

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102006925 A

(43) 申请公布日 2011.04.06

(21) 申请号 201080001381.5

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2010.02.09

B01D 71/36 (2006.01)

(30) 优先权数据

B01D 61/14 (2006.01)

2009-032987 2009.02.16 JP

B01D 69/12 (2006.01)

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010.10.15

(86) PCT申请的申请数据

PCT/JP2010/051847 2010.02.09

(87) PCT申请的公布数据

WO2010/092938 JA 2010.08.19

(71) 申请人 住友电工超效能高分子股份有限公司

地址 日本大阪府

(72) 发明人 宇野敦史 船津始 辻胁宽之

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理有限公司 11112

代理人 丁业平 张天舒

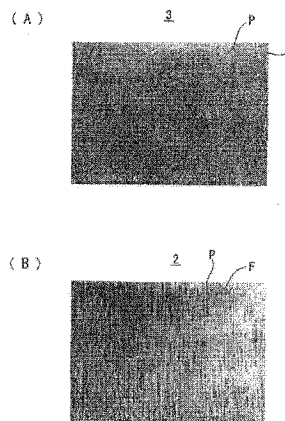
权利要求书 1 页 说明书 14 页 附图 3 页

(54) 发明名称

多孔多层过滤器及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种多孔多层过滤器，该过滤器能捕集超细颗粒，并且其渗透性高，能进行高流速的处理。多孔多层过滤器的特征在于包括支持层 2 以及过滤层 3，所述支持层 2 由多孔膨体 PTFE 片构成；所述过滤层 3 由与支持层 2 的 PTFE 片不同的多孔膨体 PTFE 片构成，其中，对至少过滤层 3 的待处理液流入表面进行亲水化处理，过滤层 3 和支持层 2 在它们之间的界面上彼此熔融粘结以形成多层结构，支持层 2 的孔与过滤层 3 的孔三维连通，并且，过滤层 3 的由纤维状骨架包围的孔小于支持层 2 的孔。



1. 一种多孔多层过滤器,包括:

支持层,其由多孔膨体 PTFE 片构成;以及

过滤层,其由与所述支持层的 PTFE 片不同的多孔膨体 PTFE 片构成,

其中,至少对所述过滤层的待处理液流入表面进行亲水化处理;

所述过滤层和所述支持层在它们之间的界面上彼此熔融粘结以形成多层结构;

所述支持层的孔与所述过滤层的孔三维连通;并且

所述过滤层的由纤维状骨架包围的孔小于所述支持层的孔。

2. 根据权利要求 1 所述的多孔多层过滤器,其中,在所述亲水化处理中,交联 PVA 树脂被固定在所述过滤层和所述支持层的纤维表面上。

3. 一种多孔多层过滤器,包括:

支持层,其由多孔膨体 PTFE 片构成;以及

过滤层,其由与所述支持层的 PTFE 不同的多孔膨体 PTFE 片构成,

其中,所述过滤层和所述支持层在它们之间的界面上彼此熔融粘结以形成多层结构;

所述支持层的孔与所述过滤层的孔三维连通;并且

所述过滤层的由纤维状骨架包围的孔小于所述支持层的孔。

4. 根据权利要求 1 至 3 中任意一项所述的多孔多层过滤器,其中,所述过滤层的厚度为 $2\mu\text{m}$ 至 $10\mu\text{m}$,所述支持层的厚度为所述过滤层的厚度的 1 倍至 30 倍,所述过滤层的平均孔径为 $0.01\mu\text{m}$ 至 $0.45\mu\text{m}$,所述支持层的平均孔径为所述过滤层的平均孔径的 5 倍至 1000 倍,所述过滤层的孔隙率为 40% 至 90%,并且所述支持层的孔隙率为所述过滤层的孔隙率的 1 倍至 2.5 倍。

5. 根据权利要求 1 至 4 中任意一项所述的多孔多层过滤器,其中,所述过滤层的泡点为 70kPa 至 400kPa。

6. 一种制造根据权利要求 1 所述的多孔多层过滤器的方法,该方法包括:

在等于或高于 PTFE 熔点的温度下,对所述过滤层和所述支持层进行烧结,以使所述过滤层和所述支持层在它们之间的界面上彼此熔融粘结;

接下来,用亲水性材料对已一体化了的所述过滤层和所述支持层进行浸渍;以及

然后,通过用交联液处理所述亲水性材料而使它变得不能被溶解。

多孔多层过滤器及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种多孔多层过滤器,更具体而言,本发明涉及一种能以高流速过滤超细颗粒的微滤过滤器。

背景技术

[0002] 聚四氟乙烯(在下文中称为“PTFE”)多孔过滤器具有 PTFE 所固有的特性(例如,高耐热性、化学稳定性、耐候性、不燃性、高强度、不粘性以及摩擦系数低),而且具有多孔体所具有的特性(例如挠性、液体渗透性、颗粒捕集性以及介电常数低),并且聚四氟乙烯已经常规用于各种领域中,例如用于液体/气体微滤过滤器(膜过滤器)、电线涂覆材料以及呼吸阀(通气孔)。

[0003] 近年来,由于 PTFE 多孔过滤器具有诸如高的化学稳定性等优异的特性,因此其已被广泛使用,特别在半导体相关领域、液晶相关领域和食品/药品相关领域中被用作过滤化学溶液、气体等的过滤器。

[0004] 在上述领域中,鉴于进一步的技术创新和需求的增加,一直需要具有更高性能的微滤过滤器。具体而言,在半导体制造中,集成度逐年提高,因此光刻线的宽度降低至 $0.5\mu\text{m}$ 或更小。同样,在液晶制造过程中,包括使用感光性材料的微细加工,因此需要能够在较小区域内可靠地捕获微粒的微滤过滤器。这些微滤过滤器主要作用于处理洁净室里的空气的过滤器和用于过滤化学溶液的过滤器,并且它们的性能影响产品收率。

[0005] 此外,在食品/药品相关领域中,随着近年来安全意识的提高,将微小的异物完全过滤掉(绝对除去性)存在强烈要求。

[0006] 然而,在为了确保高的颗粒捕集率而使用具有小孔径的过滤器时,渗透性(即处理化学溶液或空气的速度)降低,从而导致产品的生产率降低。在目前市售可得的具有孔径为 $0.02\mu\text{m}$ 的微孔的 PTFE 多孔膜中,其异丙醇(IPA)的流速在差压为 $0.95\text{kg}/\text{cm}^2$ 的条件下为 $0.0005\text{ml}/\text{cm}^2/\text{min}$,因此几乎未能获得渗透性。因此,在传统的微滤过滤器中,难以使处理速度和颗粒捕集率达到平衡。

[0007] 针对上述问题,人们已经提出各种 PTFE 多孔体。

[0008] 例如,日本未经审查的专利申请公开 No. 2003-80590 (PTL 1) 提出了一种通过如下方法制得的多孔体:用放射线对 PTFE 细粉末或者对通过挤压 PTFE 细粉末而形成的成型体在拉伸之前进行照射,使得多孔体可以在保持相同的渗透性的同时具有高的过滤性能。

[0009] 然而,在 PTL 1 的多孔体中,必须进行放射线照射的步骤,因此会增加成本,这就是其问题所在。

[0010] 此外,日本未经审查的专利申请公开 No. 7-316327 (PTL 2) 提供了这样一种 PTFE 多孔体,其能够以 90% 或更高的颗粒捕集率除去粒径为 $0.109\mu\text{m}$ 的颗粒,并且其孔隙率为 60% 至 90%、在 $1\text{kg}/\text{cm}^2$ 的压降下测定的 IPA 流速为 $0.6\text{ml}/\text{cm}^2/\text{min}$ 或更大。

[0011] 虽然 PTL 2 的 PTFE 多孔体就高的颗粒捕集率而言是优异的,但是其渗透性方面仍有改善的余地。即,IPA 流速为 $0.6\text{ml}/\text{cm}^2/\text{min}$ 或更大,在 PTL 2 的实施例中,最高的 IPA 流

速也只不过是 $1.8\text{ml}/\text{cm}^2/\text{min}$ 。因此,过滤需要相当长的时间。

[0012] 如上所述,难以获得既具有高的颗粒捕集率又具有高的渗透性的过滤器。

[0013] 此外,存在这样的问题:由于 PTFE 多孔体是疏水性的,因此水不易渗入多孔体中。所以,为了在水体系中容易地进行过滤,提供了其上形成有亲水性涂膜的多孔膜。

