为沿着网孔材料连续片材的长度布置的至少一种过滤材料。过滤介质和扩散介质的交替层定义为包围圆柱形芯的三种不同的辐射状布置的层过滤区，并包括具有辐射状外部预限定（prequalifying）层的第一过滤区、具有中部预限定层的第二过滤区和具有辐射状内部限定层的第三过滤区。辐射状外部预限定层和中部预限定层限定了从过滤器元件的辐射状最外层至过滤器元件辐射状最内层径向距离的约三分之二。辐射状外部预限定层内的过滤材料包括许多形成辐射状延伸旁通开口的穿孔，其中部预限定层具有较少的开口，在内部限定层没有开口。通过开口形成的穿孔提供在过滤介质上改善的流体分布、低的压降和增加的使用寿命。然而，与使用其它已知熔喷方法制备的过滤器相比，相当复杂的设计使得过滤器制备成本昂贵。

20

为了制备可接受的由聚丙烯材料制成的圆柱形深度过滤器，必须使用具有窄分子量分布和较低分子量和/或增加熔融指数的改性聚丙烯，使得可以加工过滤器，而没有质量降低。

25

通常，用齐格勒-纳塔（Ziegler-Natta）催化剂制备的聚丙烯具有高的分子量和较宽的分子量分布。这表现为高熔体粘度和低熔融指数（"MFI"），其限制有效加工，并损害产品质量，特别是这里所期望的应用。

30

理论上可以从合成直接得到具有合乎需要 MFI（低平均分子量和

窄分子量分布的结果), 条件是该合成法可以最优化并且工业上可行。实际上, 常规丙烯聚合中难以控制分子量和分子量分布参数, 特别是当采用 Ziegler-Natta 型催化剂时。已经提出丙烯聚合中使用茂金属催化剂代替 Ziegler- Natta 型催化剂, 这代表更有利的合成聚丙烯路线。

5 然而, 聚合期间控制该参数需要使用链终止剂或转移剂, 得到的结果强烈依赖于聚合条件。

之前没有任何可商购的材料具有所需性质, 已经试图通过进行合成后加工来克服这些问题。一种努力是共混分子量和/或分子量分布不同的树脂。然而, 树脂共混的难题已重现了共混组合物和不均匀的分

10 子量分布。

已知用于获得窄分子量和/或高熔体流动指数的聚合物例如聚丙烯的合成后加工方法是已知的"改性"或"控制"聚合物/聚丙烯的流变性能, 即, 改变流变性能以制备适用于指定应用的聚丙烯。此外粘度降低也可描述为"减低粘度"。

15

已经提出改性聚丙烯, 以制备适用于多种最终应用的聚丙烯。然而, 这些最终应用需要分子量和/或分子量分布不同的丙烯聚合物, 以满足工艺要求的多样性。

20

已经发现降解丙烯聚合物至所需分子量范围是更有利的, 而不是对聚合反应强加过度限定。通常, 对聚合物进行挤出操作, 其中发生热降解。然而, 难以用这样的方式控制最终的分子量或分子量分布。

25 已经作出进一步努力, 挤出操作期间通过混合空气或另一种含氧气体和丙烯树脂, 受控降解丙烯聚合物。已经发展出相当复杂的技术来监测并调节挤出机背压、螺杆速度、温度和氧加入速率, 以控制得到的分子量和分子量分布。另外, 这些技术要求使用高熔融温度, 以获得许多应用中所要求的较高熔体流动速率。高熔融温度通常使最终产品发生所不期望的变色。此外, 如果采用氧源例如过氧化物, 要求过氧

30

化物浓度充分降低，而这些过氧化物在最终产物中产生气味问题，并在流水作业线周围产生不希望的环境，其可能令流水线工人感到不舒服。

5 另一种降低聚丙烯粘度的方法是在有机过氧化合物("过氧物")的存在下约 180-260℃挤出。商业上用于该用途的典型有机过氧物是 2, 5 -二甲基- 2, 5 -二(叔丁基过氧)己烷，由 Atofina Chemicals, Inc 以" Luperox®101"出售。该过氧物是液体，分析为 91.0 至 93.0%，熔点 8 °C，活性氧含量为 10.03 至 10.25%。替代地，目前可以商业上以固态
10 获得该过氧物，碳酸钙作为填料(Luperox®) 101XL45，分析为 45.0 至 48.0%，活性氧含量 4.96 至 5.29%)或聚丙烯作为填料 (Luperox®101PP20，分析为 19.0 至 21.0%，有效氧含量 2.09 至 2.31%)。粘度降低方法中可以采用得自相同化学试剂系列的其它有机过氧物材料。

15 自由基机理被认为是应用过氧物聚丙烯降解的机理，即起初，过氧物分解产生自由基，然后这些自由基从聚烯烃主链的叔碳吸取氢，以在聚合物上形成基团。这导致形成自由基的链断裂。可以通过聚合物自由基的重新结合使该方法终止。

20

公开概要

该公开的目的是提供由聚丙烯聚合物制成的过滤器元件，该聚丙烯聚合物显示出约 35~约 350 的熔融指数、约 140,000~约 180,000 的分子量(Mp)，并且具有小于 5 的多分散性。

25

本公开的另一个目的是制备聚丙烯聚合物，已经调节其粘度和分子量分布，以得到特别适用于制备具有有利特性过滤器元件的聚丙烯。

30

本公开的另一个目的是以可再现、可预见和可控方式制备具有所

需粘度和分子量分布的聚丙烯，使得聚丙烯更适用于制造过滤器元件。

本公开的另一个目的是提供从聚丙烯制备过滤器元件的方法。

5

本公开的另一个目的是提供从已经调节粘度和分子量分布的聚丙烯制备过滤器元件的方法，更特别地，从基于流变性能(例如聚丙烯的粘度降低)的变化，具有降低聚合物分子量和窄分子量分布的聚丙烯制备过滤器元件。

