

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **208598**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **378871**

(51) Int.Cl.
B01D 39/16 (2006.01)
C08J 7/18 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **02.02.2006**

(54)

Sposób modyfikacji włókien filtracyjnych

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

06.08.2007 BUP 16/07

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

31.05.2011 WUP 05/11

(73) Uprawniony z patentu:

**CENTRALNY INSTYTUT OCHRONY PRACY
PAŃSTWOWY INSTYTUT BADAWCZY,
Warszawa, PL
POLITECHNIKA ŁÓDZKA, Łódź, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**AGNIESZKA BROCHOCKA, Łódź, PL
KATARZYNA MAJCHRZYCKA,
Dobra Nowiny, PL
WIESŁAWA URBANIAK-DOMAGAŁA, Łódź, PL
HIERONIM SZYMANOWSKI, Łódź, PL
HENRYK WRZOSEK, Łódź, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Joanna Bocheńska

PL 208598 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób modyfikacji włókien filtracyjnych będących podstawowym materiałem konstrukcyjnym filtrujących ochron indywidualnych.

Zanieczyszczenie powietrza w środowisku pracy i życia w postaci aerozoli ze stałą (pyły, dymy) i ciekłą (mgły) fazą rozproszenia stwarza poważne zagrożenia dla zdrowia, w szczególności przewlekłe schorzenia układu oddechowego. Z tego powodu podejmowane są działania profilaktyczne związane, między innymi, ze stosowaniem filtrujących ochron indywidualnych.

Podstawowym materiałem konstrukcyjnym tego typu ochron są włókniiny filtracyjne, charakteryzujące się zdolnością zatrzymywania w swojej strukturze cząstek aerozoli. Charakteryzują się one określonymi własnościami fizykochemicznymi surowców, z których są wytwarzane pojedyncze włókna, jak i sposobem ich upakowania.

Materiałem powszechnie używanym do filtracji w sprzęcie ochrony układu oddechowego są włókniiny wytwarzane systemem pneumatycznego formowania runa z polimerów poliolefinowych. Metoda ta powszechnie zwana jest melt-blown. W tego typu włókninach struktura tworzonych włókien, stopień wypełnienia włóknami przestrzeni włókniny, parametry metrologiczne włókien i włókniiny są czynnikami, wpływającymi na opory przepływu i skuteczność filtracji cząstek aerozoli obecnych w przepływającym gazie nośnym. Zwiększanie skuteczności filtrów włókninowych dotychczas realizowano na drodze modyfikowania wyżej wymienionych czynników lub metodą wprowadzania ładunków elektrostatycznych na drodze wyładowań koronowych (tworzenia włóknistych struktur elektretowych).

Najnowsze prace badawcze prowadzone w Centralnym Instytucie Ochrony Pracy - Państwowym Instytucie Badawczym i w Katedrze Fizyki Włókna Wydziału Inżynierii i Marketingu Tekstyliów Politechniki Łódzkiej wykazały, że sposób depozycji cząstek aerozoli na włóknach bardzo silnie zależy od powierzchni i grubości włókien elementarnych tworzących włókninę filtracyjną. Stanowiło to przyczynę podjęcia prac nad zmianą powierzchni włókien we włókninach filtracyjnych powszechnie stosowanych do ochrony układu oddechowego w kierunku poprawy ich skuteczności filtracji. Jest to metoda alternatywna do aktywacji elektrostatycznej włókien filtracyjnych stosowanych do ochrony układu oddechowego. Potrzeba opracowania takiej alternatywnej metody wynika z konieczności zastąpienia w filtrujących ochronach układu oddechowego warstwy z włóknin elektretowych, które, jak wykazały badania prowadzone przez europejskie ośrodki badawcze, tracą swoje właściwości ochronne w czasie stosowania w narażeniu na szkodliwe aerozole znajdujące się w atmosferze środowiska pracy.