[0014] 然而,在厚度为 $20\ \mu\text{m}$ 或更小的 PTFE 多孔体等表面上形成的亲水性涂膜情况下,当该亲水性涂膜的亲水性聚合物干燥并收缩时,PTFE 多孔体屈服于涂膜的强度而收缩。结果,导致孔隙率降低而渗透流速下降的问题。另一方面,在通过预先将 PTFE 多孔体的厚度设定为较大、并将亲水性涂膜的厚度保持为 $20\ \mu\text{m}$ 或更小来制造亲水性过滤膜时,存在这样的问题:所述较大的厚度使得阻力增加,因此不能增加流速。所以,在这方面上仍有改善的余地。

[0015] 引用的文献

[0016] 专利文献

[0017] PTL 1:日本未经审查的专利申请公开 No. 2003-80590

[0018] PTL 2:日本未经审查的专利申请公开 No. 7-316327

发明内容

[0019] 技术问题

[0020] 鉴于上述问题而完成了本发明,并且本发明的目的是提供一种多孔多层过滤器及其制造方法,其中所述过滤器能够以高捕集率捕集小于 $0.1\ \mu\text{m}$ 的超细颗粒,并且能够实现高流速。

[0021] 解决问题的手段

[0022] 为了解决上述问题,第一发明提供了一种多孔多层过滤器,包括:支持层以及过滤层,所述支持层由多孔膨体 PTFE 片构成,所述过滤层由与支持层的 PTFE 片不同的多孔膨体 PTFE 片构成,其中,至少对过滤层的待处理液流入表面进行亲水化处理,过滤层和支持层在它们之间的界面上彼此熔融粘结以形成多层结构,支持层的孔与过滤层的孔三维连通,并且过滤层的由纤维状骨架包围的孔小于支持层的孔。

[0023] 此外,第二发明提供了一种多孔多层过滤器,包括:支持层以及过滤层,所述支持层由多孔膨体 PTFE 片构成;所述过滤层由与支持层的 PTFE 片不同的多孔膨体 PTFE 片构成,其中,过滤层和支持层在它们之间的界面上彼此熔融粘结以形成多层结构,支持层的孔与过滤层的孔三维连通,过滤层的由纤维状骨架包围的孔小于支持层的孔,并且过滤层的厚度小于支持层的厚度。

[0024] 第一发明与第二发明之间的不同之处在于:在第一发明中,对至少过滤层的待处理液流入表面进行亲水化处理,而在第二发明中,所述表面未进行亲水化处理,因而该表面是疏水性的。

[0025] 第一发明与第二发明彼此的不同之处在于:在第一发明中,对至少过滤层的待处理液流入表面进行亲水化处理,而在第二发明中,所述表面未进行亲水化处理,因而该表面是疏水性的。

[0026] 然而,第一发明和第二发明具有其他的共同特征,例如形成有由过滤层和支持层构成的多层结构。如上所述,在亲水性的情况下,干燥时的收缩会造成问题。在未进行亲水

化处理的情况下,存在这样的可能性:当施加高压时,如果膜仅由过滤层构成,则膜可能会被破坏。当为了抑制该问题而增加过滤层的厚度时,难以提高流速。通过采用共同的构造(例如形成有由过滤层和支持层构成的多层结构),第一发明和第二发明都能在以高的捕集率捕集超细颗粒的同时提高流速。

[0027] 在第一发明和第二发明的各多孔多层过滤器中,优选的是,过滤层的厚度为 $2\ \mu\text{m}$ 至 $10\ \mu\text{m}$,更优选是,将厚度降低到 $3\ \mu\text{m}$ 至 $5\ \mu\text{m}$,并且,支持层的厚度为过滤层的厚度的 1.5 倍至 10 倍,更优选为 5 倍至 10 倍(即, $20\ \mu\text{m}$ 至 $50\ \mu\text{m}$)。

[0028] 此外,优选的是,过滤层的平均孔径为 $0.01\ \mu\text{m}$ 至 $0.45\ \mu\text{m}$ 、并且支持层的平均孔径为过滤层的平均孔径的 5 倍至 1000 倍。

[0029] 另外,优选的是,过滤层的孔隙率为 40% 至 90%、并且支持层的孔隙率为过滤层的孔隙率的 1 倍至 2.5 倍。

[0030] 当对根据第一发明进行亲水化处理的过滤器与根据第二发明未进行亲水化处理的疏水性过滤器进行比较时,可在上述规定的范围内,将第二发明的过滤器的过滤层厚度设置为小于第一发明的过滤器的过滤层厚度。

[0031] 在第一发明的进行亲水化处理的多孔多层过滤器和第二发明的未进行亲水化处理的疏水性多孔多层过滤器中,均使过滤层具有过滤功能,并且使支持层具有支持过滤层的功能。由此,过滤层和支持层的功能是分开的,并且支持层的孔径被增大,使得处理能以高流速进行。

[0032] 结果,在过滤层具有能捕集小于 $0.1\ \mu\text{m}$ 的超细颗粒的平均孔径的条件下,即使为了增加流速而减小过滤层的厚度,也能使整个过滤器具有刚度并且可以使其强化,而且能抑制薄的过滤层的伸长和收缩。因此,当在第一发明中进行亲水化处理时,可以防止亲水化处理后干燥时的收缩。结果,能够在不降低渗透流速的情况下以高流速进行过滤处理,同时可以捕集 $0.01\ \mu\text{m}$ (其小于 $0.1\ \mu\text{m}$) 的颗粒。

[0033] 如上所述,在本发明的过滤器(在下文中,将第一发明和第二发明的共同的构造和功能称为本发明)中,由于过滤层与支持层形成一体化,可以将过滤层制成薄膜,从而能够提高流速。

[0034] 具体而言,如果由(亲水性涂膜干燥前的流速-干燥后的流速)/干燥前的流速表示流速变化率,则在无支持层的情况下,流速变化率为 0.3 至 0.8,而在有支持层的情况下,可以将该变化率抑制在 0 至 0.1 的范围内。因此,可以实现由于减小过滤层的厚度而产生的大部分效果,并且通过保持泡点和流速之间的平衡,可以制造高性能过滤膜。

[0035] 优选的是,根据要捕集的目标颗粒的尺寸来改变用作过滤层的多孔膨体 PTFE 片,并且,通过将支持层(其与所述过滤层一体化而形成多层结构)的平均孔径设定为如上所述的 5 倍至 1000 倍(更优选为 10 倍至 30 倍)而共用该支持层。

[0036] 使用孔径分布测量仪(由美国 PUI 公司制造的 Perm-Porometer),测定平均孔径。

[0037] 此外,可用经亲水化处理的过滤层替换具有未经亲水化处理的疏水性表面的过滤层的多孔膨体 PTFE 片,并且,可以将其与共用的支持层一起形成多层结构。

[0038] 如上所述,过滤层的孔隙率优选为 40% 至 90%。

[0039] 这是因为,当孔隙率小于 40% 时,流速可能会过度降低,而当孔隙率超过 90% 时,强度可能会过度减小。

[0040] 根据 ASTM-D-792 中所述的方法、或者通过根据膜体积和绝对比重进行计算,来确定孔隙率。孔隙率值越高,表示渗透性越优异。

[0041] 此外,在过滤层中,将泡点设置在 70kPa 至 400kPa。

[0042] 在本发明中,将等于大于 $0.01\mu\text{m}$ 且小于 $0.08\mu\text{m}$ 的颗粒视为要被捕集的目标物。在传统的这种过滤器中,可被捕集的最小颗粒尺寸为 $0.1\mu\text{m}$ 。与此形成对比的是,本发明被构造为捕集小于 $0.1\mu\text{m}$ 的颗粒。此外,在这种情况下,渗透流速被设定为使其实现相当于捕集 $0.1\mu\text{m}$ 的颗粒的传统过滤器的渗透流速的高流速。

[0043] 采用下述方法测定颗粒捕集率。

[0044] 将滤膜冲压成直径为 47mm 的圆片,并将其设置在支架上。制备含有粒径为 $0.055\mu\text{m}$ (1.4×10^{10} 个 / cm^2) 的聚苯乙烯乳胶均质颗粒(由 JSR 公司制造)的水溶液,并在 41.2kPa 的压力下,采用所设置的膜对 32cm^3 的该水溶液进行过滤。测定过滤前的水溶液以及滤液的吸光度,并且计算二者的比值。采用紫外可见分光光度计(由岛津株式会社制造的 UV-160),在波长为 310nm 的条件下测定吸光度(测定精度为 1/100)。