10

本公开的另一个目的是提供经济优势，其目前被认为仅通过在制造操作期间产生所需聚合物改变而实现。

本公开的一个方面包括一种过滤器元件，其包含：聚丙烯聚合物，显示约 35~约 380 的熔融指数、约 110,000~约 180,000 的分子量(Mp)、多分散性小于 5 且空隙体积大于约 70%。

本公开的另一个方面包括一种从聚丙烯制备熔喷过滤器元件的方法，包括：在以熔融形式挤出之前，对聚丙烯树脂进行可控降解，以降解聚丙烯树脂，使得到的树脂显示约 35~约 380 的熔融指数、约 110,000~约 180,000 的分子量(Mp)，并且多分散性小于 5；并挤出得到的树脂以形成空隙体积约 70%的过滤器元件。

本公开的另一方面包括一种通过可控降解制备的聚丙烯聚合物，其显示约 35~约 380 的熔融指数、约 200~约 400 泊的相对粘度、约 110,000~约 180,000 的分子量(Mp)、多分散性小于 5，使得从其制备的过滤器元件具有约 70%的空隙体积。

本公开的再一个方面包括基本上为管状、基本上为圆柱形的深度过滤器元件，包含：聚丙烯，其具有约 35~约 380 的 MFI、约 110,000~

约 180,000 的分子量(Mp)、小于 5 的多分散性。

下列说明书中更充分地提出本公开的其它目的和方面。

5 附图说明

图 1 是本发明代表性深度过滤器元件的示意图。

图 2 是本发明深度过滤器元件另一个代表性实施方案的示意图，图解连续制备深度过滤器元件(一个或多个)，并且显示出没有粘合连接处；

10 图 3 是深度过滤器元件构造的另一个代表性实施方案的示意图，包括代表性端盖、接头和/或衬垫，用于促进在通常的过滤器外壳范围内使用代表性过滤器；

图 3a 和 3b 是图 3 代表性端盖、接头和/或衬垫的侧视图；

15 图 4 是深度过滤器元件构造另一个代表性实施方案的示意图，并包括代表性端盖、接头和/或衬垫，用于促进在通常的过滤器外壳范围内使用代表性过滤器；

图 4a 和 4b 是图 4 代表性端盖、接头和/或衬垫的侧视图；

20 图 5 是深度过滤器元件构造另一个代表性实施方案的示意图，并包括代表性端盖、接头和/或衬垫，用于促进在通常的过滤器外壳范围内使用代表性过滤器；

图 5a 和 5b 是图 5 代表性端盖、接头和/或衬垫的侧视图；

图 6 是深度过滤器元件构造另一个代表性实施方案的示意图，并包括代表性端盖、接头和/或衬垫，用于促进在通常的过滤器外壳范围内使用代表性过滤器；

25 图 7 是深度过滤器元件构造另一个代表性实施方案的示意图，并包括代表性端盖、接头和/或衬垫，用于促进在通常的过滤器外壳范围内使用代表性过滤器；和

30 图 8 是深度过滤器元件构造另一个代表性实施方案的示意图，并包括代表性端盖、接头和/或衬垫，用于促进在通常的过滤器外壳范围内使用代表性过滤器；

示例性实施方案的详细公开

按照本公开，现在已发现之前没有可商购的聚烯烃具有所需性质，特征在于高分子量(低 MFI)和较宽分子量聚丙烯原料的可控降解导致改性聚丙烯具有需要的性质，以用于制备通常的过滤器元件，特别是圆柱形深度过滤器元件。

本公开的一个示例性实施方案中，从聚丙烯聚合物制造过滤器元件，该聚丙烯聚合物显示出约 35~约 350 的熔融指数、约 140,000~约 180,000 的分子量(Mp)和小于 5 的多分散性。聚丙烯聚合物是 EOD-99-10 级，来自于 Atofina Petrochemicals, Inc of Houston, TX.。

本公开的另一个示例性实施方案中，为了制备熔融指数约 35~约 350、分子量(Mp)约 140,000~约 180,000 和多分散性小于 5 的所需聚丙烯聚合物，使用或不使用氧气、通过辐射、或在由一种或更多种反应剂例如过氧化物在加热时产生的自由基作用下，加热进行可控降解。通过聚合物的受控降解实现聚丙烯流变性能和物理性能的有利改变。

除非另外标明，以下定义的术语具有下列含义：

术语"熔融指数"或" MFI "，也称为 MFR 或熔体流动速率，由测试方法 ASTM 1238 详细地规定。使用 ASTM1238 测试方法的"方法 B"变体测量本公开中的聚合物。

术语"分子量"是指聚合物(在这种情况下为聚丙烯)的分子量，并定义为聚合物链中重复单元(例如，构成聚丙烯的单体丙烯，具有约 42.1 的分子量)的分子量(分子组成原子的原子量总和)乘以"聚合度"，聚合度是聚合体链中重复单元的数量。因为聚合方法不精确，将产生聚合物链长度范围，这导致分子量分布或"分子量分布"或" MWD"。用于描述聚合物分子量的两种常见单位为"数均分子量"或" Mn"，和"重均分

子量"或" M_w ", M_n 倾向于稍微低于分子量分布曲线的峰值。 M_w 为重均, 着重较长、较大的分子, 倾向于为较高的值。参考分子量的第三种量度标准是"峰值分子量"或" M_p "-在聚丙烯的 GPC 光谱分析中, 用分布曲线的峰值(最可几分子量)计算。

5

术语"多分散性"是用比例 M_w/M_n 描述聚合物的分子量分布。

术语"熔喷法"是指通过包括一个以上孔的模头挤出热塑性聚合物制备细纤维。随着纤维从模头出来, 用空气流使它们细化, 空气流大体上并行或沿出来纤维的切线方向运动。

10

术语"空隙体积"是指通过测量过滤器的重量和体积, 然后过滤器重量与相同体积相同组成物质的固体物质理论重量的比值而计算的百分比。例如-聚丙烯过滤器可以具有 136g 的重量和 584cc 的体积 -聚丙烯具有大约 0.9 的比重。因此, 相同体积的理论固体将为约 $584\text{cc} \times 0.9\text{g/cc} = 524.6\text{g}$ 。通过用实际重量除以理论固体重量来计算聚丙烯的体积百分数, 或 $136\text{g}/524.6\text{g} = 25.9\%$ 。空隙体积为 1 减去聚丙烯的体积百分数, 或在这种情况下为 $1 - 0.259 = 0.741$, 或约 74%。

