

Изобретение относится к технологии получения фильтрующих материалов из ультратонких полимерных волокон (УТПВ), применяемых в конструкциях установок для микрофильтрации механических и бактериальных примесей из жидких и газовых сред.

Известен способ получения фильтрующего материала путем формования смеси 2-х полимеров в композиционные волокна или пленки, например смеси полиамида с полиэтилентерефталатом в соотношении (20:80)-(80<sup>20</sup>) мас.%, 1-10-кратной продольной вытяжки и экстрагирования матричного полимера из них [1].

Фильтрующий (сорбирующий) нетканый бумагоподобный слой, можно получить достаточно просто - удалением матричного полимера из пленки, либо путем штапелирования, измельчения и обработки нити в селективном растворителе до получения волокнистой массы из микрофибрилл, пригодной к последующей переработке в бумагу или нетканый материал. Содержание волокнообразующего полимера для различных смесей полимеров колеблется в основном от 5 до 5 мас. % [2].

Полученные таким способом материалы применяют для удаления из растворов механических примесей, пигментов, микроорганизмов, красителей и пр.

Известно, что для оптимального использования объема фильтрующих установок, слоям УТПВ необходимо придать компактную форму. Например, значительная фильтрующая поверхность в небольшом объеме может быть получена за счет гофрирования фильтрующего слоя [3].

Однако при изготовлении фильтрующего материала на основе УТПВ возникает несколько проблем. Так при рассмотрении поперечных срезов экструдатов смеси или полученного после экстракции пучка (или слоя микроволокон) [4], обнаруживается структурная гетерогенность экструдатов по поперечному сечению, выражающаяся в повышении концентрации УТПВ в поверхностных слоях. Данное явление известно как образование "оболочки" или "чулка" и свойственно продольно ориентированным (в условиях фильерного вытягивания) экструдатам смесей полимеров.

Уплотнение в поверхностных участках слоя УТПВ, составляющее не более 20-25% общей толщины, приводит к потере слоем свойств глубинного фильтра, так как механические частицы и микроорганизмы оседают, в основном, на поверхности слоя, а внутренние его области оказываются изолированными и не работают. В результате существенно возрастает сопротивление потоку фильтруемой среды и падает общий ресурс работы фильтрующей установки.

В табл. 1 приведены полученные нами некоторые геометрические соотношения между толщиной оболочки и всей пленки по сечениям пленок различной толщины на примере смеси полипропилен (ПП) - полиамид (ПА6/66) при их соотношении 20:80 мас. %.

Из табл. 1 видно, что соотношение толщины оболочки и толщины пленки является величиной постоянной и, следовательно, ее образование - процесс закономерный, обусловленный ориентационными эффектами при продольном вытягивании пленки.

Наиболее близким к заявляемому изобретению является способ получения фильтрующего материала экструдированием пленки из расплава смеси, содержащей 10-40 мас.% волокнообразующего полимера и 60-90 мас.% матричного, охлаждением, термопрессованием пакета из предварительно нарезанных частей пленки, сложенных в 2-6 слоев под углом 30-90° при температуре на 20-40°С ниже температуры плавления волокнообразующего полимера, экстрагированием матричного полимера и обработкой слоя УТПВ ("проявившегося" после экстрагирования матричного полимера) кипящей водой [5].

Из описания прототипа видно, что термопрессование пакета пленок, представляющее собой многоосную ориентацию УТПВ в пластическом состоянии, позволяет создать анизометрическую и поэтому более прочную структуру результирующего материала с ориентированными под разными углами слоями. За счет пластического течения пакета под прессом, "оболочка", или, иными словами, наиболее уплотненные участки слоев УТПВ, подвергаются поперечному разуплотнению, что приводит к тому, что повышается однородность слоя.

Сопротивление потоку фильтруемой среды для результирующего материала оказывается даже меньше, чем у одного лишь непрессованного слоя, выделенного экстрагированием из пленки. Термопрессование положительно отражается на проницаемости результирующего слоя УТПВ при сохранении высокой эффективности фильтрации.

Следовательно, поперечное растяжение "оболочки" способно придать материалу более однородную структуру и снизить его сопротивление, что очень важно при эксплуатации.

Наслоение нескольких пленок предотвращает возможное ослабление фильтрующих свойств слоя после поперечного растяжения под прессом.

