

Изобретение относится к способу изготовления фильтрующих элементов на основе полимеров, в т.ч. фторопласта-4, различных конфигураций и многослойных с различными структурными характеристиками (различной тонкости очистки) каждого слоя, в т.ч. длинномерных трубчатой формы, где требуется очистка, в т.ч. газов и жидкостей, в т.ч. и агрессивных, применяемых в электронной технологии, химии, медицине, фармакологии, газодобыче и других областях народного хозяйства.

Наиболее близким по технической сущности к изобретению является способ изготовления фильтрующих элементов, например, цилиндрических пористых изделий на основе фторопласта-4, включающий приготовление смеси порошка фторопласта-4 с недиспергированным или предварительно диспергированным до определенного размера частиц твердым порообразователем, прессование полученной смеси на прессах, спекание спрессованных заготовок, удаление порообразователя растворением и сушку изделия.

Фильтрующие элементы на основе фторопласта-4 изготавливаются в виде дисков, колец, цилиндров (труб) и других конфигураций с различными диаметральными размерами и высотой не более 250 мм.

К недостаткам этого способа можно отнести невозможность изготовления качественных длинномерных фильтроэлементов (высота более 250 мм). Фильтроэлементы, изготовленные по данному способу имеют пониженные эксплуатационные и физико-механические характеристики.

Данные недостатки обусловлены тем, что при прессовании заготовок на гидравлических прессах прилагаемое давление плохо передается по прессуемой массе композиционной смеси, уменьшается по длине заготовки за счет трения частиц полимера и порообразователя о стенки матрицы пресс-формы. Это обуславливает возникновение градиента плотности по высоте прессуемой заготовки. Градиент плотности тем больше, чем больше высота засыпаемого порошка и, соответственно с этим, длина получаемой заготовки. Такой же характер градиента плотности сохраняется и в спеченных заготовках, а это вызывает анизотропию структурных свойств (пористости, геометрических размеров пор и др.) готовых фильтроэлементов. Это существенно снижает их фильтровальные и физико-механические характеристики.

Задачей изобретения является усовершенствование способа изготовления фильтрующих элементов на основе полимеров, в т.ч. фторопласта-4, в котором оптимально сочетаются технологические операции и режимы их проведения, чем достигается улучшение эксплуатационных, структурных, фильтрационных и физико-механических характеристик изготавливаемых фильтроэлементов.

Данная техническая задача решена тем, что в способе изготовления фильтрующих элементов на основе полимеров, например, фторопласта-4, включающем подготовку дисперсных компонентов полимера и порообразователя, смешение компонентов, прессование заготовок, их спекание, удаление растворимого порообразователя, сушку фильтрующего элемента, после прессования заготовки соосно стыкуют торцевыми поверхностями в вертикальную батарею и подвергают термообработке при ограничении возможности термического увеличения высоты батареи на 6-10%.

Осуществление способа изготовления фильтрующих материалов, например, на основе фторопласта-4 состоит из следующих операций.

1. Подготовка порошкообразного фторопласта-4.

Операция заключается в просеве фторопласта-4 в состоянии поставки через сита (размер ячеек 500 мкм). При этом полимер переходит в дисперсное состояние, от него отделяются скомковавшиеся частицы, что необходимо для получения высококачественного фильтрующего материала с равномерной поровой структурой.

2. Подготовка порообразователя. Порообразователь (хлористый натрий, х/ч, ГОСТ 4233-77) неизмельченный или после измельчения в шаровой мельнице просеивают через сито. Время измельчения порообразователя и размер ячеек сита выбирают в зависимости от требуемой дисперсности порообразователя, обеспечивающей изготовление фильтроэлементов с заданной тонкостью очистки.

3. Смешение компонентов композиционной смеси.

Компоненты композиционной смеси (полимер и порообразователь) взятые в определенном массовом соотношении (60-75% массовая доля порообразователя в композиционной смеси) тщательно перемешивают в смесителе или с помощью любого оборудования смесительного действия.

4. Прессование заготовок фильтроэлементов.

Заготовки фильтроэлементов (высотой не более 200 мм) получают путем двухстороннего осевого компрессионного прессования навески композиционной смеси в пресс-форме с плавающей матрицей при удельном давлении прессования 100-150 мПа.

5. Спекание заготовок фильтроэлементов.

