



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2017 00905

(22) Data de depozit: 07/11/2017

(41) Data publicării cererii:
30/05/2019 BOPI nr. 5/2019

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU INGINERIE
ELECTRICĂ ICPE - CA, SPLAIUL UNIRII
NR.313, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• BANCUI CRISTINA ANTONELA,
STR. BALTAGULUI NR. 7E, ET. 1, AP. 3,
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;

• BĂRA ADELA, BD. TIMIȘOARA NR. 17A,
BL. 106A, SC. A, ET. 6, AP. 23, SECTOR 6,
TIMIȘOARA, TM, RO;
• CHIȚANU ELENA, STR. TRIVALE NR.27,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
• MARINESCU VIRGIL EMANUEL,
CALEA CĂLĂRAȘI NR.94, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) MEMBRANĂ ELECTROFILATĂ MULTISTRAT ȘI PROCEDEU
DE OBTINERE A ACESTEIA

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o membrană multistrat pentru procese de filtrare a apei și la un procedeu de obținere a acesteia. Membrana, conform invenției, este alcătuită din trei straturi succesive: un substrat textil din tifon cu rol de suport mecanic, un strat din fibre electrofilate de polistiren expandat și un strat superior hidrofil din fibre electrofilate din poliacrilonitril, având aria suprafeței specifice BET de 20...50 m²/g, dimensiunea porilor de 3...9 μm, o rezistență mecanică la rupere prin tracțiune de 1...5 MPa și un modul de elasticitate de 0,4...0,18 GPa. Procedeu, conform invenției, constă în

prepararea soluțiilor polimerice din polistiren expandat și poliacrilonitril în dimetilformamidă, electrofilarea soluțiilor preparate și uscarea membranei electrofilate multistrat rezultată, la temperatura camerei, sub ventilație, timp de 4...6 h.

Revendicări: 2
Figuri: 2



Membrană electrofilată multistrat și procedeu de obținere a acesteia

Invenția se referă la o membrană electrofilată multistrat, destinată proceselor de filtrare a apei, și la procedeu de obținere a acesteia.

Se cunoaște faptul că, electrofilarea este un proces de obținere a membranelor netesute constituite din fibre cu diametre de dimensiuni nanometrice și submicronice. Aceste membrane au porozitate ridicată cu pori interconectați, au suprafața specifică mare și pori de mici dimensiuni [1], aceste caracteristici făcându-le adecvate pentru utilizarea în procesele de filtrare [2].

Sunt cunoscuți o serie de polimeri care se utilizează în procesul de electrofilare, precum: poliacrilonitril, polistiren, polimetil metacrilat, policlorură de vinil, poliamidă, polietilen tereftalat, alcool polivinilic, polieterimidă, polietilen glicol, acetat de celuloză, polietilenă, polipropilenă, etc. [3-6].

Granulele de polistiren au fost studiate ca posibil element filtrant în tratarea apelor. În plus, o membrană superhidrofobă din nanofibre de polistiren a fost electrofilată, aceasta având o eficiență ridicată de separare a emulsiilor ulei-apă [7].

Polistirenul expandat este utilizat de obicei pentru izolare și împachetare. Reciclarea deșeurilor de polistiren expandat într-o membrană electrofilată cu aplicații în filtrare poate fi utilă din punct de vedere economic [8], dar și din punct de vedere al protecției mediului înconjurător.

Membranele de ultrafiltrare convenționale sunt bazate pe structuri compozite multistrat [9, 10], incluzând o membrană poroasă asimetrică pentru funcția de filtrare și un suport netesut (diametrul fibrelor submicronic) pentru a oferi integritate structurală și rezistență mecanică. A fost propus și un concept de fabricare a membranelor de ultrafiltrare cu flux ridicat, care implică folosirea membranei de nanofibre electrofilată pentru a înlocui membrana poroasă asimetrică [10]. Sistemul constă dintr-o structură compozită cu trei niveluri: stratului superior neporos hidrofil dintr-o acoperire de chitosan, o membrană electrofilată de nanofibre PAN ca strat intermediar și o microfibră netesută convențională de poliester ca substrat de suport.

Brevetul US 9220998 B2 prezintă un mediu filtrant pentru filtrarea lichidelor utilizând o membrană nanofibroasă electrofilată multistrat obținută prin electrofilare cu aer. Polimerii utilizați în invenție sunt următorii: poliesteri aromatici, polifosfazene, poliuretani, acetat de celuloză, conținutul polimerului în soluția de electrofilat fiind între 5 și 22,5% masic.