Несмотря на улучшение прочностных характеристик результирующего материала и показателей его эффективности за счет 2-4-х осной ориентации пленок в пластическом состоянии и наслоения, основным недостатком способа прототипа является невозможность изготовить под прессом (кроме ограниченных фрагментов, размеры которых взаимосвязаны с геометрией термоплит пресса) непрерывной ленты материала, прошедшей стадию поперечной ориентации УТПВ в пластическом состоянии для разуплотнения "оболочки", и наслоения для уменьшения дефектности. Получение непрерывной ленты необходимо для повышения технологичности последующих стадий промышленного производства фильтрующего материала, например, стадии гофрирования пленки с целью увеличения фильтрующей поверхности. Кроме того, получение фильтрующего материала по способу прототипа связано с образованием большого количества отходов композиционной пленки, неизбежно образующихся на стадиях ее разрезания и прессования, что снижает общий выход фильтрующего материала.

Задачей настоящего изобретения является улучшение технологичности способа получения, повышение выхода и возможность регулирования свойств фильтрующего материала на основе ультратонких полимерных волокон.

Поставленная задача решается настоящим изобретением за счет того, что, в отличие от известного способа получения фильтрующего материала, включающего экструдирование пленки из расплава смеси, содержащей 10-40 мас.% волокнообразующего полимера и 60-90 мас.% матричного, охлаждение, многоосную

ориентацию волокон, экстрагирование матричного полимера селективным растворителем, по заявляемому способу многоосную ориентацию УТПВ осуществляют перед охлаждением путем продольно-поперечной вытяжки пленки.

При этом наилучшие качественные показатели фильтрующего материала могут быть достигнуты при кратности поперечной вытяжки не менее 1,5 и при соотношении поперечной и продольной вытяжки не более 0,6.

Задача решается также тем, что продольно-поперечную вытяжку осуществляют при экструдировании композиционной пленки в форме рукава с раздувом.

Решение поставленной задачи достигается также за счет того, что после охлаждения пленку укладывают непрерывными слоями между опорными подложками, гофрируют и удаляют матричный полимер экстракцией селективным растворителем из гофропакета.

На дату подачи настоящей заявки авторам не известны работы специалистов в данной области по изучению влияния продольно-поперечной вытяжки композиционной пленки на фильтрующие свойства материалов на основе ультратонких полимерных волокон. Уровень техники свидетельствует о том, что пристальное внимание уделялась лишь изучению влияния продольной вытяжки на структурную однородность, диаметр и прочность волокон, получаемых из расплава смеси полимеров [4, с. 106].

Такое положение можно объяснить значительными отличиями реологических свойств расплавов смеси термодинамически несовместимых полимеров, физико-механических свойств получаемой из таких расплавов пленки от аналогичных свойств многокомпонентных расплавов и пленок из них (продольно-поперечная вытяжка при производстве монокомпонентных пленок известна, например, при производстве рукавной полиэтиленовой пленки экструзионно-раздувочным способом).

Возможность и целесообразность продольно-поперечной вытяжки композиционных пленок в процессе экструзии неочевидна для специалиста, поскольку без экспериментальной проверки невозможно определить степень влияния возможных негативных процессов на качество получаемого фильтрующего материала: поперечное деформирование микроволокон в ленты, и, как следствие, уменьшение полезного сечения пор, ухудшение процесса экстракции матричного полимера и фильтрующих свойств готового материала, неравномерность растяжения оболочки пленки, появление дефектов в виде "просветов", разнотолщинность пленки и фильтрующего материала, продольный разрыв пленки, релаксация в температурном поле мелких волокон с образованием порошка волокнообразующего полимера и потерей "сеточной" структуры и др.

Авторами экспериментальным путем установлено положительное влияние продольно-поперечной вытяжки композиционной пленки на качественные характеристики полученного из такой пленки фильтрующего материала, а также возможность изменения его свойств в широком диапазоне.

Суть предложенного технического решения заключается в том, что композиционную полимерную пленку, экструдированную из расплава смеси волокнообразующего и матричного полимера, при выходе из фильеры в пластическом состоянии растягивают в продольном и, одновременно, в поперечном направлении, после чего пленку охлаждают и экстрагируют матричный полимер. Необходимым условием достижения технического результата при сохранении преимуществ способа-прототипа является продольно-поперечная вытяжка пленки в пластическом состоянии, т. е. до операции охлаждения пленки и полной кристаллизации волокнообразующего полимера. Поперечное растяжение охлажденной пленки не позволяет получить фильтрующий материал, сопоставимый по качественным характеристикам с материалом, полученным по способу-прототипу, из-за низкой прочности пленки в поперечном направлении, приводящей к ее разрыву.

Такое выполнение заявляемого способа позволяет реализовать эффект поперечного растяжения оболочки и многоосной ориентации волокон, причем в пленке непрерывной длины, что достигалось в способе-прототипе под прессом и только на ограниченной площади. Тем самым, при повышении качественных показателей фильтрующего материала по сравнению с традиционными способами его получения (без многоосной ориентации волокон), достигается значительное упрощение технологии, экономия материалов, энерго- и трудозатрат, повышается технологичность дальнейшей переработки фильтрующего материала по сравнению с прототипом.