Sposób według wynalazku polega na modyfikacji uformowanej włókniny melt-blown w taki sposób, aby nie uległa zmianie wyjściowa struktura włókniny, natomiast podlegały zmianie właściwości fizyczne, fizykochemiczne i chemiczne włókien tworzących włókninę. Do realizacji wynalazku wykorzystano środowisko plazmy niskotemperaturowej (PNT).

Plazma niskotemperaturowa stanowi nowoczesne narzędzie subtelnego modyfikowania powierzchni materiałów, powodując zmiany właściwości chemicznych, fizykochemicznych i mechanicznych warstwy powierzchniowej materiałów. W środowisku PNT i zachodzą unikalne syntezy chemiczne, prowadzące między innymi do wytwarzania cienkich warstw jakościowo nowych materiałów o właściwościach różniących je od podłoża.

Środowisko plazmy niskotemperaturowej można traktować jako czyste, ekologiczne, względnie tanie - stanowiące alternatywę do stosowanych dotychczas technologii mokrych, szkodliwych osad środowiska.

Pod pojęciem plazmy niskotemperaturowej rozumiany jest częściowo zjonizowany gaz, złożony z jonów, elektronów i obojętnych cząsteczek, który wytwarzany jest różnymi sposobami. Zgodnie ze sposobem według wynalazku wytwarzano plazmę w elektrycznym wyładowaniu jarzeniowym, za pomocą zmiennego pola o częstotliwości radiowej 13,56 MHz. Wyładowanie generowano w sposób bezelektrodowy (typu E lub H). Proces modyfikacji włókien realizowano w szklanym reaktorze, wyposażonym w dwie naprzeciwległe elektrody miedziane, umieszczone na zewnątrz reaktora, do których moc była doprowadzona z generatora wysokich częstotliwości przez rezonansowy układ dopasowujący. Stosowano różne media plazmotwórcze: gazowe węglowodory, powietrze, lotne ciekłe związki krzemooorganiczne. Parametry procesu modyfikacji włókniny w zależności od typu zastosowanego związku plazmotwórczego wynosiły: ciśnienie od 1,33 Pa do 11,99 hPa, moc wyładowania od 10 W do 200 W, szybkość przepływu gazów roboczych od 1 do 50 sccm i czasu oddziaływania plazmy na włókninę od 1 mm do 10 min.

Sposób według wynalazku umożliwia zwiększenie efektywności depozycji cząstek aerozoli na włókninach filtracyjnych o różnej strukturze, grubości włókien i współczynniku wypełnienia nie powodując jednocześnie zmian oporów przepływu gazu nośnego. Oddziaływanie plazmy NT na włókninę powoduje trwałe zwiększenie efektywnego pola powierzchni włókien. Sposób według wynalazku jest prosty w realizacji, skuteczny i przyjazny dla środowiska. Jednocześnie stanowi alternatywę dla pneumatycznych włókien elektretowych stosowanych w sprzęcie ochrony układu oddechowego.

Sposób według wynalazku ilustrują bliżej następujące przykłady.

P r z y k ł a d I

Do reaktora wprowadzono próbkę włókniny uformowanej metodą melt-blown o średniej grubości włókien polipropylenowych 2,12 μm . Odpowietrzono próbkę w próżni ($p=1,99$ Pa) w czasie 10 min, a następnie przeprowadzono proces wstępnej obróbki plazmą argonową (moc 100 W, $p=13,33$ Pa, $t=5$ min). Po tym procesie ponownie odpompowywano układ i wprowadzono gaz roboczy metan. Po uzyskaniu odpowiedniego ciśnienia (3,33 Pa) inicjowano wyładowanie tworząc plazmę metanową. Po 10 min oddziaływania plazmy o mocy 25 W wyładowanie wyłączono. Następnie po czasie 10 min reaktor zapowietrzono (doprowadzono do ciśnienia atmosferycznego) i wyjmowano włókninę, na której wykonano testowe badania porównawcze, polegające na ocenie penetracji aerozoli przez modyfikowaną włókninę (badania według metody zawartej w normie EN 143:2000 „Sprzęt ochrony układu oddechowego. Filtry. Wymagania, badanie, znakowanie”).