[0045] 如上所述,目标是捕集 $0.08\mu\text{m}$ 或更小的微粒,而不降低渗透流速。但是,通过改变构成过滤层的多孔膨体 PTFE 片,过滤器可用于捕集大于 $0.08\mu\text{m}$ 的颗粒,并且在这种情况下,与传统的过滤器相比,可以将渗透流速设定为实现高的流速。

[0046] 此外,本发明提供制造经亲水化处理的第一多孔多层过滤器的方法。

[0047] 所述制造方法包括:在等于或高于 PTFE 熔点的温度下,将过滤层和支持层烧结,以将过滤层和支持层在它们的边界上彼此熔融粘结;接着,用亲水性材料浸渍已一体化了的过滤层和支持层;然后,通过用交联液处理所述亲水性材料而使它变得不能被溶解。

[0048] 在亲水化处理中所用的亲水性材料的例子包括:聚乙烯醇(PVA)、乙烯-乙醇共聚物(EVOH)以及丙烯酸酯树脂。尤其是,当用 PVA 水溶液浸渍 PTFE 多孔体时,PVA 容易吸附于 PTFE 纤维的表面上,并且易于均匀地涂布到纤维上,因此适合使用 PVA。

[0049] 第一发明和第二发明在亲水化处理步骤之前直到多层形成步骤是相同的。过滤层被形成为具有 $5\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 的厚度,该厚度大于最终厚度。将均由熔点为 347°C 的 PTFE 构成的过滤层和支持层叠置,并在 350°C 至 410°C 的温度下对它们烧结 30 秒至 10 分钟,从而进行熔融粘结,使得总厚度为 $20\mu\text{m}$ 至 $50\mu\text{m}$ 。

[0050] 在进行亲水化处理的第一发明中,随后,用 IPA 对一体化了的多孔膨体 PTFE 片进行浸渍,然后用一定浓度的 PVA 水溶液浸渍,由此 PVA 树脂粘附到多孔膨体 PTFE 片的纤维表面上。采用交联液对纤维表面上粘附有 PVA 树脂的多孔膨体 PTFE 片进行处理,以进行交联,由此使 PVA 树脂变得不能被溶解。如上所述,在支持层与过滤层形成一体化的状态下,采用 PVA 树脂溶液进行浸渍。结果,在用交联液进行交联处理后,即使 PVA 树脂在干燥过程中发生收缩,但是由于由多孔膨体 PTFE 片构成的过滤层被支持层支撑而具有一定的强度,因此能抑制过滤层的收缩,并且可以防止过滤层的孔隙率降低。

[0051] 采用下述方法,制造构成本发明多孔多层过滤器的过滤层和支持层的多孔膨体 PTFE 片。

[0052] 所述方法包括:通过对高分子量 PTFE 的未烧结粉末和液态润滑剂的混合物进行糊料挤出而形成薄片的步骤;将该薄片拉伸而形成多孔膜的步骤;以及对各被拉伸的多孔膜进行烧结的步骤。

[0053] 关于过滤层,其纵向拉伸倍率为 5 倍至 15 倍,优选为 8 倍至 12 倍。其横向拉伸倍率为 10 倍至 100 倍,优选为 15 倍至 40 倍。

[0054] 当拉伸倍率小于上述倍率时,孔隙率降低,树脂块残留,孔的形状不能成为球形,并且不能获得充分的渗透性。另一方面,当拉伸倍率超过上述倍率时,纤维可能会被撕裂,从而导致产生大孔。

[0055] 为了使纵向的纤维长度和横向的纤维长度相等,并且获得球形的孔形状,纵向拉伸率和横向拉伸率之间的比值优选被设定为 1 : 2 至 1 : 5,更优选为 1 : 2 至 1 : 3。

[0056] 同时,关于支持层,其纵向拉伸倍率为 4 倍至 15 倍,优选为 5 倍至 10 倍。其横向拉伸倍率为 0 倍至 15 倍,优选为 2 倍至 5 倍。

[0057] 当拉伸倍率小于上述倍率时,孔隙率降低。当拉伸倍率超过上述倍率时,纤维会被撕裂。

[0058] 当横向拉伸倍率过低时,孔隙率降低。然而,在即使对支持层进行单轴拉伸也可以确保足够的流速时,横向拉伸并不总是必须的。此外,当拉伸倍率超过上述拉伸倍率时,残余应力增加,其支持功能会变得不足。

[0059] 如上所述,与传统情况相比,通过使用高分子量 PTFE 的未烧结粉末,并且增加成型体的双轴向(即,纵向和横向)拉伸倍率,可以获得过滤层具有高渗透性同时具有微细孔的多孔过滤器。

[0060] 这是因为,当使用高分子量 PTFE 的未烧结粉末时,即使以比传统情况更高的倍率进行双轴向(即纵向和横向)拉伸(同时防止孔过度扩张或者膜被撕裂),也可以进行高度纤维化,从而基本上不出现结节(其为 PTFE 块),并且可以制造其中带有细纤维的微孔密集排列的过滤器,所述细纤维构成骨架。

[0061] 另一方面,支持层强化过滤层,并且厚度和流速 / 渗透性是衡量支持层的重要因素。因此,将支持层的纵向和横向总拉伸倍率设定为低于过滤层的拉伸倍率,并且将其设计为在保持厚度的同时避免增加残余应力。

[0062] 具体来说,作为用于形成过滤层的高分子量 PTFE 未烧结粉末,优选使用数均分子量为 400 万或更高的粉末。更优选的是,其数均分子量为 1200 万或更高。这在目前市售可得 PTFE 未烧结粉末中相当于特别高的分子量级。

[0063] 数均分子量是由成型品的比重确定的。然而,根据测定方法的不同,PTFE 分子量很不相同,这使其难以进行准确的测定。因此,根据测定方法,所测分子量可能不符合上述范围。

[0064] 可以形成宽幅的支持层。

[0065] 此外,在过滤层中,就面积比而言,拉伸倍率优选为 150 倍或更大,更优选为 300 倍或更大,最优选为 600 倍或更大。此外,拉伸倍率(面积比)的上限优选为 1500 倍或更小。

[0066] 当就面积比而言,拉伸倍率小于 150 倍时,不能进行高度的纤维化。另一方面,当拉伸倍率超过 1500 倍时,膜会变得过薄,从而导致强度降低。

[0067] 在支持层中,拉伸倍率为 8 倍或更大,更优选为 15 倍或更大。

[0068] 拉伸倍率(面积比)的上限优选为 60 倍或更小。

[0069] 当就面积比而言,拉伸倍率小于 8 倍时,不能进行高度纤维化。另一方面,当拉伸倍率超过 60 倍时,残余应力过大,并且支持层的功能下降。

[0070] 下面将描述制造本发明的多孔多层过滤器的方法的具体步骤。

[0071] 在第一步骤中,通过对已知的 PTFE 未烧结粉末进行糊料挤出,从而制造成型体。在糊料挤出过程中,通常将 10 质量份至 40 质量份、优选为 16 质量份至 25 质量份的液态润滑剂混合到 100 质量份的 PTFE 树脂中,并且进行挤出。

[0072] 作为液态润滑剂,可以使用在糊料挤出过程中常规所使用的各种润滑剂。液态润滑剂的例子包括:石油溶剂,如溶剂石脑油和白油;烃油,例如十一烷;芳烃,如甲苯和二甲苯;醇类;酮类;酯类;硅油;氟氯碳油;通过将诸如聚异丁烯或聚异戊二烯等聚合物溶解在这些溶剂中而获得的溶液;含有至少以上两者的混合物;以及含有表面活性剂的水或水溶液。单一组分比混合物是更优选的,因为其可以实现均匀的混合。

[0073] 在 PTFE 烧结温度(即 327°C 或更低)、通常在约室温下,进行糊料挤出成型。在糊料挤出之前,通常进行预成型。在预成型过程中,在(例如)约 1MPa 至 10MPa 的压力下,对混合物进行压缩成型,从而形成块状、杆状、管状或片状。