Технический результат - улучшение технологичности способа и повышение выхода готового материала - по сравнению с прототипом достигается заявляемым изобретением при любой степени поперечной вытяжки пленки, однако наиболее высокие качественные характеристики фильтрующего материала, обусловленные многоосной ориентацией волокон, могут быть получены при кратности поперечной вытяжки не менее 1,5 и при соотношении поперечной и продольной вытяжки не более 0,6. За счет возможности изменения степени поперечной вытяжки и соотношения между поперечной и продольной вытяжкой достигается еще один, очень важный технический результат: возможность регулирования фильтрующих свойств материала в процессе его изготовления.

Продольно-поперечная вытяжка композиционной пленки может на практике осуществляться различными способами, например, в процессе приема пленки из плоскощелевой фильеры на разгоночные валки, имеющие на поверхности винтовые выступы, или на валки, установленные по

дуге к направлению движения пленки, или указанным выше экструзионно-раздувочным способом. Экструдирование пленки в форме рукава с раздувом представляется нам наиболее технологичным. Этот способ может быть применен на существующем оборудовании по хорошо отработанной технологии производства монокомпонентных рукавных пленок. Кроме того, такой способ позволяет в одну стадию получать двухслойный фильтрующий материал, осуществляя все последующие стадии получения фильтрующего материала с двухслойной плоской рукавной пленкой.

В отличие от способа-прототипа сложение слоев пленок производится после пластического двухосного ориентирования рукавной пленки раздувом (отдельных элементов результирующего слоя), что принципиально не противоречит идее уменьшения вероятности проскока частиц при фильтрации в результате увеличения числа единичных слоев, однако существенно упрощает технологию (по сравнению со способом прототипа), т. к. происходит в непрерывном и скоростном процессе размотки рулонов пленок.

Полученный технический результат, на наш взгляд, объясняется следующим. В определенных условиях течения расплава смеси полимеров в щелевой насадке, вытяжки и охлаждения, волокнообразующий полимер образует в пленке микроволокна, строго ориентированные в направлении экструзии, с уникальной структурой поверхности (каждое элементарное волокно фильтрующего слоя, диаметром 1-5 микрон, покрыто по всей поверхности ультратонкими фибриллами диаметром 0,02-0,1 микрон [6], Температура плавления таких фибрилл на 10-30°C ниже температуры плавления самих волокон [7]. При остывании экструдированной пленки и кристаллизации волокнообразующего полимера в микроволокна, тончайшие струйки полимера, в последствии образующие эти фибриллы, еще сохраняют текучесть в матричном полимере. При продольной вытяжке это не играет большой роли, поскольку в процессе такой вытяжки фибриллы сближаются с поверхностью микроволокон. Однако при продольно-поперечной вытяжке пленки, помимо растяжения волокнистой оболочки и многоосной ориентации УТПВ, микроструйки волокнообразующего полимера у поверхности волокон приобретают поперечную ориентацию и при кристаллизации образуют "сетку", которая не только улучшает однородность микрофибриллярного фильтроматериала, заключенного в пленке,

но и повышает его прочность в поперечном направлении за счет улучшения сцепления между волокнами.

Как известно [3, с. 106], изменением степени продольной вытяжки пленки регулируют толщину микроволокон, а изменяя дополнительно степень поперечной вытяжки и соотношение между ними, можно задавать необходимую пористость фильтрующего материала за счет увеличения или уменьшения расстояния между волокнами. Таким образом, по заявляемому способу можно получить материал с широким диапазоном фильтрующих свойств, причем из расплава смеси полимеров одинакового и оптимального, с точки зрения реологии, композиционного состава.

По способу прототипа начальный этап термопрессования пакета, связанный только с прогревом последнего (без многоосного растяжения) до температуры на 20-40°C ниже температуры плавления волокнообразующего полимера (и естественно до состояния размягчения матричного полимера), неминуемо приведет к релаксационным процессам в пленках и, как минимум, к размягчению и распаду части микро- и ультрафибрилл на отдельные капли. Распад подобных структур приводит к потере материалом стерилизующих свойств (абсолютная микрофильтрация от микроорганизмов размеров 0,2-0,45 мкм).

Из сказанного следует, что высокотемпературное прессование сложенных пленок является небезопасной для микроструктуры слоя технологической операцией, к тому же достаточно длительной, небезотходной и энергоемкой.

Материал, получаемый по заявляемому способу после экструзии с продольно-поперечной вытяжкой и охлаждения не подвергается последующему высокотемпературному воздействию и сохраняет высокие фильтрационные свойства даже при однослойном применении.

