



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **239 067 A1**4(51) **G 21 K 3/00****AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP G 21 K / 278 155 8	(22)	02.07.85	(44)	10.09.86
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) Akademie der Wissenschaften der DDR, 1080 Berlin, Otto-Nuschke-Straße 22/23, DD

(72) Lück, Hans B., Dr. sc. nat., DD

(54) **Asymmetrischer Kernspurmikrofilter und Verfahren zur Herstellung**

(57) Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Mikro- und Ultrafilter und betrifft insbesondere den strukturellen Aufbau der Kernspurmikrofilter. Das Einsatzgebiet der erfindungsgemäßen Kernspurmikrofilter liegt hauptsächlich in der Querstromfiltration im Mikro- und Ultrafiltrationsbereich. Das Ziel der Erfindung besteht in der Bereitstellung eines Kernspurmikrofilters mit erhöhter Filtratstromdichte unter Beibehaltung des geforderten Rückhaltevermögens und einem geringen Herstellungsaufwand. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen asymmetrischen Kernspurmikrofilter mit kurzer trennwirksamer Porenlänge und ein Verfahren zu seiner Herstellung zu schaffen, das den Einsatz von Ionen mit gegenüber der Filterdicke geringerer Reichweite gestattet. Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch einen Kernspurmikrofilter gelöst, der aus einer dünnen trennwirksamen Schicht und einer darunterliegenden Stützschrift derart aufgebaut ist, daß er von beiden Seiten der Filterfolie ausgehende Poren enthält, deren Tiefe geringer als die Filterdicke ist, wobei jedoch die Summe der Porentiefen die Filterdicke übertrifft und dessen Porosität auf einer Seite kleiner als 20 % und auf der anderen Seite größer als 20 % ist, so daß die überwiegende Anzahl der von der einen Seite ausgehenden Poren aufgrund der großen Dichte der von der anderen Seite ausgehenden Poren auf eine gegenüberliegende Pore trifft und somit durchgängige Poren bildet.

Erfindungsanspruch:

1. Asymmetrischer Kernspurmikrofilter, insbesondere für die Querstromfiltration im Mikro- und Ultrafiltrationsbereich, **dadurch gekennzeichnet**, daß er von beiden Seiten der Filterfolie ausgehende Poren enthält, deren Tiefe geringer als die Filterdicke ist, wobei jedoch die Summe der Porentiefen die Filterdicke übertrifft, und dessen Porosität auf einer Seite kleiner als 20 % und auf der anderen Seite größer als 20 % ist, so daß die überwiegende Anzahl der von der einen Seite ausgehenden Poren aufgrund der großen Dichte der von der anderen Seite ausgehenden Poren auf eine gegenüberliegende Pore trifft und somit durchgängige Poren bildet.
2. Verfahren zur Herstellung eines asymmetrischen Kernspurmikrofilters gemäß Pkt. 1 in an sich bekannter Art durch Beschluß mit Ionen, ggfs. Sensibilisierung der latenten Spuren und deren chemischer Ätzung, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Polymerfolie von beiden Seiten mit Ionen beschossen wird, die die Folie nicht durchdringen können, deren Reichweite im Material zusammengekommen aber die Foliendicke übertrifft.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Mikro- und Ultrafilter und betrifft insbesondere den strukturellen Aufbau der Kernspurmikrofilter. Das Einsatzgebiet der erfindungsgemäßen Kernspurmikrofilter liegt hauptsächlich in der Querstromfiltration im Mikro- und Ultrafiltrationsbereich.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Nach den bekannten Verfahren werden Kernspurmikrofilter aus einem dielektrischen Material hergestellt, indem z. B. eine Polymerfolie mit beschleunigten Ionen beschossen wird und die so erzeugten, ggfs. sensibilisierten Teilchenspuren im Filmmaterial chemisch aufgeätzt werden. Auf diese Weise erhält man zylindrische bis etwa konische, das Folienmaterial nahezu senkrecht durchlaufende Poren, deren Durchmesser von den Ätzbedingungen bestimmt wird. Die Porosität dieser Filter beträgt in der Regel um etwa 10 %, da das Auftreten von Mehrfachporen mit wachsender Porosität stark zunimmt. Da die bekannten Kernspurmikrofilter aus Polyester- oder Polycarbonatfolie jedoch nur 5 bis 10 µm stark sind, wird trotz der geringen Porosität eine ausreichende Filtratstromdichte erreicht. Eine weitere Erhöhung der Filtrationsleistung läßt sich mit einem Kernspurmikrofilter erreichen, der nach P. Yn. Apel mit Mitarbeiter (Dubna Preprint 18-84-60) auf folgende Weise hergestellt werden kann: Die Polymerfolie wird zuerst mit beschleunigten Ionen durch eine Maske bestrahlt, so daß im Folienmaterial Inseln mit hoher Spurdichte entstehen. Die Reichweite der Ionen ist dabei geringer als die Foliendicke. Anschließend werden diese Inseln chemisch herausgeätzt, so daß in der Folie Gruben gebildet werden. Bei einer zweiten Bestrahlung wird die Energie der Ionen so gewählt, daß sie den Boden der Gruben durchdringen können. In einem weiteren Arbeitsgang werden dann die Poren in den Grubenböden chemisch aufgeätzt.