[0074] 使用糊料挤出机,对通过预成型而获得的成型体进行挤出,并采用压延辊等进行压延,或者将其挤出后再进行压延。由此,可以制造具有可以拉伸的形状的成型体。

[0075] 接着,从成型体中除去液态润滑剂。在烧结之前除去液态润滑剂。可在拉伸之后除去该液态润滑剂,但是优选在拉伸之前除去液态润滑剂。

[0076] 通过加热、提取、溶解等(优选通过加热)除去液态润滑剂。在加热的情况下,加热温度通常优选为 200°C 至 330°C。在使用诸如硅油或氟碳之类的具有相对高沸点的液态润滑剂的情况下,优选通过提取来除去液态润滑剂。

[0077] 此外,除了液态润滑剂之外,还可以引入其他物质。

[0078] 例如,可以加入用于着色的颜料,并且为了改善耐磨性、防止低温流动以及促进孔的形成以及其他目的,可以加入无机填料,例如炭黑、石墨、二氧化硅粉、玻璃粉、玻璃纤维、硅酸盐、碳酸盐;金属粉、金属氧化物粉、金属硫化物粉等。此外,为了促进多孔结构的形成,可以以粉末或溶液的形式加入能够通过加热、提取、溶解等被除去或分解的物质,例如氯化铵、氯化钠、以及其他塑料和橡胶。

[0079] 在随后的步骤中,将通过糊料挤出获得的成型体分成构成支持层的成型体和构成过滤层的成型体,并将各成型体以上述的拉伸倍率进行拉伸。

[0080] 优选在低于熔点且尽可能高的温度下进行拉伸。该温度优选为室温(或 20°C)至 300°C,更优选为 250°C 至 280°C。

[0081] 当在低温下进行拉伸时,容易产生具有相对较大的孔径和较高的孔隙率的多孔膜。当在高温下进行拉伸时,容易产生具有小孔径的致密的多孔膜。

[0082] 通过组合这些条件,可以控制孔径和孔隙率。在过滤层中,由于需要具有小孔径的致密的多孔膜,优选采用相对较高的拉伸温度。

[0083] 在拉伸过程中,在 20°C 至 70°C 的低温下进行第一阶段拉伸之后,可在上述的高温条件下进行第二阶段拉伸。

[0084] 此外,为了防止受拉伸的薄片收缩,优选进行热定型。在本发明中,由于特别增大了拉伸倍率,因此为了不使多孔结构受到损害,热定型是很重要的。热定型优选在进行横向拉伸之后立刻进行。在通过两个或更多的阶段进行拉伸的情况下,热定型优选在各阶段的拉伸之后进行。

[0085] 通常,在张力下(例如,在将拉伸的膜的两端固定的情况下),于 200℃至 500℃的气氛温度下保持 1 分钟至 20 分钟,从而进行热定型。

[0086] 接着,使拉伸的薄片形成一体化。在 327℃(其为 PTFE 的转变点)或更高的温度下烧结,通过加热大约几分钟至几十分钟、或者根据情况加热比该时间更长的时间,从而进行一体化步骤。通常,在温度保持为 350℃至 500℃的炉子中进行加热是合适的。

[0087] 所得到的本发明的过滤层和支持层的多孔膨体 PTFE 片均具有上述的厚度。

[0088] 然后,对第一发明的过滤器进行上述的亲水化处理,而对第二发明的过滤器不进行亲水化处理。

[0089] 发明的有益效果

[0090] 由上述说明中显而易见的是,本发明的多孔多层过滤器包括过滤层和支持层,它们均由多孔膨体 PTFE 片构成,支持层的孔大于过滤层的孔,在等于或高于 PTFE 熔点的温度下,将过滤层和支持层的多孔膨体 PTFE 加热,并且在过滤层和支持层的界面处使该过滤层和支持层彼此熔融粘结,仅使其厚度被减小了的过滤层具有过滤功能,该过滤层被支持层支撑,并且使支持层的孔径增大,从而提高渗透性。

[0091] 结果,约 0.05 μm 的超细颗粒能够以与用于捕集 0.1 μm 的颗粒的过滤器相当的渗透流速通过过滤器。

[0092] 此外,由于支持层与过滤层形成一体化,以保持过滤层的强度,因此在进行亲水化处理时,过滤层在亲水性涂膜干燥期间不会发生收缩,并且可以保持孔隙率。这样,在本发明的过滤器中,在能够捕集超细颗粒的同时,可以确保稳定的渗透性,并且能够以高流速进行渗透。

[0093] 因此,本发明的过滤器适合用作在半导体和液晶领域以及食品/药品领域的制造工艺(其要求过滤器具有更高的超细颗粒捕集率和高处理速度)中使用的气体/液体微滤过滤器。

[0094] 附图简要说明

[0095] 图 1 是根据本发明第一实施方案的多孔多层过滤器的示意性截面图。

[0096] 图 2(A) 是放大 3000 倍的过滤层的照片,并且,图 2(B) 是放大 3000 倍的支持层的照片。

[0097] 图 3 是示出第一实施方案的实施例的试验结果的图。

[0098] 图 4 是根据本发明第二实施方案的多孔多层过滤器的示意性截面图。

[0099] 图 5 是示出第二实施方案的实施例的试验结果的图。

[0100] 实施方案的说明

[0101] 以下将参照附图对本发明进行描述。

[0102] 图 1 至图 3 示出根据本发明第一实施方案的多孔多层过滤器。

[0103] 如图 1(示意性截面图)和图 2(放大的截面图)所示,多孔多层过滤器 1 由具有双层结构的过滤膜构成,在所述双层结构中,由经拉伸的多孔 PTFE 片构成的支持层 2 和由经拉伸的多孔 PTFE 片构成的过滤层 3(其被设置在支持层 2 的周向表面上)叠置在一起并形成一体化。此外,使用由 PVA 5 构成的亲水性材料对过滤层 3 和支持层 2 进行亲水化处理,并且通过涂敷、以 0.03 μm 至 0.05 μm 的均匀厚度将 PVA 5 施加在过滤层 3 和支持层 2 的纤维表面上。

[0104] 在本实施方案中,支持层 2 的厚度为过滤层 3 的厚度的 5 倍至 10 倍。过滤层 3 的厚度为 $2\mu\text{m}$ 至 $10\mu\text{m}$ 。

[0105] 过滤层 3 具有如图 2(A) 中放大 3000 倍的照片所示的结构,并且支持层 2 具有如图 2(B) 中放大 3000 倍的照片所示的结构。

[0106] 过滤层 3 和支持层 2 都具有纤维骨架,其中柔性的纤维 F 通过缠结连接在一起而形成三维网络。该纤维骨架基本上包围着狭缝形的孔 P,并且该孔 P 彼此三维连通。

[0107] 在本实施方案中,过滤层 3 的平均孔径为 $0.03\mu\text{m}$ 至 $0.05\mu\text{m}$,孔隙率为 70% 至 80%。

[0108] 在过滤层 3 中,根据要捕集的固体颗粒,通过在上述范围内调节平均孔径和孔隙率,从而设定泡点。

[0109] 具体而言,过滤层 3 被构造为用于捕集等于大于 $0.01\mu\text{m}$ 且小于 $0.08\mu\text{m}$ 的超细颗粒,泡点被设定为 200kPa 至 400kPa,水流速为 70 秒/100ml 至 300 秒/100ml,压降为 29.4kPa,并且有效面积为 9.6cm^2 。

[0110] 当捕集超过 $0.1\mu\text{m}$ 至 $0.5\mu\text{m}$ 的固体颗粒时,过滤层 3 的泡点被设定为等于大于 50kPa 且小于 150kPa,并且水流速被设定为 30 秒/100ml 或更小。

[0111] 当捕集 $0.08\mu\text{m}$ 至 $0.1\mu\text{m}$ 的固体颗粒时,过滤层 3 的泡点被设定为等于大于 150kPa 且小于 200kPa,并且水流速被设定为 40 秒/100ml 或更小。

[0112] 以这种方式提供根据要捕集的固体颗粒的尺寸而泡点不同的多个过滤层 3,并且将该过滤层与共同的支持层 2 形成一体化,从而形成多层结构待用。

[0113] 在构成支持层 2 的多孔膨体 PTFE 片中,针对外表面 2a(其为与过滤层 3 的接触面)的孔径,IPA 泡点为 2kPa 至 30kPa,孔隙率为 75% 至 90%,并且在压降为 93.1kPa 的条件下 IPA 的渗透系数为 $40\text{ml}/\text{min}/\text{cm}^2$ 至 $100\text{ml}/\text{min}/\text{cm}^2$ 。此外,其基质的抗拉强度为 50MPa 至 110MPa。