Повышение технологичности заявляемого способа по сравнению с прототипом особенно сказывается на последующих стадиях переработки композиционной пленки при изготовлении фильтрующего материала в виде компактных фильтрующих элементов, например, методом гофрирования. Заявляемый способ, за счет непрерывности производства композиционной пленки, позволяет изготавливать гофрированные фильтрующие элементы промышленным способом в непрерывном режиме.

Изготовить бездефектный патронный фильтр с развитой поверхностью на основе УТПВ чрезвычайно сложно, т. к. тонкие слои последних (30-80 мкм) обладают низкой прочностью и при гофрировании (в поле действия сдвиговых и разрывных нагрузок) разрушаются. Для устранения этого недостатка можно повысить прочность слоя на сдвиг и растяжение, путем введения армирующих или пропитывающих (клеющих) добавок. Дополнительно вводимые пропитки, в свою очередь, снижают общую пористость фильтрующего материала, нарушают микроструктуру порового пространства, а следовательно, отражаются как на эффективности, так и ресурсе работы материала (фильтра в целом). К тому же стадия пропитки (армирования) приводит к усложнению и удорожанию технологии производства материала, ограничению области его применения.

Заявляемым способом повышение выхода гофрированного фильтрующего материала и снижение процента отбраковки достигается за счет того, что после охлаждения композиционную пленку укладывают в один или несколько слоев между опорными проницаемыми подложками, гофрируют и удаляют матричный полимер из сформированного таким образом гофропакета. Укладку слоев пленки между подложками можно осуществлять как отдельными отрезками (любой длины), так и в процессе скоростной размотки пленки и подложек с рулонов.

Использование 2-х, 3-х, 4-х и более слоев рукавной пленки в одном пакете между опорными подложками, как и в способе прототипа, уменьшает вероятность проскока микрочастиц сквозь получаемый после экстракции результирующий фильтрующий слой УТПВ и определяется задаваемой эффективностью фильтрации и производительностью фильтрующей установки.

Без опорных подложек, представляющих собой двухсторонний слой (под и над слоями рукавной пленки) тонкого и механически прочного нетканого синтетического материала, расположенного под прижимными ткаными сетками, проводить экстрагирование матричного полимера и последующее использование слоя УТПВ в режимах напорной фильтрации не представляется возможным из-за его невысокой прочности.

Ниже приведены примеры выполнения заявляемого способа. В приведенных примерах использовались смеси волокнообразующих и матричных полимеров, характеристики которых известны и приведены в табл.2.

Пример 1. Исходные полимеры в виде гранул сушат при температуре 90-110°C в течение 36 часов для удаления влаги и летучих с периодическим удалением паров из сушильной камеры вентиляцией.

Высушенные полимеры (ПП и ПА6/66, взятые в соотношении, мас.%; 20:80) механически смешивают во вращающейся мешалке барабанного типа в течение 60 мин.

Полученную смесь гранулируют на дисковом экструдере, где происходит смешение в расплаве при температуре 190°C, дальнейшее обезвоживание и дегазация полимеров.

Смесь в виде гранул снова помещают в сушильную камеру, где ее тщательно досушивают до остаточного содержания влаги и летучих не более 0,05%.

Высушенную смесь экструдируют через кольцевую щелевую головку в форме рукава при температуре

расплава на выходе из кольцевой щели 190°C и при кратности продольной вытяжки 5,0.

Кратность поперечной вытяжки в результате пневмораздува рукава определяется степенью раздува  $E_p$ , т. е. отношением диаметра рукава  $D_p$  к диаметру отверстия кольцевой головки  $D_r$ .

$$E_p = \frac{D_p}{D_r} \text{ (отн. ед.)}$$

Кратность продольной вытяжки  $E_b$  определяется соотношением

$$E_b = \frac{V_{пр}}{V_э} \text{ (отн. ед.)},$$

где  $V_{пр}$  - скорость приемки пленки, м/мин;

$V_э$  - скорость экструзии, м/мин.

Для различных образцов (1-6) поперечную вытяжку регулируют изменением давления воздуха внутри рукава. Полученную рукавную пленку охлаждают на воздухе при температуре окружающей среды (20-25°C) и наматывают в рулон.

Образцы пленки (в два слоя) обрабатывают этиловым спиртом при температуре 70°C в течение 10 часов для удаления из пленки полимера-матрицы, сушат полученный фильтрующий материал при температуре 70°C и проводят его испытания.

Удельную водопроницаемость определяют по ГОСТ 14146-79 по бидистиллированной воде при перепаде давлений 0,5 атм.