15

术语"热降解"是指用加热和挤出机中通常伴随的机械作用处理聚合物, 导致聚合体链的断裂。

20

术语"可控降解"是指通过可控方法降低聚合物分子量并使分子量分布变窄, 例如通过特定加热和剪切输入速率, 或通过引入与聚合物量成比例的破坏聚合体链的试剂, 并在降解反应中消耗。

25

该公开中使用的术语"孔隙度"是指过滤器中孔隙或空隙的相对尺寸。低孔隙度是指相对较小的孔隙, 高孔隙度是指相对较大的孔隙, 分级孔隙度是指某些设计中显示出孔隙尺寸改变的结构, 或整个过滤器深度上天然出现梯度。

30

术语"受控流变性能"可以定义为使用辐射、过氧化物或其它自由基试剂通过降解来调节某些聚烯烃例如聚丙烯的流变性(例如粘度和分子量分布)。

5

术语"致密化"是指过滤器产品的一些专利文献中描述的方法，从而在所述沉积之前或之后挤压已经沉积的纤维、或直接或间接挤压到过滤器卷轴或心轴上，并形成广泛或局部性低孔隙度的区域，不管故意或作为处理正在形成或已形成的过滤器中一些过程的人工制品。

10

由于聚合物链的随机断裂，与以前直接从单体合成的相应聚合物相比，根据本公开的有利方法(一种或多种)制备的改性聚合物例如聚丙烯具有较低的分子量(高 MFI)、窄的分子量分布，并具有优异的机械强度和/或相关的物理性能。

15

根据本公开的一个方面，通过调节起始聚合物的 MFI 控制聚丙烯的流变性和物理性能。根据本公开代表性的示例性实施方案，起始聚丙烯具有约 35 的 MFI。通过受控改性起始聚丙烯，MFI 有利地增至约 160。根据本公开，用 MFI 高于 40 的聚合物开始可能是不利的，特别是如果聚合物在调整前不是窄分子量分布(MWD)。

20

理论上，制造本公开通常有利的过滤器元件和圆柱形深度过滤器元件可以使用 MFI 160 或更高、例如直至约 350 MFI 的窄 MWD 聚丙烯，或通过使用 MFI 大于 40 但小于 160 的窄 MWD 聚丙烯的较小调节来制备该过滤器元件。如果在调节之前聚合物不具有狭窄分子量分布("MWD")，使用 MFI 高于 160 的聚合物可能不是有利的。理论上，制造本公开有利的过滤器元件可以使用具有所需范围内 MFI、例如约 160 和更高的可商购窄 MWD 聚丙烯作为原料，或通过使用 MFI 大于 40 但优选小于 160 的窄 MWD 聚丙烯，可对过滤器元件作更少的调整。

25
30

在这一点上，自从我们提交了临时申请，我们已经注意到显示出这些性质的可商购材料。我们不确定如何制备这些特定材料。此外，自从临时提交后，我们已经成功地使用一种这些可商购材料制备过滤器，该材料显示出先前描述的合乎需要的性质。具体地，近来已经使用在我们优选 MFI 范围内的聚丙烯材料，没有通过降解进一步调节，制备出具有合乎需要过滤性质的过滤器，其中聚丙烯材料直接从制造商得到。通常，如果调整步骤期间，从较宽的 MWD 改性到窄 MWD，市售纤维级聚丙烯(根据其制造商，其通常显示出窄的 MWD)可以较地进行本公开，虽然分级是为注模或挤出设计的，但已经成功使用。

因此，用于本公开的聚丙烯优选起始 MFI 是约 35~约 350，分子量(Mp)约 140,000~约 180,000，并具有小于 5 的多分散性。

对于所用的不具有这些性能的聚丙烯进行已公开的流变性调节可以使用多种方法实现，例如上述方法。根据本公开一个目前优选的示例性实施方案，通过加入有机过氧化物、2,5 -二甲基- 2,5 -二叔丁基过氧己烷进行受控改性。该特定过氧化物属于过氧链烷类，其耐冲击，并且对于储存时逐步分解是稳定的。尽管高度稳定性，但它们在方便的使用条件下是活性降解剂。加工目前优选具有约 35 MFI 的起始聚丙烯，以调节/改变 MFI 至最终 MFI 约为 160。

目前实现本公开流变性能改性处理的一种代表性优选方法是通过加入固态过氧化物进料至挤出机的喉管。替代地可以通过使用液态过氧化物和计量泵作为进料器，或通过制备预共混聚合物和过氧化物批料，用于装入进料斗来实现。目前控制过氧化物加入量的一种代表性优选方法是令进料器以与在挤出机出口处和模头之前的正排量泵成比例的速度同步运行。该方法(或预共混方法)通常受益于包括质量控制步骤，以保证准确调节聚物流变性能。

替代地，可以与控制回路的输出成比例地控制过氧化物的量，该

控制回路用联机流变仪测量 MFI 并控制进料器的速度，以保持一系列的 MFI。在该代表性替代方法中，提供了可控降解聚丙烯的系统，优选包括挤出机-反应器、用于连续监测聚丙烯分子量参数的设备和用于根据测量的分子量参数改变挤出机反应器中条件的反馈设备。安装在系统中的连续流变仪对测量分子量参数是有效的。

确保可控降解聚丙烯以提供所需分子量的聚合物对于制备非常有效的过滤器元件的质量控制是有利的，并且通过当其从 MFI 流变仪测试的模头出来时收集聚合物样品来实现。替代地，可以获得通过稍微熔融过滤器的代表性截面来制备样品，并评估测定聚合物的 MFI。处于效率和经济性，目前优选前种方法。