[0114] 通过下述方法测定上述物理性质。

[0115] (1) 孔隙率:按照 ASTM-D-792,由在水中测得的比重(表观比重)和四氟乙烯树脂的比重来计算。数值越高,表示渗透性越好。

[0116] (2) 平均孔径:采用 PMI 公司制造的 Perm-Porometer(型号 CFP-1200A)来测定。

[0117] (3) 泡点:按照 ASTM-F-316-80 的方法,使用异丙醇测定。

[0118] (4) 流速:

[0119] 薄片:关于过滤层薄片,在压降为 29.4kPa 的条件下,按照 ASTM-F-317 的方法来测定。

[0120] 基质抗拉强度:按照 JIS K 7161,利用在试验时拉伸速度为 100mm/分钟、标线间距离为 50mm 的条件下测得的值,根据下式计算。

[0121] 基质抗拉强度 = 拉伸强度 / (1 - 孔隙率(%)) / 100

[0122] 下面将描述制造根据第一实施方案的多孔多层过滤器的方法,所述过滤器包含支持层 2 和过滤层 3。

[0123] 在第一步骤中,分别制造构成支持层 2 和过滤层 3 的多孔膨体 PTFE 片。

[0124] 对于各多孔膨体 PTFE 片,向 100 质量份的 PTFE 未烧结粉末(微细聚合物)中,加入 16 质量份至 25 质量份的液态润滑剂,并进行混合。

- [0125] 作为 PTFE 未烧结粉末,使用数均分子量为 100 万至 1500 万的高分子量粉末。
- [0126] 作为液态润滑剂,使用石油溶剂,例如溶剂石脑油或白油。
- [0127] 接着,使用压缩成型机将所得到的混合物进行压缩成型,以形成块状成型体(预成型)。在室温至 50°C 下,以 20mm/分钟的速度,将该块状成型体挤压成片状。
- [0128] 随后,使用压延辊等对所得到的片状成型体进行压延,从而制造厚度为 300 μm 的片状成型体。
- [0129] 在下一步骤中,为了从片状成型体中除去液态润滑剂,通过将片状成型体通过辊温度为 130°C 至 220°C 的加热辊而将其干燥。
- [0130] 然后,将所得到的片状成型体沿纵向和横向进行双轴拉伸。
- [0131] 在拉伸过程中,如上所述,将构成支持层 2 的片状成型体的拉伸倍率设定为不同于用于过滤层 3 的主体的片状成型体的拉伸倍率。
- [0132] 在本实施方案中,对于支持层 2 和过滤层 3,均首先进行纵向拉伸,随后进行横向拉伸。
- [0133] 在炉子内、于 70°C 至 200°C 的高温气氛下进行横向拉伸,在拉伸之后,通过将成型体在 280°C 至 390°C 下保持 0.25 分钟至 1 分钟,从而进行热定型。
- [0134] 随后,将过滤层 3 层压在构成支持层 2 的经拉伸的多孔 PTFE 片的一个表面上,并在 360°C 至 400°C (其等于或高于 PTFE 熔点) 下进行加热 0.5 分钟至 3 分钟。
- [0135] 由此,将支持层 2 和过滤层 3 在它们之间的界面上彼此熔融粘结以形成一体化结构,从而制得多孔多层过滤器。
- [0136] 使用 PVA,对由在上述步骤中所得到的过滤层 3 和支持层 2 构成的一体化多孔膨体 PTFE 片进行亲水化处理。
- [0137] 在亲水化处理中,将层压在一起并一体化了的多孔膨体 PTFE 片浸入到异丙醇(IPA) 中达 0.25 分钟至 2 分钟,随后,将它们均用浓度为 0.5 重量%至 0.8 重量%的 PVA 水溶液浸渍 5 分钟至 10 分钟。然后,在浸入到纯水中达 2 分钟至 5 分钟后,进行交联。
- [0138] 采用选自戊二醛交联(GA)、对苯二甲醛交联(TPA) 和电子束交联(其中在 6Mrad 的条件下进行电子束辐射) 中的任何一种方法,进行交联。
- [0139] 在进行交联之后,用纯水洗涤经层压并一体化了的多孔膨体 PTFE 片,然后在常温至 80°C 下干燥,从而制得经层压并一体化的亲水性 PTFE 多孔膜。
- [0140] 如图 1 所示,通过上述方法制造的多孔多层过滤器 1 具有多层结构,其包括由多孔膨体 PTFE 片构成的支持层 2;以及由多孔膨体 PTFE 片构成的、整合在支持层 2 的周向表面上的过滤层 3,其中,使用 PVA 对过滤层 3 和支持层 2 的外表面和内部纤维的表面进行了亲水化处理。
- [0141] 图 2(A) 所示的过滤层 3 的孔和图 2(B) 所示的支持层 2 的孔彼此三维连通,并且在过滤层 3 中,外表面的孔与构成亲水性涂层的 PVA 5 的孔连通。
- [0142] 在多孔多层过滤器 1 中,(例如)待处理液由过滤层 3 的外表面被供给到支持层 2 的内周向表面一侧,以进行固液分离处理。
- [0143] 第一实施方案的实施例
- [0144] 制造包括具有不同泡点的过滤层 3 的第一到第五多孔多层过滤器作为实施例。
- [0145] (实施例 1)

[0146] 为制备过滤层的主体,向 100 质量份的 PTFE 细粉末(由 Dupont 公司制造的 PTFE 601A)中加入 18 质量份的液态润滑剂(由 Idemitsu Kosan 株式会社制造的 Supersol FP-25(成分:石脑油)),并混合。在成型机中,将所得到的混合物进行压缩成型,以形成块状成型体。

[0147] 接着,将上述块状成型体连续地挤压成片状。使该片状成型体通过压辊,进一步通过加热辊(130℃至 220℃),以除去液态润滑剂,并将其卷绕在辊上,从而获得 300 μm 的薄片。

[0148] 接着,为制备用于过滤层的主体的薄片,在辊温度为 250℃至 280℃的条件下,以 2 倍的倍率沿纵向(加工方向)拉伸,然后在相同温度条件下,以 4 倍的倍率进一步进行拉伸。也就是说,通过两个阶段以 8 倍的拉伸倍率进行纵向拉伸。

[0149] 将纵向拉伸的膜的宽度方向的两端用夹头夹住,并在 50℃的气氛下,以 5 倍的拉伸倍率沿与加工方向垂直的方向进行横向拉伸。然后,通过将横向拉伸过的薄膜在 285℃下保持 0.25 分钟至 1 分钟,从而直接将其进行热定型。随后,在 170℃的气氛下,以 18 倍的拉伸倍率进行拉伸。然后,通过将该薄膜在 340℃下保持 0.25 分钟至 1 分钟,从而直接将其进行热定型。也就是说,通过两个阶段以 90 倍的拉伸倍率进行横向拉伸。

[0150] 使经拉伸的薄片通过 360℃的加热炉,以进行 1.5 分钟的烧结。由此获得实施例 1 的过滤层的主体。关于该实施例 1 的过滤层的主体,其泡点为 350kPa,要捕集的目标颗粒的尺寸为 0.03 μm。

[0151] 同时,在温度为 180℃至 200℃的条件下,以 7.4 倍的纵向拉伸倍率,并且以 10 倍的横向拉伸倍率,形成用于支持层 2 的薄片。支持层 2 的孔径为过滤层 3 的孔径的 6 倍,并且支持层的厚度为 30 μm。

[0152] 将用于过滤层 3 和支持层 2 的多孔膨体 PTFE 片进行层压,并通过在 370℃下加热 100 秒,将过滤层 3 和支持层 2 在它们之间的界面上彼此熔融粘结,从而形成一体。

[0153] 随后,通过上述方法,使用 PVA 对包括一体化的过滤层 3 和支持层 2 的复合膜进行亲水化处理。

[0154] (实施例 2)

[0155] 在过滤层 3 中,相对于树脂 601A(由 Dupont 公司制造),将液态润滑剂的加入量改变为 20 质量份。将纵向拉伸倍率设定为 8 倍,并且将横向拉伸倍率设定为 30 倍。将过滤层 3 的泡点设定为 250kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 0.05 μm。其他构成则与实施例 1 相同。

[0156] (实施例 3)

[0157] 将过滤层 3 的树脂改变为 CD123(由 Asahi Glass 株式会社制造),并且将液态润滑剂的加入量改变为 20 质量份。改变纵向和横向拉伸倍率。将纵向拉伸倍率设定为 6 倍,并且将横向拉伸倍率设定为 15 倍。将过滤层 3 的泡点设定为 200kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 0.1 μm。其他构成则与实施例 1 相同。