Оценка эффективности задержки пылевых примесей (по частицам 0,5 мкм), характеризуемая коэффициентом отсева, основана на методе фотоэлектрического подсчета частиц диаметром 0,5 мкм в воздухе до фильтра ( $C_2$ ) и в воздухе, прошедшем через тестируемый фильтрующий материал ( $C_1$ ). Подсчет количества частиц до и после фильтрующего материала проводят на фотоэлектрическом счетчике аэрозольных частиц АЗ-5 чувствительностью 0,5 мкм с объемной скоростью потока воздуха 2 л/мин. Расчет проводят по формуле

$$K_{воз.} = (C_2 - C_1) / C_1 \text{ (отн. ед.)},$$

где  $K_{воз.}$  - коэффициент отсева из воздуха.

Максимальное значение коэффициента отсева равно единице.

Коэффициент отсева из воды  $K_{вод.}$  (по частицам 0,3-5 мкм) определяют аналогичным образом. Микропримеси регистрируют установкой на базе лазерного ультрамикроскопа, дополненного фотоэлектронным умножителем для регистрации рассеянного излучения в диапазоне размеров регистрируемых частиц от 0,3 до 5 мкм. Объем дозы составляет 3 мл.

Результаты испытаний представлены в табл. 3.

Пример 2 (для сравнения). Композиционную полимерную пленку получают по примеру 1, с тем отличием, что смесь полимеров экструдируют через плоскощелевую головку при кратности продольной вытяжки 5,0, охлаждают при температуре 16°C и сматывают в рулон.

Полученную пленку складывают в два слоя (с параллельным направлением волокон в слоях), экстрагируют матричный полимер по примеру 1 и получают фильтрующий материал по "традиционному" способу, без многоосной ориентации волокон (образец 7).

Из полученной пленки вырезают 2 квадрата 100x100 мм и складывают в два слоя под углом 90° относительно направления экструзии пленки. После этого полученный пакет прессуют при температуре 150°C на прессе с диаметром термоплит 80 мм при общем давлении 100 атм (удельное давление 2 атм/см<sup>2</sup>). Спрессованную пленку охлаждают в проточной воде, обрезают излишки (не спрессованную часть пленки) и экстрагируют матричный полимер по примеру 1. После экстракции материал кипятят в течение 60 минут и получают фильтрующий материал по прототипу (образец 8).

Из рулона вырезают поперечную полосу пленки шириной 70 мм и растягивают ее в направлении, перпендикулярном направлению волокон (образец 9, вытяжка после охлаждения пленки).

При кратности растяжения 1,5 визуально наблюдается неравномерный просвет по площади пленки образца 3, при кратности растяжения 2,3 пленка разрушается. Экстракцию матричного полимера для образца 9 не проводили, ввиду явной дефектности.

Полученные образцы фильтрующего материала (7 и 8) испытывают по примеру 1. Результаты испытаний приведены в табл. 3.

Пример 3. Предварительно высушенные полимеры ПЭВП и СЭВА, взятые в соотношении, мас. %: 10:90, смешивают во вращающейся мешалке барабанного типа в течение 70 мин, гранулируют на дисковом экструдере при температуре 200°C, досушивают и экструдируют через кольцевую щелевую головку в виде рукава при температуре расплава на выходе из кольцевой щели 200°C при кратности продольной вытяжки 7,0.

Поперечную вытяжку регулируют изменением давления воздуха внутри рукава для различных образцов (10-15). Полученную рукавную пленку охлаждают на воздухе при температуре окружающей среды (20-25°C) и наматывают в рулон.

Образцы пленки (в два слоя) обрабатывают бензолом при температуре 70°C в течение 12 часов для удаления из пленки матричного полимера, сушат полученный фильтрующий материал при температуре 70°C и проводят его испытания по примеру 1.

Результаты испытаний представлены в табл. 4.

Пример 4 (для сравнения). Композиционную полимерную пленку получают по примеру 3, с тем отличием, что смесь полимеров экструдируют через плоскощелевую головку при кратности продольной вытяжки 7,0, охлаждают при температуре 14°C и сматывают в рулон.

Полученную пленку складывают в два слоя (с параллельным направлением волокон в слоях), экстрагируют матричный полимер по примеру 3, сушат и получают фильтрующий материал по "традиционному" способу (образец 16).

Из полученной пленки вырезают 2 квадрата 100x100 мм и складывают в два слоя под углом 90° относительно направления экструзии пленки. После этого полученный пакет прессуют при температуре 110°C на прессе с диаметром термоплит 80 мм при общем давлении 100 атм (удельное давление 2 атм/см<sup>2</sup>). Спрессованную пленку охлаждают в проточной воде, обрезают излишки (не спрессованную часть пленки) и экстрагируют матричный полимер по примеру 3. После экстракции материал кипятят в течение 60 минут и получают фильтрующий материал по прототипу (образец 17).