Brevetul US 2010/0307119 A1 prezintă o metodă de obținere a unui filtru de nanofibre multistrat prin depunerea de nanofibre pe o față sau pe ambele fețe ale unui substrat, urmată de un al doilea pas de împachetare sub forma unei serpentine a mediului filtrant compozit. Nanofibrele sunt obținute prin electrofilare dintr-o soluție polimerică sau din topituri ale diverșilor polimeri precum: poliolefine, poliacetali, poliamide, poliesteri, eteri și esteri de celuloză, polialchilensulfide, poliarilenoxizi, polisulfone, nailon, polistiren, poliacrilonitril, policarbonat și amestecuri ale acestora.

Brevetul WO 2013158028 A1 un mediu de filtrare multistrat pentru detoxifierea contaminanților chimici și dezinfectia contaminanților biologici. Mediul filtrant include două straturi dezinfectante de nanofibre și unul de detoxifiere dispus între cele două straturi dezinfectante. Mediul de filtrare este încărcat cu un conținut ridicat de material detoxifiant care poate asigura o eficiență de detoxifiere de aproximativ 95%. Mediul filtrant poate include și substanțe medicinale pentru aplicații medicale și un senzor pentru indicarea timpului de viață al mediului filtrant.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este realizarea unei membrane electrofilate multistrat, care este alcătuită din trei straturi succesive după cum

urmează: un substrat textil din tifon cu rol de suport mecanic, un strat format din fibre electrofilate din polistiren expandat și un strat superior hidrofil format din fibre electrofilate din poliacrilonitril.

Membrana electrofilată multistrat, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate mai sus, prin aceea că aceasta este alcătuită dintr-un substrat de tifon pe care este depus un strat de fibre electrofilate obținute din deșeuri de polistiren expandat provenit din construcții și un strat superior din fibre electrofilate din poliacrilonitril pentru îmbunătățirea umectabilității membranei, membrana electrofilată multistrat obținută având caracteristicile: aria suprafeței specifice BET de 20...50 m²/g, dimensiunea porilor de 3...9 μm, permeabilitatea la apă de 2100...2700 l/m²·h·bar, rezistența mecanică la rupere prin tracțiune de 1...5 MPa, modulul de elasticitate de 0,04...0,18 GPa, un unghi de contact cu apa al stratului superior de 15...35°, diametrul fibrelor din stratul de polistiren expandat electrofilat de 400...900 nm și diametrul fibrelor din stratul de poliacrilonitril electrofilat de 200...600 nm.

Membrana electrofilată multistrat, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- membrana electrofilată este flexibilă și poate fi obținută în diverse forme și dimensiuni;
- membrana electrofilată are porozitate deschisă și o suprafață specifică mare;
- stratul membranei alcătuit din fibre polistiren expandat este obținut prin reciclarea unui deșeu, acest lucru având un impact pozitiv din punct de vedere economic și al protejării mediului;
- stratul superior din fibre de poliacrilonitril asigură o creștere a umectabilității membranei;
- substratul textil din tifon utilizat este ieftin, ușor de procurat și asigură rezistența mecanică a membranei.

În continuare se prezintă un exemplu de procedeu de obținere a unei membrane electrofilate multistrat, conform invenției, alcătuită dintr-un substrat de tifon pe care este depus un strat de fibre electrofilate obținute din deșeuri de polistiren expandat provenit din construcții și un strat superior din fibre electrofilate din poliacrilonitril, membrană care se prezintă ca un nețesut, în legătura și cu figura 1 și figura 2 care reprezintă:

- figura 1 – imaginea SEM a stratului superior al membranei multistrat alcătuit din fibre de poliacrilonitril electrofilate;
- figura 2 – imaginea SEM a membranei electrofilate multistrat.

Pentru obținerea membranei electrofilate multistrat, conform invenției, se utilizează următoarele materii prime: polistiren expandat rezultat ca deșeu din construcții fără a fi purificat înainte de utilizare, fibre de poliacrilonitril (densitate liniară nominală 1,32 dtex, 6000 de filamente) și dimetilformamidă (densitate 0,94 g/cm³, puritate >99,8%).