[0158] (实施例 4)

[0159] 将过滤层 3 的树脂改变为 CD123(由 Asahi Glass 株式会社制造),并且将液态润滑剂的加入量改变为 22 质量份。改变过滤层主体的纵向和横向拉伸倍率。将纵向拉伸倍率设定为 5 倍,并且将横向拉伸倍率设定为 10 倍。将过滤层 3 的泡点设定为 150kPa,并且

将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 $0.2\ \mu\text{m}$ 。其他构成则与实施例 1 相同。

[0160] (实施例 5)

[0161] 将过滤层 3 的树脂改变为 CD145(由 Asahi Glass 株式会社制造),并且将液态润滑剂的加入量改变为 22 质量份。改变纵向和横向拉伸倍率。将纵向拉伸倍率设定为 5 倍,并且将横向拉伸倍率设定为 10 倍。将过滤层 3 的泡点设定为 100kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 $0.45\ \mu\text{m}$ 。其他构成则与实施例 1 相同。

[0162] (比较例 1-1 至 1-3)

[0163] 在比较例 1-1 至 1-3 中,分别制造由单层多孔膨体 PTFE 片构成的过滤器。在比较例 1-1 中,将泡点设定为 200kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 $0.1\ \mu\text{m}$ 。在比较例 1-2 中,将泡点设定为 150kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 $0.2\ \mu\text{m}$ 。在比较例 1-3 中,将泡点设定为 100kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 $0.45\ \mu\text{m}$ 。比较例 1 的过滤器相当于未经审查的日本专利申请公开 No. 2008-119662(其为申请人的在先申请)中所述的过滤器。

[0164] 在比较例 1(1-1 至 1-3)中,向 100 质量份的 PTFE 细粉末(商品名为 CD123,由 Asahi Glass 株式会社制造,分子量为 1200 万)中,加入 18 质量份的液态润滑剂(由 Idemitsu Kosan 株式会社制造的 Supersol FP-25(成分:石脑油)),然后进行混合。在成型机中,将所得到的混合物压缩成型,以形成块状成型体。

[0165] 接着,将上述块状成型体连续地挤压成片状。使该片状成型体通过压力辊,进一步通过加热辊(130°C 至 220°C),并将其卷绕在辊上,从而获得液态润滑剂已被除去的 $300\ \mu\text{m}$ 的薄片。

[0166] 接着,在辊温度为 250°C 至 280°C 的条件下,以 6 倍的拉伸倍率沿纵向(加工方向)进行拉伸。

[0167] 接着,将膜的宽度方向的两端用夹头夹住,并在 150°C 的气氛下,以 4 倍的拉伸倍率,沿与加工方向垂直的方向进行横向拉伸。

[0168] 使该薄片通过 360°C 的加热炉,以进行 2 分钟的烧结。由此获得比较例 1(1-1 至 1-3)的过滤器。

[0169] 在施加 29.4kPa 的压力条件下,使待处理液(100ml)通过实施例 1 至 5 以及比较例 1 中的每一个,并测定通过时间(秒)。

[0170] 其结果示于图 3 的曲线图中。在图 3 中,空心圆表示实施例 1 至 5,实心圆表示比较例 1。

[0171] 由图 3 的曲线图显而易见,当在实施例 1 中泡点为 350kPa 的条件下捕集 $0.03\ \mu\text{m}$ 的颗粒时,通过时间(通过 100ml 的水所需要的时间)与比较例 1-1 的通过时间相当。因此,能够在与用于捕集 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒的比较例 1 的过滤器相同的水流速下捕集 $0.03\ \mu\text{m}$ 的颗粒。

[0172] 此外,当在实施例 2 中泡点为 250kPa 的条件下捕集 $0.05\ \mu\text{m}$ 的颗粒时,与比较例 1-1 中捕集 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒的情况相比,可以缩短通过时间。因此,能以高流速进行处理,并且渗透性增高。

[0173] 在实施例 3(其中泡点被设定为 200kPa,并且其被构造为与比较例 1-1 同样捕集 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒)中,通过时间降低至约 1/4,并且能以非常高的流速进行渗透。

[0174] 与比较例 1-2 和 1-3 (它们具有与实施例 4 和 5 相当的捕集性能) 相比, 在实施例 4 和 5 中, 可以缩短通过时间, 并且能以高流速进行渗透。

[0175] 如上所述, 已经证实, 在本发明第一实施方案的实施例 1 的多孔多层过滤器中, 可以捕集 $0.03\ \mu\text{m}$ 的颗粒 (其不能被比较例 1 和 2 的过滤器所捕集), 并且能够以与用于捕集 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒的比较例 1 的过滤器相当的流速进行高速处理。还证实, 在泡点被设定为与比较例 1 和 2 相同的情况下, 可以缩短通过时间, 而且可以提高流速。

[0176] 也就是说, 在本发明的过滤器为能够捕集超细颗粒的微滤过滤器时, 该过滤器的渗透流速并不降低, 并且显示出优异的渗透性。

[0177] 图 4 和 5 示出第二实施方案。

[0178] 根据第二实施方案的多孔多层过滤器 10 与图 1 所示的第一实施方案的不同之处在于: 未进行亲水化处理, 因此在过滤层 3 和支持层 2 的纤维表面上没有形成由 PVA 构成的亲水性膜 5。

[0179] 在第二实施方案中, 支持层 2 的厚度为过滤层 3 的厚度的 5 倍至 10 倍, 特别优选为减小至约 5 倍至 7 倍。因此, 过滤层 3 的厚度为 $2\ \mu\text{m}$ 至 $10\ \mu\text{m}$, 特别优选为 $2\ \mu\text{m}$ 至 $5\ \mu\text{m}$ 。

[0180] 过滤层 3 和支持层 2 的结构基本上与图 2(A) 和 2(B) (其为第一实施方案的放大 3000 倍的照片) 所示的结构相同。过滤层 3 和支持层 2 均具有纤维骨架, 其中柔性的纤维 F 通过缠结连接在一起从而形成三维网络。该纤维骨架大体上包围着狭缝形孔 P, 并且该孔 P 彼此三维连通。

[0181] 如同第一实施方案, 在第二实施方案中, 过滤层 3 的平均孔径为 $0.03\ \mu\text{m}$ 至 $0.05\ \mu\text{m}$, 孔隙率为 70% 至 80%。

[0182] 在过滤层 3 中, 根据要捕集的固体颗粒, 通过在上述范围内调节平均孔径和孔隙率, 从而设定泡点。

[0183] 此外, 与第一实施方案比较, 平均孔径在 $0.03\ \mu\text{m}$ 至 $0.05\ \mu\text{m}$ 范围内 (优选为 $0.04\ \mu\text{m}$ 至 $0.05\ \mu\text{m}$), 孔隙率在 70% 至 80% 的范围内 (优选为 75% 至 80%)。

[0184] 具体而言, 将过滤层 3 构造为用于捕集等于大于 $0.01\ \mu\text{m}$ 且小于 $0.08\ \mu\text{m}$ 的超细颗粒, 将泡点设定为 200kPa 至 400kPa, IPA 流速为 70 秒/100ml 至 300 秒/100ml, 压降为 93.1kPa, 并且有效面积为 9.6cm^2 。

[0185] 当捕集超过 $0.1\ \mu\text{m}$ 至 $0.5\ \mu\text{m}$ 的固体颗粒时, 过滤层 3 的泡点被设定为等于大于 50kPa 且小于 150kPa, 并且 IPA 流速被设定为 30 秒/100ml 或更小。

[0186] 当捕集 $0.08\ \mu\text{m}$ 至 $0.1\ \mu\text{m}$ 的固体颗粒时, 过滤层 3 的泡点被设定为等于大于 150kPa 且小于 200kPa, 并且 IPA 流速被设定为 40 秒/100ml 或更小。

[0187] 如同第一实施方案, 提供根据要捕集的固体颗粒的尺寸而泡点不同的多个过滤层 3, 并且将该过滤层与共同的支持层 2 形成一体化, 从而形成多层结构以供使用。