Из рулона вырезают поперечную полосу пленки шириной 70 мм и растягивают ее в направлении, перпендикулярном направлению волокон, кратность поперечной вытяжки - 1,5. После экстракции матричного полимера по примеру 3 получают фильтрующий материал (образец 18), который обладает очень низкой прочностью в поперечном направлении (распадается на отдельные пучки волокон).

Пример 5. Предварительно высушенные примеры СФД и ПА6/66, взятые в соотношении, мас. %: 40:60, смешивают во вращающейся мешалке барабанного типа в течение 60 мин, гранулируют на дисковом экструдере при температуре 190°C, досушивают и экструдируют через кольцевую, щелевую головку в виде рукава при температуре расплава на выходе из кольцевой щели 190°C и при кратности продольной вытяжки 3,0.

Поперечную вытяжку регулируют изменением давления воздуха внутри рукава для различных образцов (19-22). Полученную рукавную пленку охлаждают на воздухе при температуре окружающей среды (20-25°C и наматывают в рулон.

Образцы пленки (в два слоя) обрабатывают этиловым спиртом при температуре 79°C в течение 12 часов для удаления из пленки матричного полимера, сушат полученный фильтрующий материал при температуре 70°C и проводят его испытания по примеру 1.

Результаты испытаний представлены в табл. 5.

Пример 6 (для сравнения). Композиционную полимерную пленку получают по примеру 5, с тем отличием, что смесь полимеров экструдируют через плоскощелевую головку при кратности продольной вытяжки 3,0, охлаждают при температуре 14°C и сматывают в рулон.

Полученную пленку складывают в два слоя (с параллельным направлением волокон в слоях), экстрагируют матричный полимер по примеру 5, сушат и получают фильтрующий материал по "традиционному" способу (образец 23).

Из полученной пленки вырезают 2 квадрата 100x100 мм и складывают в два слоя под углом 90° относительно направления экструзии пленки. После этого полученный пакет прессуют при температуре 145°C на прессе с диаметром термоплит 80 мм при общем давлении 100 атм (удельное давление 2 атм/см<sup>2</sup>). Спрессованную пленку охлаждают в проточной воде, обрезают излишки (не спрессованную часть пленки) и экстрагируют матричный полимер по примеру 5. После экстракции материал кипятят в течение 60 минут и получают фильтрующий материал по прототипу (образец 24). Полученные образцы фильтрующего материала (23 и 24) испытывают по примеру 1.

Результаты испытаний приведены в табл. 5.

Пример 7. Рукавную пленку (двухслойную), полученную по примеру 1 для образца 2, непрерывно разматывают с рулона, разрезают в длину по линиям складки и укладывают в 1 слой между подложками из нетканого материала и сетками, гофрируют и укладывают в цилиндрический гофропакет с центральной дренажной трубкой. Гофропакет обрабатывают этиловым спиртом при температуре 70°C в течение 10 часов для удаления из гофрированной пленки полимера-матрицы. Затем гофропакет сушат при 75°C и получают гофрированный фильтрующий материал (образец 25).

Рукавную пленку (двухслойную), полученную по примеру 1 для образца 3, непрерывно разматывают с рулона и укладывают между подложками из нетканого материала и сетками, гофрируют и укладывают в цилиндрический гофропакет с центральной дренажной трубкой. Гофропакет обрабатывают этиловым спиртом, как образец 25, сушат и получают гофрированный фильтрующий материал (образец 26).

Пленку, полученную по примеру 1 для образца 7, разматывают с рулона, укладывают в 1 слой между подложками, гофрируют и формируют в цилиндрический гофропакет с центральной дренажной трубкой. После экстракции матричного полимера, как для образца 25, получают гофрированный фильтрующий материал (образец 27).

Полученные образцы (25-27) герметизируют с торцов и испытывают по примеру 1 с подачей фильтруемой среды снаружи и выводом фильтрата через дренажную трубку. Результаты испытаний представлены в табл. 6.

Анализ данных, представленных в таблицах 3-6, показывает, что по заявляемому способу можно получить фильтрующий материал (образцы 1-6, 10-15, 19-22, 25-26), не уступающий по эффективности фильтрации материалу, полученному по известному способу (образцы 7, 16, 23, 27 - без многоосной ориентации волокон), но значительно превосходящий его по удельной проницаемости. При этом, в зависимости от конкретных требований, качественные характеристики фильтрующего материала можно направленно изменять на стадии формирования композиционной пленки путем изменения степени продольной и поперечной вытяжки и их соотношения.