除非另有陈述，组分的所有数据表示的量、性质例如分子量、反应条件等可理解为在所有情况下均可用术语“约”修饰。因此，除非相反地标明，下述权利要求中提出的数值参数是近似值，其可根据本公开获得的所需性质而变化。至少，不作为对权利要求等值范围应用原则的限制，每个数值参数至少应根据报告的有效数字数值和应用普通的近似方法进行解释。

有益的聚丙烯材料具有约 140,000~约 180,000 的分子量(Mp)、更特别地分子量(Mp)约 170,000，且多分散性小于 5。满足这些性质的材料可以制备较宽范围的过滤介质生产线，标称过滤率约 $1\mu\text{m}$ ~约 75 或 $100\mu\text{m}$ 或更大。较低分子量和类似多分散性的聚丙烯材料可以在生产线的致密(更低的微米等级)端制备类似有效的过滤器，乃至用于制备比描述的约 $1\mu\text{m}$ ~ $100\mu\text{m}$ 更致密的过滤器。相反地，较高分子量和类似多分散性的聚丙烯材料可以用于在过滤器生产线的更大开孔(较高的微米等级)端制备类似有效的过滤器，乃至用于制备比描述的约 $1\mu\text{m}$ ~约 $100\mu\text{m}$ 更多开孔的过滤器。

本公开有利的改性聚丙烯材料的表观粘度是约 200~约 400 泊，

以约 700~约 3500 秒⁻¹的剪切速率测量。

5 通常使用熔融喷射法制备过滤器元件。熔融喷射法制备熔喷产品，例如从热塑性聚合物树脂制备非纺织垫是已知的，并描述于文献中，例如美国专利 No 3,849,241、3,755,527 和 3,978,185，其中公开内容此处引入参考至不与本公开矛盾的程度。

10 所述方法的一种代表性实例图解如下。使用材料包括聚丙烯例如 BraskemH103 (来自 Braskem S. A. of Brazil) 和有机过氧化物例如 Atofina Luperox 101。该方法中使用的设备包括用于处理高 MFI 聚合物的挤出机、用于引导聚丙烯进入挤出机颈管的进料斗、用于与聚丙烯一同加入有机过氧化物至挤出机颈管的添加剂进料机，这是本领域技术人员已知的。此外，可以有或没有有效位于挤出机出口的在线流变仪、可以有或没有有效位于挤出机出口的以过滤熔融聚丙烯的过滤网更换器、可以有或没有有效放置的正排量泵以精确控制聚丙烯的进
15 料速度。另外，该方法的代表性实例主要包括一种典型熔喷模头的变体和本领域技术人员已知的相关处理气供应源，并且滤筒绕线机构运转使得在缠绕心轴或在装有一些滤筒萃取设备的旋转悬臂轴上形成单独的过滤器，其中萃取设备用来从转轴基本上连续拉动/推动形成的滤筒。
20

运转中，通过引入聚丙烯至挤出机的颈管开始加工。挤出机推动聚丙烯通过机筒，基本上同时添加剂给料机加入与聚丙烯消耗量成比例的有机过氧化物物质，用正排量泵的速度（如果存在的话）、挤出机的速度确定，或需要用在在线流变仪测量保持正确的参数。
25

如果没有在线流变仪，加工操作员需要进行离线的 MFI 测量，并调节有机过氧化物的进料速度以获得所需 MFI。在一个代表性的实例中，测量 MFI，并调节有机过氧化物进料器，以保持聚丙烯以约 160
30 的 MFI 离开挤出机。通过熔喷模头喷丝头用压力泵送调节的聚丙烯，

从而形成纤维，这是本领域技术人员已知的。以与典型熔喷方法相同的方式用过程空气使如此形成的纤维细化，然后在旋转心轴或轴上收集，这是本领域技术人员已知的。本领域技术人员在熔喷操作中通常使用的过程调节、聚合物熔体温度、过程气体流速和温度、模头温度、
5 聚合物生产量、模头与收集器的距离全部可以使用，以改变所得滤筒的纤维尺寸和空隙体积。然而，使用熔喷方法从已经购买或用描述方法改性的聚丙烯制备的深度过滤器元件显示出至少约大于 70%的空隙体积、纤维与纤维明显的粘合度、刚性自支撑介质结构，其不需要单独的模塑/挤出或致密纤维芯(虽然没有任何因素阻止该方法用于制备
10 在该支持芯上形成的本公开的过滤器)，有利的硬度和可加工性(其外表面具有沟槽以增加使用寿命/生产量和/或降低压降的性能，而没有打光和/或撕裂)，和制备颗粒保持宽范围分级的性能，除此之外，由聚丙烯制成的过滤器元件具有明显更高或更低的 MFI、或更宽的分子量分布，不需要致密化步骤或处理。更特别地，当与从用于熔喷方法的
15 的常规聚丙烯材料制造的过滤器元件相比时，根据本公开制造的过滤器元件显示出有利的性质，其具有约 400~大于 1500 的 MFI，用于纺丝粘合法的材料通常显示出约 35 的 MFI。这些材料不具有在制备过滤器元件中所需的流变性和效果以及本公开描述的受控流变性能物质。

20

通过使用具有所需熔体流动和分子量性质的改性聚丙烯，并制备显示出空隙体积大于 70%的过滤器，可以通过加工例如开槽来延长用熔喷法制备的深度过滤器的性能和使用寿命，而没有不利影响产品的美观性或产生不希望的打光、撕裂、撕碎、熔融毛边。可以根据需要
25 以某种方式和密度切割沟槽。可以连续地或由如图 1-3 所示未开槽区域分隔成组地切割沟槽。可以环绕方式或以覆盖过滤器的部分或全部长度的纵向方式切割沟槽。