[0188] 此外, 如同第一实施方案, 对于构成支持层 2 的多孔膨体 PTFE 片, 针对外表面 2a (其为与过滤层 3 的接触面) 的孔径, IPA 泡点为 2kPa 至 30kPa, 孔隙率为 75% 至 90%, 并且在压降为 93.1kPa 的条件下 IPA 渗透系数为 $40\text{ml}/\text{min}/\text{cm}^2$ 至 $100\text{ml}/\text{min}/\text{cm}^2$ 。此外, 其基质抗拉强度为 50MPa 至 110MPa。

[0189] 制造根据第二实施方案的多孔多层过滤器 10 (其由过滤层 3 和支持层 2 构成) 的方法与第一实施方案的方法的不同之处在于: 未进行亲水化处理。其他步骤与第一实施方

案的步骤相同。即,在第一步骤中,分别制造构成支持层 2 和过滤层 3 的多孔膨体 PTFE 片。

[0190] 其详细内容与第一实施方案相同,并且对于支持层 2 和过滤层 3,均向 100 质量份的 PTFE 未烧结粉末(微细聚合物)中加入 16 质量份至 25 质量份的液态润滑剂,并进行混合。使用压缩成型机,将所得到的混合物进行压缩成型,以形成块状成型体(预成型)。在室温至 50℃下,以 20mm/分钟的速度将该块状成型体挤压成片状。使用压延辊等对所得到的片状成型体进行压延,从而制得厚度为 300 μm 的片状成型体。

[0191] 在下一步骤中,为了从片状成型体除去液态润滑剂,通过将片状成型体通过辊温度为 130℃至 220℃的加热辊而将其干燥。

[0192] 然后,将所得到的片状成型体沿纵向和横向进行双轴拉伸。如同第一实施方案,将构成支持层 2 的片状成型体的拉伸倍率设定为与用于过滤层 3 的主体的片状成型体的拉伸倍率不同。在拉伸之后,将过滤层 3 层压在构成支持层 2 的经拉伸的多孔 PTFE 片的一个表面上,并在 360℃至 400℃(其等于或高于 PTFE 的熔点)下加热 0.5 分钟至 3 分钟。

[0193] 由此,将支持层 2 和过滤层 3 在它们之间的界面上彼此熔融粘结以形成一体化结构,从而制造多孔多层过滤器 10。也就是说,未进行亲水化处理,而在第一实施方案中则在将支持层 2 和过滤层层压并形成一体之后进行所述亲水化处理。

[0194] 第二实施方案的实施例

[0195] 第二实施方案的实施例 6 至 10 与进行亲水化处理的第一实施方案的实施例 1 至 5 的不同之处仅在于:未进行亲水化处理。由于在其他诸如材料、制造方法、厚度、平均孔径、孔隙率和泡点等方面的要求与第一实施方案的那些相同,因此省略对其的详细描述。

[0196] 在实施例 6 至 10 中,泡点和要捕集的目标颗粒的尺寸如下。

[0197] 在实施例 6 中,将过滤层的泡点设定为 350kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 0.03 μm。

[0198] 在实施例 7 中,将过滤层 3 的泡点设定为 250kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 0.05 μm。

[0199] 在实施例 8 中,将过滤层 3 的泡点设定为 200kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 0.1 μm。

[0200] 在实施例 9 中,将过滤层 3 的泡点设定为 150kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 0.2 μm。

[0201] 在实施例 10 中,将过滤层 3 的泡点设定为 100kPa,并且将要捕集的目标颗粒的尺寸设定为 0.45 μm。

[0202] 在施加 93.1kPa 的压力的条件下,使待处理液(100ml)通过第二实施方案的实施例 6 至 10 以及比较例 1-1、1-2 和 1-3 的各过滤器,并测定 IPA 的通过时间(秒)。即,在经亲水化处理的第一实施方案的过滤器的情况下,对处理液加压至 29.4kPa,而在未经亲水化处理的第二实施方案的疏水过滤器的情况下,在施加 93.1kPa 的压力的条件(其为第一实施方案的压力的约 3 倍)下使待处理液(100ml)通过过滤器。

[0203] 其结果示于图 5 的曲线图中。在图 5 中,空心方块表示实施例 6 至 10,而实心方块表示比较例。

[0204] 如图 5 所示,当在实施例 6 中泡点为 350kPa 的条件下捕集 0.03 μm 的颗粒时,IPA 通过时间(通过 100ml 的 IPA 所需要的时间)为 100 秒至 150 秒,该时间与比较例 1-1(其

中捕集目标为 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒并且泡点为 200kPa 至 220kPa) 的通过时间相当。因此,与以往的例子相比,能够在与用于捕集 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒的比较例 1 的过滤器相同的 IPA 流速下捕集 $0.03\ \mu\text{m}$ 的颗粒。

[0205] 当在实施例 7 中泡点为 250kPa 的条件下捕集 $0.05\ \mu\text{m}$ 的颗粒时,IPA 通过时间为 60 秒至 110 秒,该时间与比较例 1-1(其中捕集目标为 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒并且泡点为 200kPa) 的通过时间相当。

[0206] 当在实施例 8 中泡点为 200kPa 的条件下捕集 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒时,IPA 通过时间为 25 秒至 60 秒,该时间与比较例 1-2(其中捕集目标为 $0.2\ \mu\text{m}$ 的颗粒,并且泡点为 150kPa) 的通过时间相当。

[0207] 当在实施例 9 中泡点为 150kPa 的条件下捕集 $0.2\ \mu\text{m}$ 的颗粒时,IPA 通过时间为 10 秒至 30 秒,因此,通过时间缩短,并且该时间与比较例 1-3(其中捕集目标为 $0.45\ \mu\text{m}$ 的颗粒,并且泡点为 100kPa) 的通过时间相当。

[0208] 当在实施例 10 中泡点为 100kPa 的条件下捕集 $0.45\ \mu\text{m}$ 的颗粒时,IPA 通过时间为 7 秒至 25 秒,并且该 IPA 通过时间为捕集目标相同的比较例 1-3 的通过时间的约一半。

[0209] 如上所述,已经证实,在本发明第二实施方案的实施例 6 至 10 的多孔多层过滤器中,可以捕集比较例 1 和 2 的过滤器所不能捕集的 $0.03\ \mu\text{m}$ 的颗粒,并且,能够在与用于捕集 $0.1\ \mu\text{m}$ 的颗粒的比较例 1 的过滤器相当的 IPA 流速下进行高速处理。还证实,在泡点被设定为与比较例 1 和 2 相同的情况下,可以缩短通过时间,而且可以提高流速。

[0210] 如上所述,无论对于根据本发明的第一发明的经亲水化处理的过滤器,还是对于根据第二发明的未经亲水化处理的疏水性过滤器,这些过滤器均可以是能够捕集超细颗粒的微滤过滤器,其中,渗透流速并不降低,并且显示出优异的渗透性。

[0211] 附图中附图标号的说明:

[0212] 1 多孔多层过滤器

[0213] 2 支持层

[0214] 3 过滤层

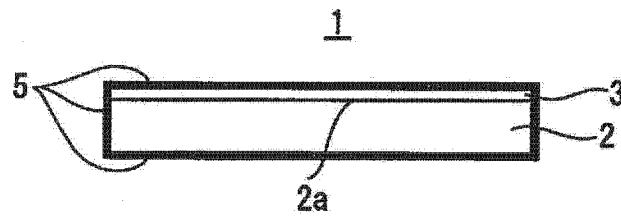


图 1

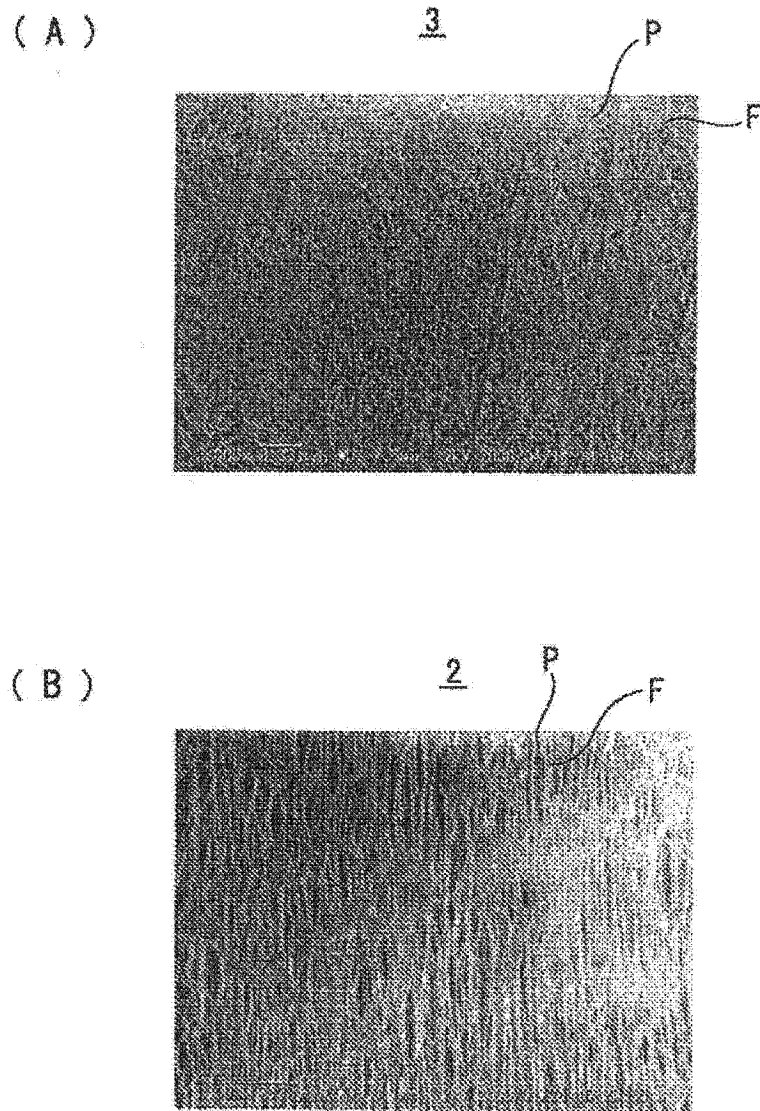


图 2

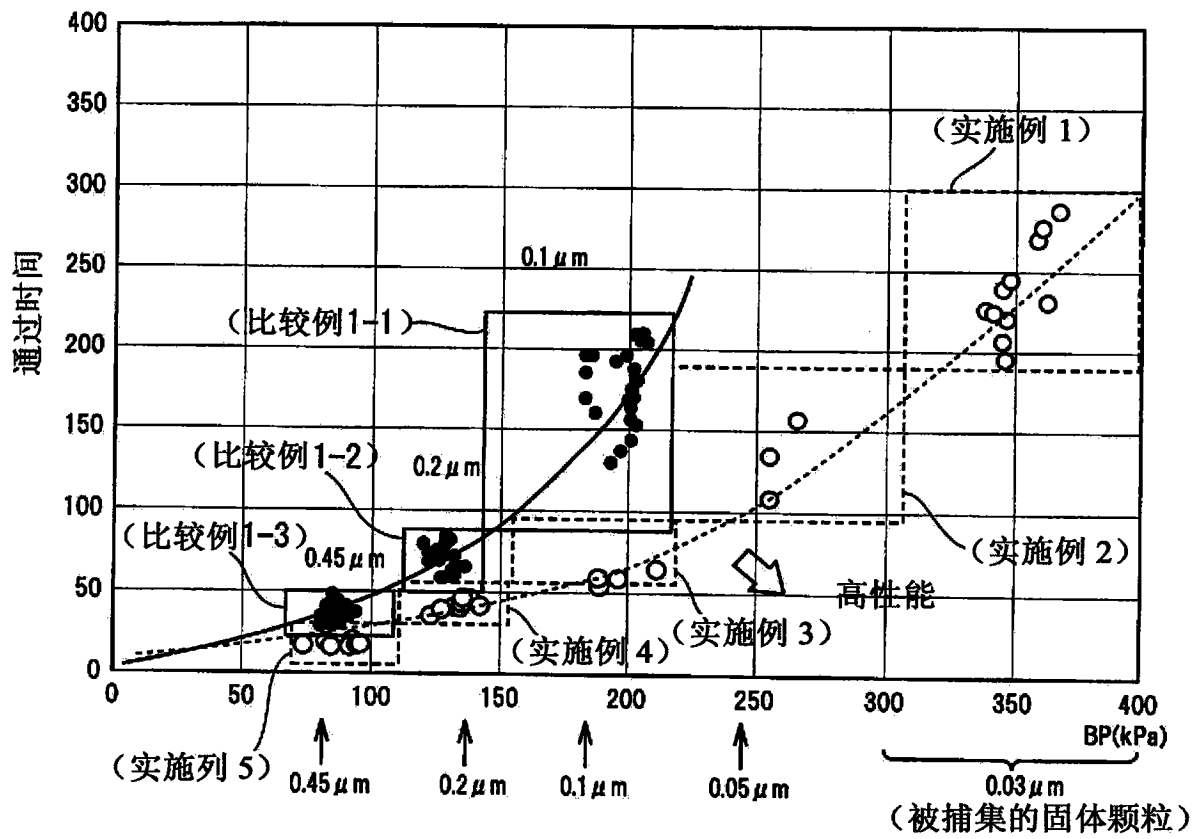


图 3

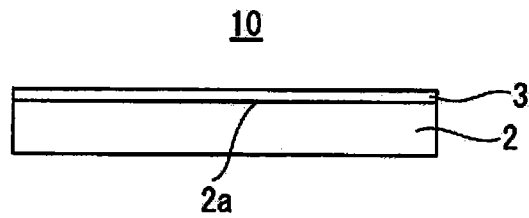


图 4

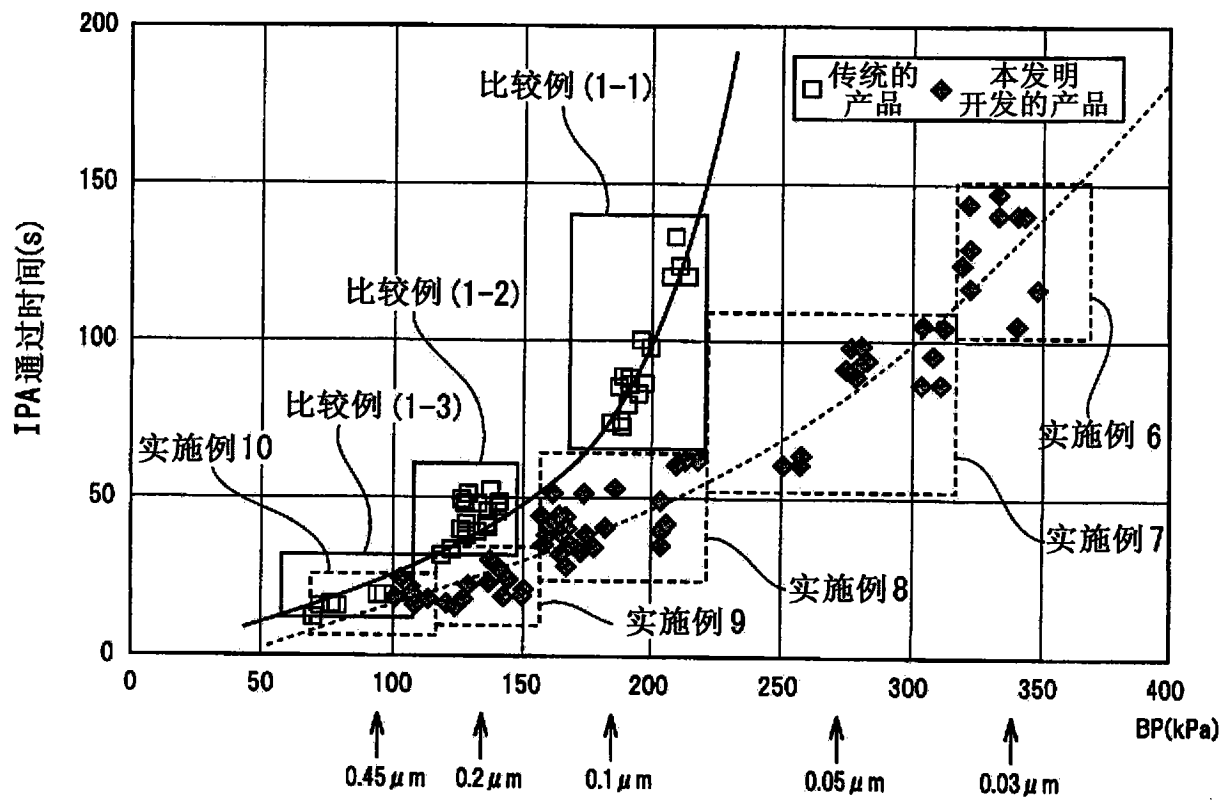


图 5