Наиболее оптимальное сочетание проницаемости фильтрующего материала и его эффективности (коэффициент отсева) может быть получено при кратности поперечной вытяжки не менее 1,5 и соотношении поперечной и продольной вытяжки не более 0,6. Такая закономерность наблюдается для различных композиций полимеров и при различных значениях продольной и поперечной вытяжек (образцы 1-4, пример 1; образцы 10-13, пример 3,\* образцы 19-20, пример 5).

При кратности поперечной вытяжки менее 1,5 (образцы 6, 15, 22) положительный эффект многоосной ориентации волокон и растяжения оболочки пленки сказывается не значительно (в сравнении с образцами 7, 16, 23 соответственно).

При увеличении соотношения между поперечной и продольной вытяжкой более 0,6 (образцы 5, 14, 21) происходит значительное снижение эффективности фильтрации мелких частиц, что объясняется, очевидно,

появлением "просветов" в волокнистом слое. Это можно компенсировать многослойностью фильтрующего материала или (учитывая высокую проницаемость) эффективно использовать такой материал для фильтрации более крупных частиц.

По сравнению со способом по прототипу (образцы 8,17,24), фильтрующий материал по заявляемому способу может быть получен малоотходным и экономичным промышленным способом в непрерывном режиме с возможностью дальнейшей переработки в готовые изделия с высокой поверхностью фильтрации (пример 7).

Поперечная вытяжка композиционной пленки после охлаждения не дает положительного результата (образцы 9 и 18). В процессе вытяжки такой пленки происходит расслаивание волокнистого материала в пленке и нарушение однородности фильтрующего материала после экстракции матричного полимера. Эти процессы усиливаются при увеличении содержания в композиции расплава волокнообразующего полимера.

Из двух слоев пленки (образец 26) по заявляемому способу можно получить гофрированный фильтрующий материал, по производительности на порядок превосходящий однослойный (при одинаковой эффективности фильтрации), полученный по плоскощелевому методу (образец 27).

Двухосноориентированная непрерывная пленка толщиной от 50 до 200 микрон обладает достаточной эластичностью, термической памятью и прочностью по всем направлениям в плоскости полотна, что позволяет гофрировать несколько ее слоев, уложенных между опорными также легкогофрируемыми подложками, не опасаясь разрушения микрофибриллярного слоя, т. к.

последний защищен окружающей его матрицей.

В зависимости от назначения фильтрующей установки, длина ленты в гофропакете может достигать десятков и сотен метров. Учитывая тот факт, что экструзионно-раздувочным способом на существующем оборудовании можно получить пленочный рукав

шириной до 24 метров (т. е. после односторонней разрезки рукава ширина пленки станет равной 48 м) и неограниченной длины, заявляемый способ может позволить экономично производить гофропакеты для нового поколения высокопроизводительных фильтрующих установок, решающих принципиально новые технологические и экологические задачи.

Таблица 1

Способ получения пленки	Толщина композиционной пленки ( $H_{кп}$ ), мкм	Толщина "оболочки" (двухсторонней), ( $H_{об}$ ), мкм	$H_{об}/H_{кп}$
Плоскощелевой	110	24	0,22
То же	150	30	0,20
– " –	200	44	0,22
– " –	350	70	0,20

Таблица 2

Полимеры	Температура плавл., °C	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Показатель текучести расплава, (*) г/10 мин (Т, °C; F, н)	(**) $\eta_n \cdot 10^{-2}$ , Па · с (Т, °C)	(***) $\eta_n \cdot 10^{-2}$ , Па · с (Т, °C)
Волокнообразующие полимеры					
Полиэтилен высокой плотности (ПЭВП)	134	0,95	6,82 (190; 49,05)	$7,80 \cdot 10$ (250)	$9,8 \cdot 10^{-1}$ (250)
Полипропилен (ПП)	170	0,925	2,0 (230; 21,19)	$4,74 \cdot 10$ (250)	1,15 (250)
Сополимер формальдегида с диоксолоном (СФД)	171	1,45	13,0 (190; 21,19)	6,30 (200)	2,58 (200)
Матричные полимеры					
Полиамид 6/66 (ПА 6/66)	154	1,08	15,0 (235; 21,19)	$3,55 \cdot 10$ (180)	3,0 (180)
Сополимер этилена и винилацетата (СЭВА)	65	0,95	9,8 (190; 21,19)	7,5 (200)	3,8 (200)

(\*) – испытание по ГОСТ 11645-73 при температуре Т и нагрузке F.

(\*\*) – ньютоновская вязкость при температуре Т.

(\*\*\*) – эффективная вязкость при температуре Т.