Da die erste Bestrahlung durch die Maske an einem stehenden Folienband durchgeführt werden muß und eine hohe Spurdichte zur vollständigen Entfernung des Materials aus den Gruben erforderlich ist, ergibt sich ein sehr hoher Bestrahlungsaufwand. Vor der zweiten Bestrahlung verursacht die in den Gruben enthaltene Luft lange Evakuierungszeiten. Der Herstellungsaufwand wird weiterhin durch die zweite Ätzung erhöht.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Bereitstellung eines Kernspurmikrofilters mit erhöhter Filtratstromdichte unter Beibehaltung des geforderten Rückhaltevermögens und einem geringen Herstellungsaufwand.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen asymmetrischen Kernspurmikrofilter mit kurzer trennwirksamer Porenlänge und ein Verfahren zu seiner Herstellung zu schaffen, das den Einsatz von Ionen mit gegenüber der Filterdicke geringerer Reichweite gestattet.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch einen Kernspurmikrofilter gelöst, der aus einer dünnen trennwirksamen Schicht und einer darunterliegenden Stützschrift derart aufgebaut ist, daß er von beiden Seiten der Filterfolie ausgehende Poren enthält, deren Tiefe geringer als die Filterdicke ist, wobei jedoch die Summe der Porentiefen die Filterdicke übertrifft und dessen Porosität auf einer Seite kleiner als 20 % und auf der anderen Seite größer als 20 % ist, so daß die überwiegende Anzahl der von der einen Seite ausgehenden Poren aufgrund der großen Dichte der von der anderen Seite ausgehenden Poren auf eine gegenüberliegende Pore trifft und somit durchgängige Poren bildet.

Zur Herstellung dieses Filters wird die Polymerfolie von beiden Seiten nacheinander mit Ionen beschossen, deren Reichweite im Material zusammengekommen größer als die Foliendicke ist. Die ggfs. sensibilisierten latenten Teilchenspuren werden in an sich bekannter Weise zu Poren mit dem gewünschten Durchmesser aufgeätzt.

Zur Erzeugung der trennwirksamen Schicht wird die Folie von der einen Seite mit Teilchen (Ionen) einer derartigen Teilchendichte beschossen, daß nach der Ätzung einer Porosität von etwa 10% bis maximal 20% entsteht. Von der anderen Seite wird die Folie zur Erzeugung der Stützschrift mit soviel Teilchen beschossen, daß eine Porosität zwischen 20–60% entsteht. Die Reichweite der Teilchen zur Erzeugung der Stützschrift wird vorteilhaft größer gewählt als die Energie der Teilchen zur Erzeugung der trennwirksamen Schicht. Die Dicke der trennwirksamen Schicht entspricht der Differenz zwischen der Foliendicke und der Reichweite der Teilchen zur Erzeugung der Stützschrift.

Aufgrund der hohen Porosität in dem Tiefenbereich in dem sich die Teilchenspuren von beiden Seiten überlappen, treffen die Poren der trennwirksamen Schicht mit großer Wahrscheinlichkeit auf eine Pore der Stützschrift, die hauptsächlich Mehrfachspuren mit effektiv größerem Porendurchmesser enthält. Mit guter Näherung ergibt sich der Anteil P_u der durchgehenden Poren nach $P_u = 1 - \exp(-4P)$ wobei P die nominelle Porosität darstellt. Bei einer nominellen Gesamtporosität von 50%, die der Summe der Einzelporosität der trennwirksamen und der Stützschrift entspricht, beträgt der Anteil der durchgehenden Poren 86,5%.

Der Filterwiderstand wird hauptsächlich vom Widerstand in der trennwirksamen Schicht bestimmt. Beträgt die Dicke dieser Schicht vergleichsweise nur $\frac{1}{4}$ der Filterdicke, so erhöht sich die Filtratstromdichte um etwa den Faktor 4. Der erfindungsgemäße asymmetrische Kernspurmikrofilter eignet sich aufgrund seiner glatten Oberfläche und des geringen Filtrationswiderstandes insbesondere für die Querstromfiltration. Für die Herstellung des erfindungsgemäßen Kernspurmikrofilters kann auch ein leistungsschwächerer Beschleuniger benutzt werden, da die Reichweite der Teilchen geringer als die Foliendicke ist.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Beispiel näher erläutert werden. Der in der Figur dargestellte asymmetrische Kernspurmikrofilter aus Polyester mit einem Porendurchmesser von $0,6\mu\text{m}$ hat eine Dicke von $16\mu\text{m}$. Die Dicke der trennwirksamen Schicht ist $2,5\mu\text{m}$. Ihre Porosität ist 10%, während die Porosität der Stützschrift 50% beträgt. Die trennwirksame Schicht enthält 91% durchgehende Poren. Die Filtratstromdichte ist etwa 5mal größer als bei einem Filter gleicher Dicke mit einer durchgehenden Porosität von 10%. Dieser erfindungsgemäße Kernspurmikrofilter wird hergestellt, indem die Polyesterfolie zunächst im Vakuum von der einen Seite mit Chlorionen einer Energie von 10 MeV beschossen wird, bis die aus dem Porendurchmesser und der genannten Porosität der trennwirksamen Schicht abgeleitete notwendige Teilchendichte von $3,5 \cdot 10^7$ Ionen/ cm^2 erreicht wird. Zur Beschleunigung der Teilchen wird ein Tandembeschleuniger benutzt. Anschließend wird die Folie zur Erzeugung der Stützschrift von der anderen Seite mit der aus der zu erreichenden Porosität resultierenden Dichte von $1,8 \cdot 10^8$ Ionen/ cm^2 mit einer Energie von 40 MeV beschossen. Die Reichweite der 10 und der 40 MeV Teilchen liegt bei 5 bzw. $13,5\mu\text{m}$ in Polyester. Nachdem die latenten Teilchenspuren in bekannter Weise sensibilisiert wurden, erfolgt die chemische Ätzung der Poren in 5 n NaOH bei 70°C . Die Ätzdauer beträgt etwa 7,5 min.