Заготовки фильтроэлементов соосно стыкуют торцевыми поверхностями в вертикальную батарею, которая устанавливается в устройство, обеспечивающее ограниченное по высоте батареи пространство, с начальным зазором между верхним торцом батареи и ограничителем устройства, равным 6-10% от суммарной длины заготовки. Приспособление с заготовками помещается в электропечь, которую нагревают со скоростью 40-50°С/ч до $(360 \pm 5)^\circ\text{C}$ с последующей выдержкой при этой температуре в течение 1 ч на 3 мм толщины стенки заготовки. Спеченные заготовки охлаждают вместе с печью со скоростью 30-50°С/ч.

При спекании заготовок происходят следующие процессы. При нагреве заготовок в результате термического расширения полимера и порообразователя уменьшается зазор между верхним торцом батареи и плоским ограничителем приспособления. При температуре 342°С (температура плавления кристаллов фторопласта-4) происходит увеличение объема полимера на 25%. В результате увеличения высоты (длины) батареи верхний ее конец упирается в плоский ограничитель, а последующее расширение приводит к возникновению осевого усилия, способствующего диффузионному соединению торцевых соприкасающихся поверхностей заготовок в монолитную заготовку фильтроэлемента.

6. Удаление порообразующего вещества.

Монолитную охлажденную заготовку погружают в емкость с проточной (лучше подогретой) водой, где в течение 1-2 суток производится удаление водорастворимого порообразователя.

7. Сушка готового фильтроэлемента.

Готовые фильтроэлементы сушат в электрических шкафах при температуре 110-150°C в течение 3-5 ч и более в зависимости от толщины изделия. Сушку ускоряют потоком подогретого, желательного, очищенного воздуха.

Оптимальный диапазон значений зазора, ограничивающего возможность осевого термического расширения батареи в процессе ее спекания, был определен экспериментально из условий одновременного обеспечения максимальной однородности структуры по высоте фильтроэлемента, минимальных искажений формы фильтроэлемента при удовлетворительной прочности соединения (сращивания) заготовок.

Оценка этих параметров была проведена с помощью обобщенных коэффициентов качества готового фильтроэлемента:

K_1 - коэффициента неравномерности размеров поровых каналов по высоте фильтроэлемента;

K_2 - коэффициента искажения формы фильтроэлемента;

K_3 - коэффициента относительной прочности имеет соединения при растяжении фильтроэлемента.

Для определения коэффициента K_1 готовый фильтроэлемент разрезался перпендикулярно оси в пределах размеров заготовок на пять равных частей. В каждой из частей методом "первого пузырька" определялся размер пор. При этом

$$K_1 = \frac{\sum_{j=1}^n 5d_{\max j} / \sum_{i=1}^5 d_{ij}}{n},$$

где $d_{\max j}$ - наибольшее значение максимального размера пор части фильтроэлемента, j - той заготовки;

d_{ij} - максимальный размер пор i -той части j -той заготовки;

n - количество заготовок, из которых состоит готовый фильтроэлемент.

Искажение формы готового фильтроэлемента ("бочкообразность" и искажение оси) рассчитывалось по формуле

$$K_2 = \frac{R_{\text{осн}} + \delta}{R_{\text{осн}}},$$

где $R_{\text{осн}}$ - радиус торцевых поверхностей фильтроэлементов;

δ - приращение радиального размера фильтроэлемента в месте максимального искажения цилиндрической формы.

Коэффициент K_3 определяется из соотношения

$$K_3 = \frac{\delta_c}{\delta_o}.$$

где δ_c - временное сопротивление мест соединения заготовок;

δ_o - временное сопротивление основного фильтрующего материала.

Пример 1. Пористый фильтрующий элемент, например, трубчатой формы длиной 590 мм изготавливают из четырех цилиндрических заготовок (наружный диаметр 75 мм, внутренний диаметр 49 мм, высота 150 мм).

Заготовки фильтроэлементов соосно стыкуются торцевыми поверхностями в вертикальную батарею, которая устанавливается в устройство. Устройство для спекания заготовок представляет собой две, расположенные параллельно друг другу плоские плиты, связанные между собой шпильками, позволяющими производить регулировку расстояния между плитами. Батарея заготовок устанавливается между плитами устройства нижним торцом на нижнюю плиту и регулировкой устанавливается зазор между верхним торцом батареи и верхней плитой.