Таблица 3

№ образца	Соотношение полимеров в смеси ПП:ПА 6/66, мас. %	Кратность поперечной вытяжки, отн.ед.	Кратность продольной вытяжки, отн.ед.	Соотношение поперечной и продольной вытяжки, отн.ед.	Удельная водопроницаемость, (P = 0,5 атм), мл/мин·см <sup>2</sup>	Коэффициент отсева из воздуха по частицам 0,5 мкм, отн.ед.	Коэффициент отсева из воды по частицам 0,3–5 мкм, отн.ед.
1	20:80	1,5	5,0	0,3	11,8	0,999	0,95
2	20:80	2,0	5,0	0,4	12,0	0,999	0,95
3	20:80	2,5	5,0	0,5	12,2	0,999	0,95
4	20:80	3,0	5,0	0,6	12,0	0,998	0,93
5	20:80	4,0	5,0	0,8	16,0	0,992	0,80
6	20:80	1,2	5,0	0,26	4,3	0,999	0,95
7 сравн.	20:80	без вытяжки	5,0	–	1,0	0,999	0,94
8 прототип	20:80	без вытяжки	5,0	–	11,5	0,994	0,70
		(горячее прессование 2-х слоев под углом 90° после охлаждения пленки)					
9 сравн.	20:80	1,5 (вытяжка после охлаждения пленки)	5,0	0,4	Испытания не проводились по причине многочисленных дефектов пленки		



Таблица 4

№ образца	Соотношение полимеров в смеси ПЭВП: :СЭВА, мас. %	Кратность поперечной вытяжки, отн.ед.	Кратность продольной вытяжки, отн.ед.	Соотношение поперечной и продольной вытяжки, отн.ед.	Удельная водопроницаемость, (P = =0,5 атм), мл/мин·см <sup>2</sup>	Коэффициент отсева из воздуха по частицам 0,5 мкм, отн.ед.	Коэффициент отсева из воды по частицам 0,3–5 мкм, отн.ед.
10	10:90	1,5	7,0	0,21	15,8	0,998	0,80
11	10:90	2,0	7,0	0,29	16,1	0,999	0,80
12	10:90	2,5	7,0	0,36	16,4	0,999	0,80
13	10:90	4,0	7,0	0,57	16,0	0,998	0,74
14	10:90	5,0	7,0	0,71	19,7	0,995	0,70
15	10:90	1,2	7,0	0,17	5,3	0,999	0,80
16	10:90	без вытяжки	7,0	–	1,5	0,999	0,78
сравн.							
17	10:90	без вытяжки	7,0	–	16,0	0,970	0,60
прототип							
		(горячее прессование 2-х слоев под углом 90° после охлаждения пленки)					
18	10:90	1,5 (вытяжка после охлаждения пленки)	7,0	0,21	Испытания не проводились по причине низкой механической прочности фильтрующего материала		
сравн.							

Таблица 5

№ образца	Соотношение полимеров в смеси СФА : ПА 6/66, мас. %	Кратность поперечной вытяжки, отн.ед.	Кратность продольной вытяжки, отн.ед.	Соотношение поперечной и продольной вытяжки, отн.ед.	Удельная водопроницаемость, ( $P = 0,5$ атм), мл/мин·см <sup>2</sup>	Коэффициент отсева из воздуха по частицам 0,5 мкм, отн.ед.	Коэффициент отсева из воды по частицам 0,3–5 мкм, отн.ед.
19	40:60	1,5	3,0	0,50	5,0	0,95	0,90
20	40:60	1,7	3,0	0,57	5,1	0,95	0,91
21	40:60	2,0	3,0	0,67	7,0	0,90	0,65
22	40:60	1,2	3,0	0,4	4,2	0,93	0,88
23	40:60	без вытяжки	3,0	–	0,35	0,95	0,80
сравн.							
24	40:60	без вытяжки	3,0	–	5,0	0,88	0,53
прототип							
		(горячее прессование 2-х слоев под углом 90° после охлаждения пленки)					

Таблица 6

№ образца	Количество слоев фильтрующего материала в гофропакете, шт.	Удельная водопроницаемость, ( $P = 0,5$ атм), мл/мин·см <sup>2</sup>	Коэффициент отсева из воздуха по частицам 0,5 мкм, отн.ед.	Коэффициент отсева из воды по частицам 0,3–5 мкм, отн.ед.	Начальная водопроницаемость гофропакета площадью 0,5 м <sup>2</sup> при $P = 0,5$ атм, л/ч
25	1	118,0	0,993	0,90	35400
26	2	12,2	0,999	0,95	3660
27	1	1,21	0,992	0,91	363
сравн.					