还可以切割沟槽，使得在过滤器元件外部延伸形成连续螺旋沟
30 槽。可以在可应用的整个外表面上或作为由未开槽区域分隔的区域提

供该螺旋沟槽。过滤器元件已经描述为圆柱形或基本上圆柱形。可以制备其它形状例如椭圆形，相当程度上取决于包围滤筒的形状。

5 本公开中公开的过滤器制备方法包括聚丙烯流变性改性，并且深度过滤器元件的形成最恰当地称为"刚性挤出粘合" (REB)技术，以区分于常用术语"熔喷"，理解为细纤维柔性可压缩的非纺织网或纤维，例如公开于美国专利 4,594,202。

10 得到的深度过滤器元件特征为高空隙体积-大于 70%，可由用于期望目的的足够刚性自支撑介质结构证明的纤维与纤维间的显著粘合程度，不需要-虽然不一定排除-单独的模塑/挤出或致密化纤维芯。可以加工(开槽)得到的深度过滤器元件，以增加外/内表面积，以增加使用寿命/生产量并降低压降，和/或可以制备颗粒保持大范围的分级。

15 附图显示出代表性的过滤器元件。具体地，图 1 图解了本公开中描述的代表性过滤器元件类型。图 2 图解以连续长度制备的代表性过滤器元件-没有显示出粘合连接处-也就是本公开的有用结果。其余的附图是根据本公开制备的过滤器的代表性图例，其已经通过加入多个端盖、接头和衬垫改性，以促进在常规过滤器外壳中使用得到的过滤器，这是本领域技术人员已知的。

20

更特别地，当与从用于熔喷方法的常规聚丙烯材料制造过滤器元件相比时，根据本公开制造的过滤器元件显示出有利的性质，其 MFI 为约 400~大于 1500，用于纺丝粘合法的材料通常显示出约 35 的 MFI。

25 这些材料在制备过滤器元件中不能用作本公开描述的受控流变性能材料，如以下表 1 所示。

表 1

生产 线号	样品注释/说明	起始聚合物	MFI	Mp	多分散性 Mw/Mn	空隙体 积	实际材料
1	一种起始树脂	Braskem H103	40	272716	4.40		
2	有利的起始树脂条件	Braskem H103	158	172538	3.88	73%	调节 H103 的标准过滤器
3	不优选的起始树脂条件	Braskem H107	70	181531	4.29		
4	需要更大能量输入的可加工起始树脂条件	Braskem H107	161	166330	4.73	74%	用 H107 调节至 161 MFI 制备的 实验性过滤器
5	以类似于生产线 2 的操作条件制备 需要的滤筒	Braskem H107	192	153566	4.26	73%	用 H107 调节至 192 MFI 制备的 实验性过滤器
6	没有树脂流变调节制备需要的滤 筒	Atofina EOD- 99-10	143	171542	4.60	77%	用规定为 120 MFI 的 Atofina EOD- 99-10 制备的实验性过滤器
7	可仅在低空隙率端制备过滤器	Atofina 3960	377	112484	4.56	72%	用规定为 350 MFI 的 Atofina 3960 制备的实验性过滤器
8	Pall Corporation - Claris CLR 3 - 10 滤筒		193	138721	3.94	68%	
9	DYNA-WYND10um 滤筒(of Korea)		277	132237	3.41	60%	
10	GE Osmonics - Hytrex GX03 - 10 滤 筒		331	128265	3.36	60%	
11	Hidrofilter ASEPP05 滤筒(of Brazil)		363	142280	4.03	64%	
12	GE Osmonics Z. Plex RO. Zs 01 滤筒		743	116209	3.48	71%	

生产线 1、3、6 和 7 涉及由各自的制造商制备的聚丙烯测试结果，其中显示了空隙体积，制造的过滤器没有任何流变性能调节，而以原样聚合物制备。

5 生产线 2 上的过滤器是本公开优选实施方案的制备样品实例。

10 生产线 4 上的过滤器是实验性过滤器，其显示出本公开中描述的所有所需特性。该过滤器由比目前最优选的起始原料具有更高起始 MFI 的聚丙烯制成。当调节该材料至约 160 MFI 时，多分散性没有明显减少，为了制备需要的过滤器产品，与生产线 2 所示产品相比，制备过程中需要更大的能量输入。

15 生产线 5 上的过滤器是实验性过滤器，其由与生产线 4 上过滤器相同的原料制成。然而，当方法设定与生产线 2 所示产品的要求相同时，MFI 增至获得需要的过滤器特性。

20 生产线 6 上的过滤器是用由 Atofina 提供的材料制备，该材料遵照我们对聚丙烯的规定以制备我们需求的产品-由制造商提供-不需要进一步调整。

25 生产线 7 上的过滤器用由 Atofina 提供的材料制备，其高于优化值以制备全套过滤器产品。我们能够以我们现行生产线上较低的孔隙度范围制备合乎需要的过滤器。我们还可以制备明显比现行生产线致密的过滤器，其可以显示出本公开中描述的一些或全部所需要的特性。

30 生产线 8 上的过滤器是由 Pall Corporation-Clariss CLR 3-10 制备的产品- 3 微米标称等级过滤器。虽然制备 Clariss 过滤器的聚合物在我们要求保护的范围内，但能够以我们产品结构较低的孔隙度范围制备过滤器，该过滤器显示出低于 70%的空隙体积，导致难以加工开槽。我

们相信这是制造商不对该产品开槽的至少一个原因。该过滤器还在使用中显示出明显比根据本公开教导制备的过滤器更高的净压降。

5 生产线 9 上的过滤器是来自 R.O.Korea-DYNA-WYND 的 10 微米产品。该过滤器由其制造商开槽，尽管它显示出非常低的空隙体积并产生短的使用寿命。

10 生产线 10 上的过滤器是由 GE Osmonics-Hytrex GX03-10 制备的产品- 3 微米标称等级过滤器。当在其表面加工开槽时，该产品撕裂并且毛边。与根据本公开教导制备的类似效率过滤器相比，它显示出非常低的空隙体积和很高的净压降。