Procedeu de obținere a unei membrane electrofilate multistrat cuprinde următoarele etape: prepararea soluțiilor polimerice din polistiren expandat și poliacrilonitril în dimetilformamidă, electrofilarea soluției polimerice din polistiren expandat, electrofilarea soluției polimerice din poliacrilonitril și uscarea membranei electrofilate obținute.

Polistirenul expandat este mărunțit, după care este dizolvat în dimetilformamidă în proporție de 15...20% în greutate prin agitare magnetică timp de 30 minute la temperatura camerei de ~25°C și o turație de 420 rotații/minut. Se obține o soluție vâscoasă transparentă. Imediat după omogenizarea soluției, aceasta este introdusă într-o seringă pentru a fi utilizată în procesul de electrofilare.

Electrofilarea soluției obținute prin dizolvarea polistirenului expandat în dimetilformamidă se face într-o instalație de electrofilare în următoarele condiții: temperatura în interiorul incintei de lucru de $\sim 35^{\circ}\text{C}$, tensiunea aplicată de 18 kV, debitul de livrare al soluției de 1,5...2 ml/h, distanța față de placa colectoare de 20 cm, timpul de depunere a fibrelor electrofilate de 240 minute. Fibrele de polistiren se depun pe un substrat textil de tifon cu rol de suport mecanic pentru membrana obținută.

Fibrele de poliacrilonitril sunt mărunțite, după care sunt dizolvate în dimetilformamidă în proporție de 15...20% în greutate prin agitare magnetică timp de 40 minute la temperatura de 50...55°C și o turație de 420 rotații/minut. Se obține o soluție vâscoasă transparentă. Imediat după omogenizarea soluției, aceasta este introdusă într-o seringă pentru a fi utilizată în procesul de electrofilare.

Electrofilarea soluției obținute prin dizolvarea fibrelor de poliacrilonitril în dimetilformamidă se face într-o instalație de electrofilare în următoarele condiții: temperatura în interiorul incintei de lucru de $\sim 35^{\circ}\text{C}$, tensiunea aplicată de 18 kV, debitul de livrare al soluției de 1,5...2 ml/h, distanța față de placa colectoare de 20 cm, timpul de depunere a fibrelor electrofilate de 120 minute. Fibrele de poliacrilonitril se depun peste stratul de fibre de polistiren depuse anterior.

Uscarea membranei electrofilate multistrat, conform invenției, se face în interiorul instalației de electrofilare la temperatura camerei de $\sim 25^{\circ}\text{C}$, sub ventilație, timp de 4...6 ore.

După uscare se obține o membrană electrofilată multistrat cu aria suprafeței specifice BET de 20...50 m^2/g , dimensiunea porilor de 3...9 μm , permeabilitatea la apă de 2100...2700 $\text{l}/\text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{bar}$, rezistența mecanică la rupere prin tracțiune de 1...5 MPa, modulul de elasticitate de 0,04...0,18 GPa, un unghi de contact cu apa al stratului superior de 15...35°, diametrul fibrelor din stratul de polistiren expandat electrofilat de 400...900 nm și diametrul fibrelor din stratul de poliacrilonitril electrofilat de 200...600 nm.

REVENDICARE

1. Membrană electrofilată multistrat, destinată proceselor de filtrare a apei, caracterizată prin aceea că, este alcătuită dintr-un substrat de tifon pe care este depus un strat de fibre electrofilate obținute din deșeuri de polistiren expandat provenit din construcții și un strat superior din fibre electrofilate din poliacrilonitril pentru îmbunătățirea umectabilității membranei, membrană care se prezintă ca un neșut, produsul final având, în funcție de parametrii de procesare, aria suprafeței specifice BET de 20...50 m²/g, dimensiunea porilor de 3...9 μm, permeabilitatea la apă de 2100...2700 l/m²·h·bar, rezistența mecanică la rupere prin tracțiune de 1...5 MPa, modulul de elasticitate de 0,04...0,18 GPa, un unghi de contact cu apa al stratului superior de 15...35°, diametrul fibrelor din stratul de polistiren expandat electrofilat de 400...900 nm și diametrul fibrelor din stratul de poliacrilonitril electrofilat de 200...600 nm.