Зависимость коэффициентов качества готовых фильтров от величины зазора приведены в табл.1.

Из анализа экспериментальных данных следует, что при зазоре меньшем 8% от длины батареи происходит существенное искажение формы фильтроэлемента ($K_2 > 1$), при зазоре большем 10% сохраняется значительная недостаточность структуры фильтрующего материала ($K_1 > 1$) и снижается прочность мест соединения заготовок ($K_3 < 1$). Таким образом, оптимальным является зазор 6-10% от длины батареи (K_1 , K_2 , K_3 наиболее близки к 1).

Пример 2. Трубчатые пористые фильтрующие элементы с толщиной фильтрования 1 мкм изготавливают из заготовок различной длины, с зазором 8% от батареи.

Характеристики получаемых фильтроэлементов приведены в табл.2.

Экспериментальные данные показывают, что при длине заготовки большей 200 мм, даже при соблюдении условия максимального зазора, сохраняется значительная неравномерность размеров поровых каналов, что существенно сказывается на фильтрационных свойствах фильтроэлементов.

Пример 3. Трубчатые пористые фильтрующие элементы с различной толщиной фильтрования изготавливают из двух заготовок длиной 200 мм, с зазором 8% от длины батареи.

Сравнительная характеристика фильтроэлементов по описанному способу и заготовок (фильтроэлементов по прототипу) приведены в табл.3.

Анализ данных, приведенных в табл.3, свидетельствует о существенном улучшении фильтрационных и физико-механических характеристик фильтроэлементов, изготовленных данным способом, в сравнении с фильтроэлементами по прототипу.

Этот способ изготовления трубчатых пористых фильтрующих элементов на основе полимеров позволяет получить длинномерные фильтроэлементы с развитой фильтрующей поверхностью и улучшенными фильтрационными, эксплуатационными, физико-механическими и другими характеристиками, а также цилиндры с фасонными наконечниками и фильтропатроны (фильтроэлементы в виде стаканов с фасонными наконечниками из компактного полимера или фланцами из пористого либо компактного полимера), многослойные (различная толщина очистки в каждом слое). Таким же способом увеличивают высоту изделия типа "диск", "кольцо", возможно присоединение боковых деталей из композиционного материала или

компактного полимера. Каждый конкретный вариант будет отличаться формой ограничивающего устройства и процентом ограничения высоты в зависимости от природы полимера. С помощью указанных изделий можно эффективно фильтровать большие расходы жидкостей и газов, в т.ч. высокоагрессивных, при использовании фторопласта-4, когда недопустимо применение каких-либо герметиков для склеивания фильтроэлементов ввиду их ограниченной в сравнении с фторопластом-4 химической стойкости.

Т а б л и ц а 1

| | | | | | | | | |
|----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Зазор, мм | 0 | 12 | 24 | 36 | 48 | 50 | 62 | 74 |
| Зазор в % от длины батареи | 0 | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 | 12 | 14 |
| K ₁ | 1,01 | 1,01 | 1,02 | 1,02 | 1,03 | 1,04 | 1,08 | 1,14 |
| K ₂ | 1,23 | 1,12 | 1,06 | 1,03 | 1,02 | 1,01 | 1,01 | 1,01 |
| K ₃ | 0,91 | 0,94 | 0,95 | 0,97 | 0,98 | 0,97 | 0,90 | 0,74 |

Т а б л и ц а 2

| | | | | | |
|------------------------------------|------|------|------|------|------|
| Длина батареи, мм | 100 | 150 | 200 | 250 | 300 |
| Количество заготовок в батарее, шт | 6 | 4 | 3 | 2 | 2 |
| Длина готового фильтроэлемента, мм | 590 | 588 | 586 | 483 | 578 |
| K ₁ | 1,02 | 1,03 | 1,05 | 1,10 | 1,21 |

Т а б л и ц а 3

| | | | | |
|--|----------------|------|------|------|
| Точность фильтрации, мкм | Заготовка | 20 | 5 | 1 |
| | Фильтроэлемент | 15 | 3 | 0,8 |
| Временное сопротивление, МПа | Заготовка | 0,52 | 0,6 | 1,05 |
| | Фильтроэлемент | 0,59 | 0,69 | 1,25 |
| Относительное удлинение при разрыве, % | Заготовка | 14 | 15 | 22 |
| | Фильтроэлемент | 15 | 17 | 26 |