15 生产线 11 上的过滤器是由 Hidrofilter of Brazil 制备的产品。这是由其制造商开槽的产品。该过滤器中使用的聚丙烯材料可以用于制备一系列合乎需要的过滤器-但是该产品的空隙体积过低-导致短的使用寿命和一些已经开槽的地方抛光表面。

20 生产线 12 上的过滤器是由 GE Osmonics-Z. Plex RO. Zs 01 制备的产品-1 微米标称等级过滤器。该产品显示出所需的空隙体积-但是因为它用高 MFI 的聚合物制备，实现高的空隙体积需要较多的纤维与纤维粘合费用。该产品是柔性和可压缩的-开槽导致撕裂结构。

25 因此，从上述可以看出由具有合乎需要性质或如下所述本公开特性的材料制成的过滤器元件获得所需的性能，同时可以在其表面上加工形成沟槽。

尽管已经参考其特定示例性实施方案完成本公开，但本公开不限于此。相反地，在不脱离本公开精神或范围的情况下，可以变化和/或改变公开的示例性实施方案。

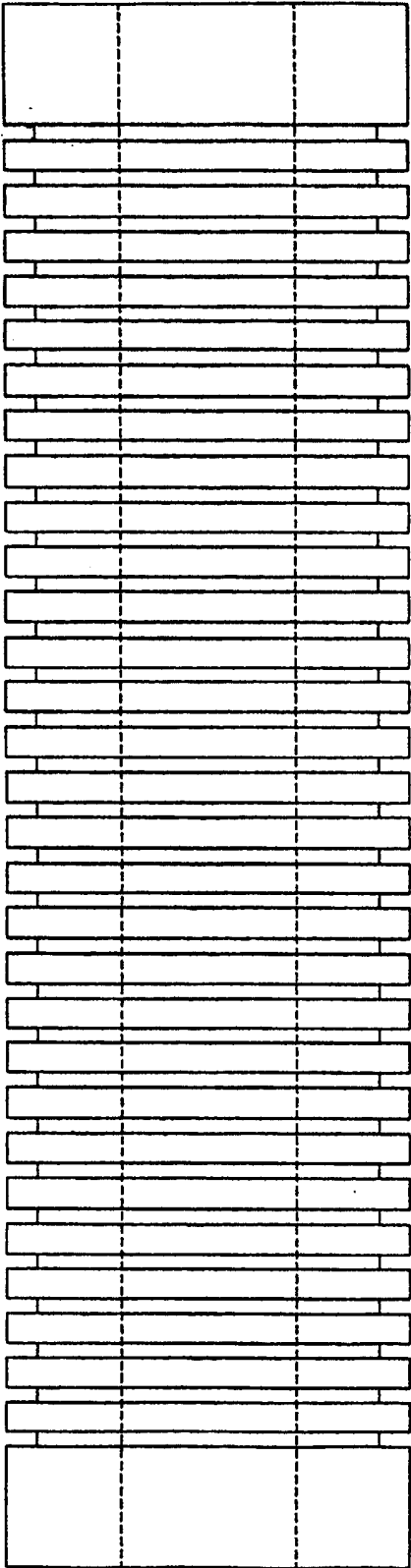


图1



图2

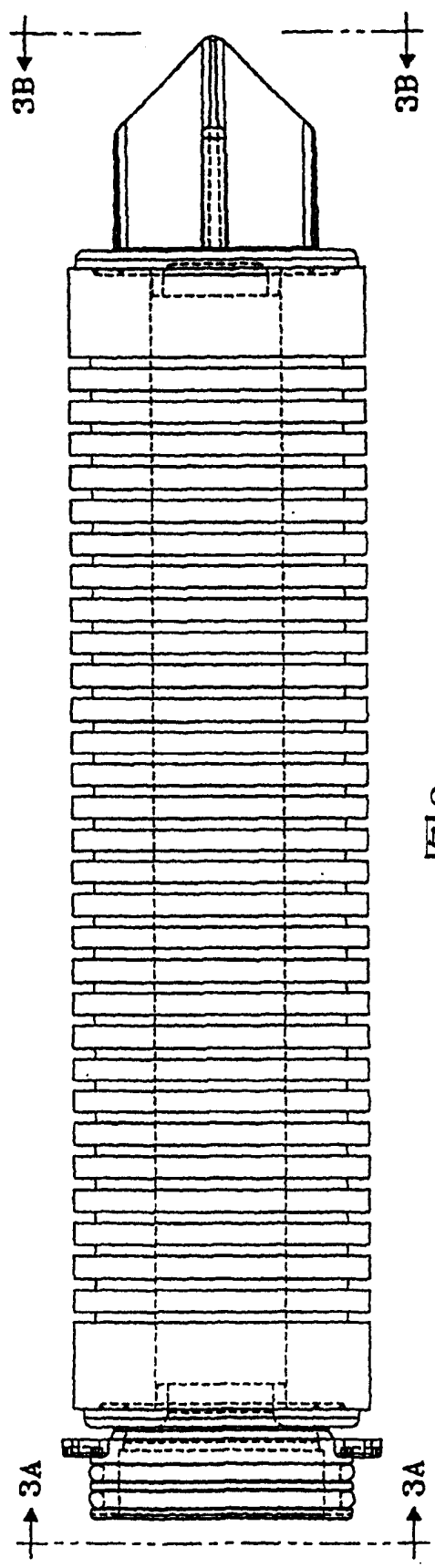


图3

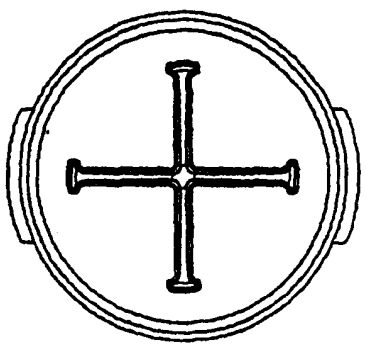


图3B

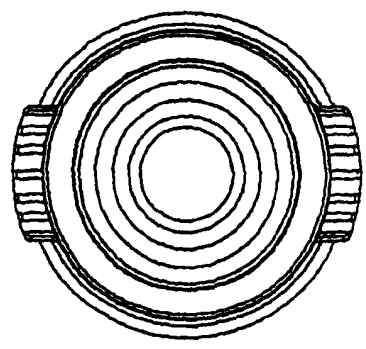


图3A

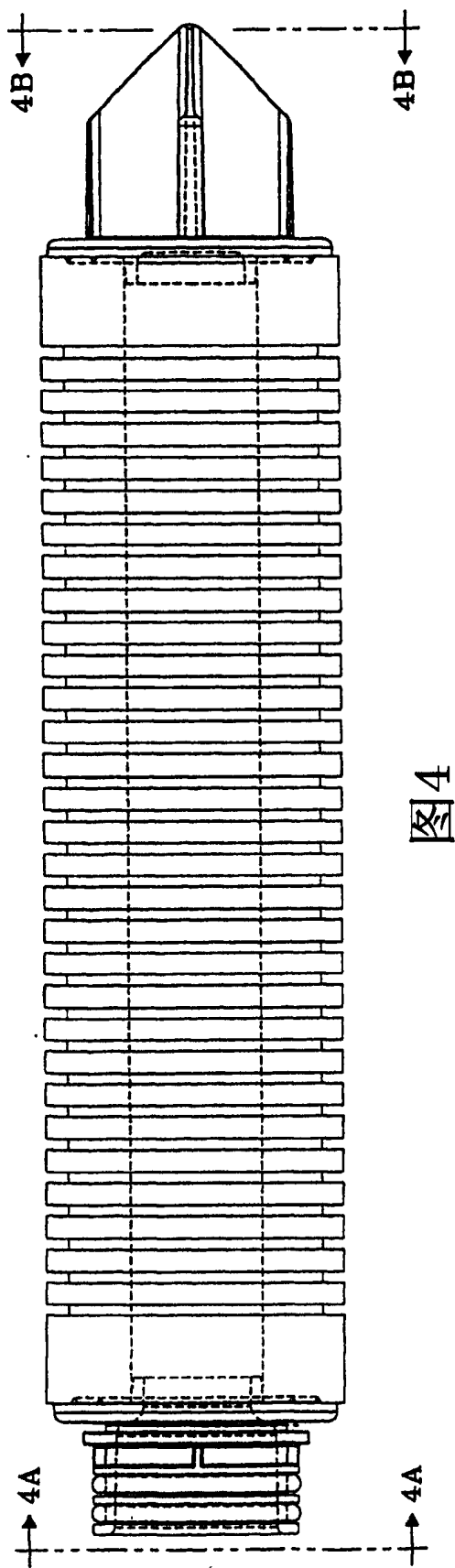


图4

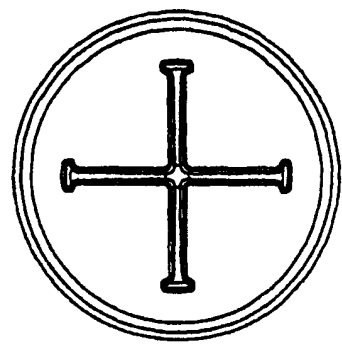