2. Procedeu de obținere a membranei electrofilate multistrat, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că se utilizează ca materii prime polistiren expandat rezultat ca deșeu din construcții fără a fi purificat înainte de utilizare, fibre de poliacrilonitril și dimetilformamidă, produsul final se obține prin dizolvarea polistirenului expandat în dimetilformamidă în proporție de 15...20% în greutate prin agitare magnetică timp de 30 minute la temperatura camerei de ~25°C și o turație de 420 rotații/minut până la dizolvare, soluția obținută se electrofilează imediat într-o instalație de electrofilare în următoarele condiții: temperatura în interiorul incintei de lucru de ~35°C, tensiunea aplicată de 18 kV, debitul de livrare al soluției de 1,5...2 ml/h, distanța față de placa colectoare de 20 cm, timpul de depunere a fibrelor electrofilate de 240 minute, fibrele de polistiren se depun pe un substrat textil de tifon cu rol de suport mecanic, fibrele de poliacrilonitril se dizolvă în dimetilformamidă în proporție de 15...20% în greutate prin agitare magnetică timp de 40 minute la temperatura de 50...55°C și o turație de 420 rotații/minut, soluția obținută se electrofilează imediat într-o instalație de electrofilare în următoarele condiții: temperatura în interiorul incintei de lucru de ~35°C, tensiunea aplicată de 18 kV, debitul de livrare al soluției de 1,5...2 ml/h, distanța față de placa colectoare de 20 cm, timpul de depunere a fibrelor electrofilate de 120 minute, fibrele de poliacrilonitril se depun peste stratul de fibre de polistiren depuse anterior și uscarea membranei electrofilate la temperatura camerei de ~25°C, sub ventilație, timp de 4...6 ore.

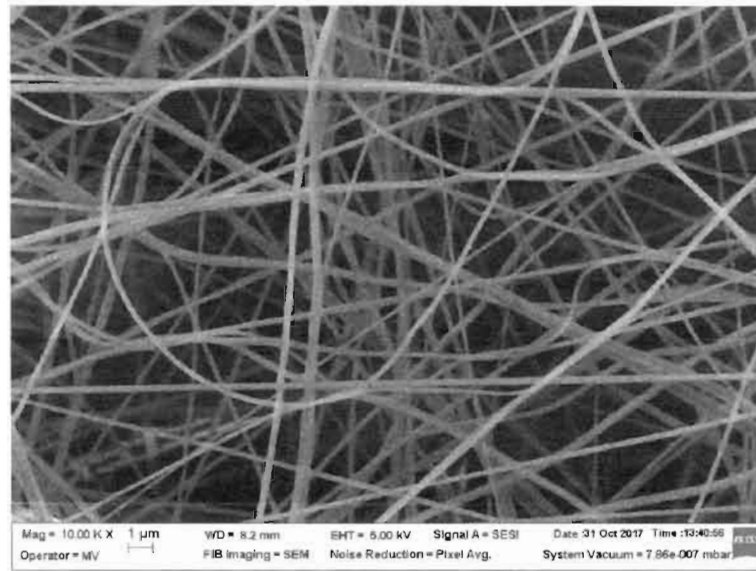


Figura 1.

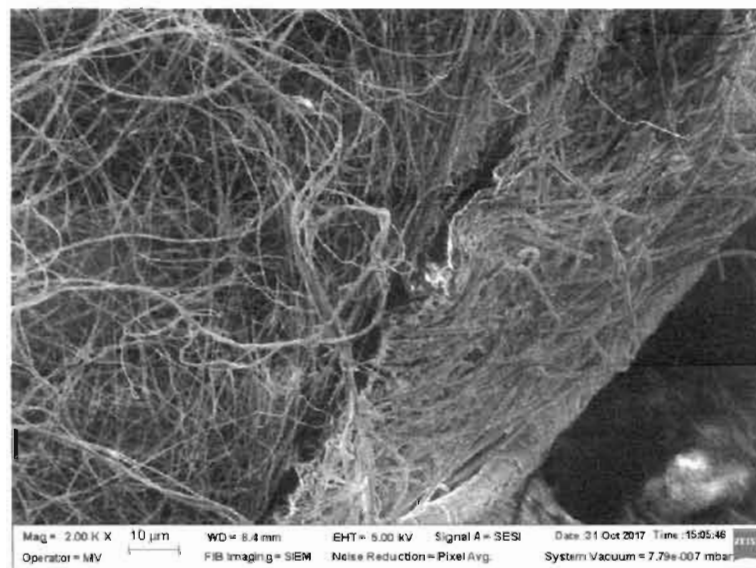


Figura 2.