图4B

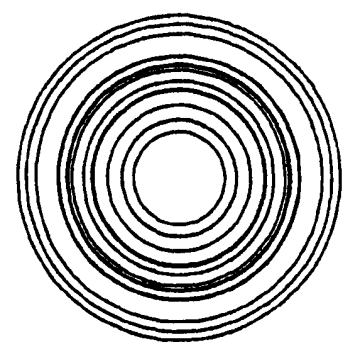


图4A

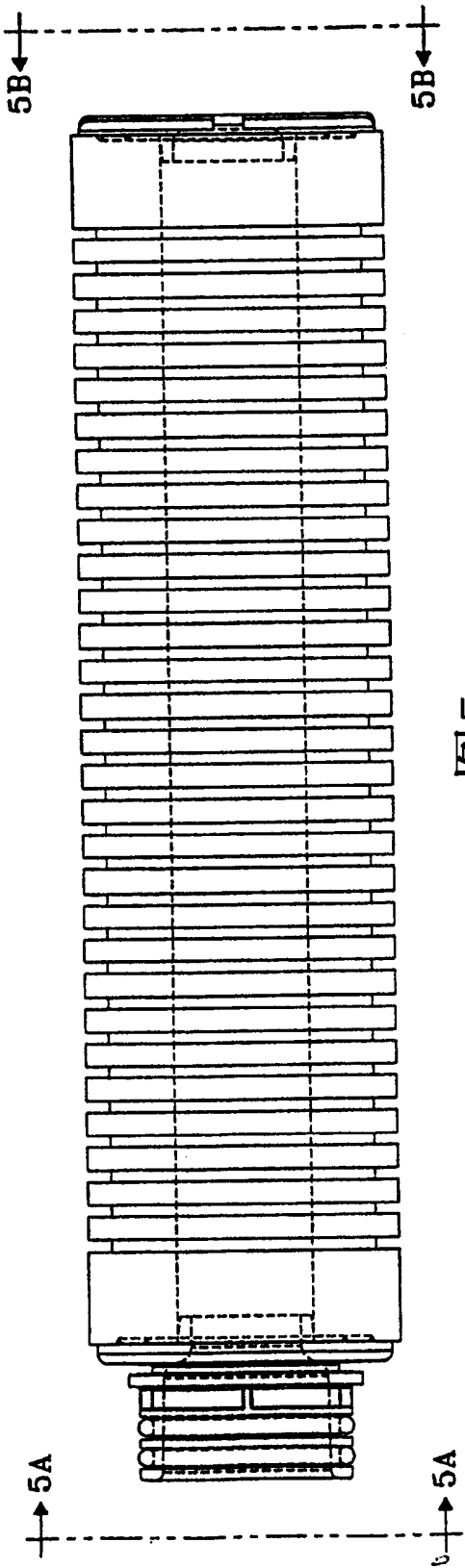


图5

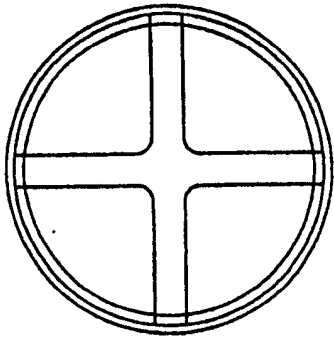


图5B

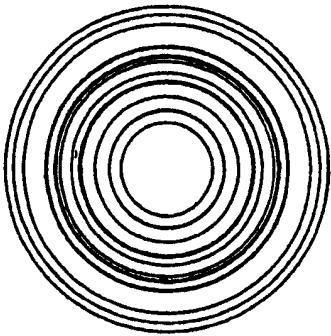


图5A

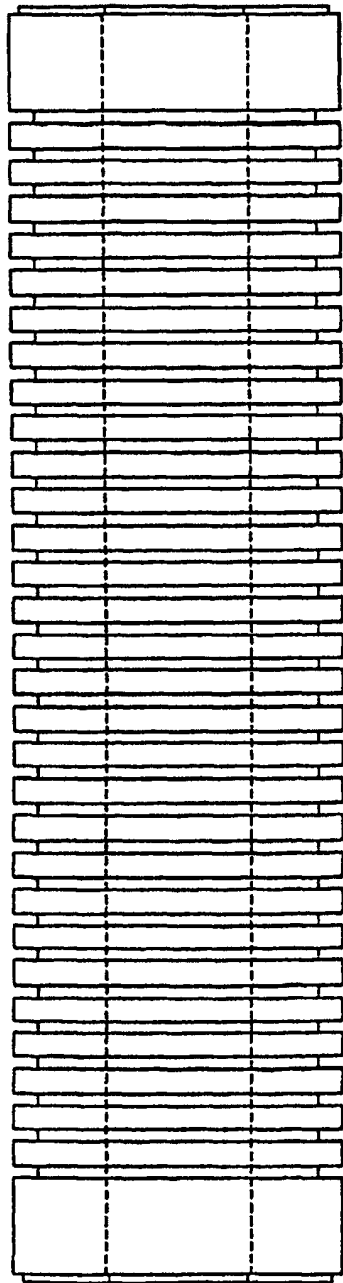


图6

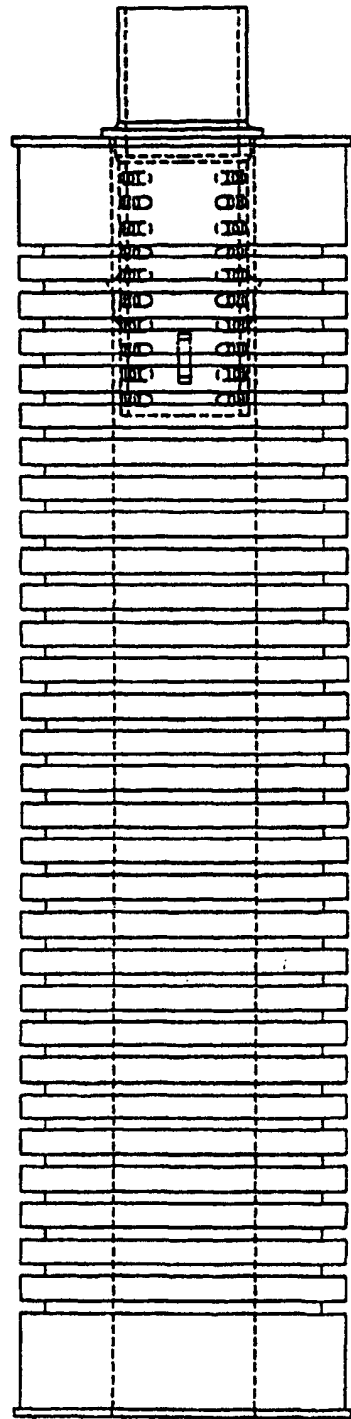
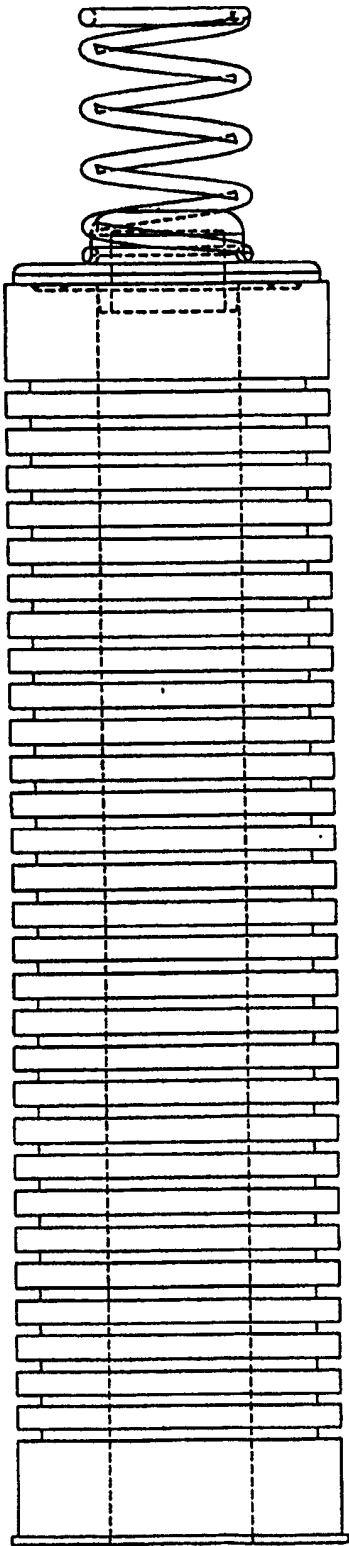


图7



8