Wyniki badania były następujące:

Włóknina niemodyfikowana:

Penetracja włókniny niemodyfikowanej: 22,70%,

Opory przepływu powietrza: 94,0 Pa

Włóknina modyfikowana:

Penetracja włókniny modyfikowanej: 2,96%,

Opory przepływu powietrza: 91,8 Pa

P r z y k ł a d II

Do reaktora wprowadzono próbkę włókniny formowanej metodą melt-blown z włókien polipropylenowych o średniej grubości 5,80 μm . Odpowietrzono próbkę w próżni ($p=1,99$ Pa), a następnie przeprowadzono proces wstępnej obróbki plazmą argonową (moc 100W, $p=13,33$ Pa, $t=5$ min). Po tym procesie ponownie odpompowywano układ i wprowadzono pary związku krzemooorganicznego, heksametylodisiloksanu (HMDSO). Po uzyskaniu odpowiedniego ciśnienia (3,33 Pa) inicjowano wyładowanie tworząc plazmę. Po czasie 1 min oddziaływania plazmy HMDSO o mocy 50 W na włókninę wyłączono wyładowanie. Po odczekaniu 10 min układ zapowietrzono i wyjęto próbkę, na której wykonano analogiczne testy jak w przykładzie I.

Wyniki badania były następujące:

Włóknina niemodyfikowana:

Penetracja włókniny niemodyfikowanej: 36,00%,

Opory przepływu powietrza. 60,0 Pa

Włóknina modyfikowana:

Penetracja włókniny modyfikowanej: 5,58%,

Opory przepływu powietrza: 58,6 Pa

P r z y k ł a d III

Do reaktora wprowadzono próbkę włókniny uformowanej metodą melt-blown z włókien polipropylenowych o średniej grubości 2,12 μm . Odpowietrzono próbkę w próżni ($p=1,99$ Pa), a następnie przeprowadzono proces wstępnej obróbki plazmą argonową (moc 100 W, $p=13,33$ Pa, $t=5$ min). Po tym procesie ponownie odpompowywano układ i wprowadzono do układu jako gaz roboczy powietrze. Po uzyskaniu odpowiedniego ciśnienia (3,33 Pa) inicjowano wyładowanie tworząc plazmę. Po czasie 1 min oddziaływania plazmy powietrza o mocy 200 W wyjęto włókninę z reaktora i wykonano badania porównawcze testowe włókniny, w sposób analogiczny jak w przykładzie I.

Wyniki badania były następujące:

Włóknina niemodyfikowana:

Penetracja włókniny niemodyfikowanej: 18,50%,

Opory przepływu powietrza: 100,0 Pa

Włóknina modyfikowana:

Penetracja włókniny modyfikowanej: 1,99%,

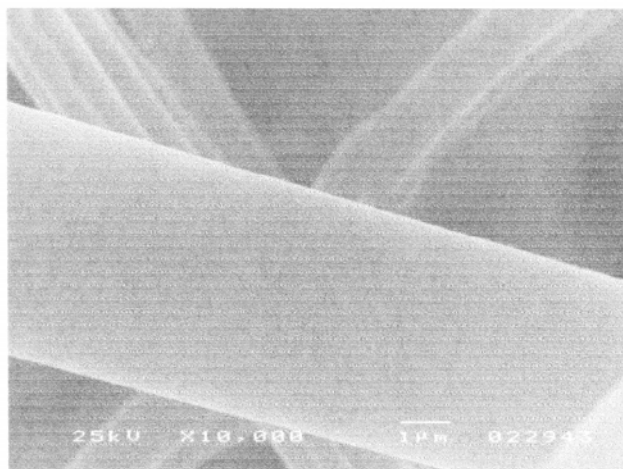
Opory przepływu powietrza: 95,4 Pa

Dla zobrazowania wyników przeprowadzonej modyfikacji powierzchni włókien we włókninach filtracyjnych poniżej przedstawiono obrazy wykonane techniką mikroskopii skaningowej (SEM).

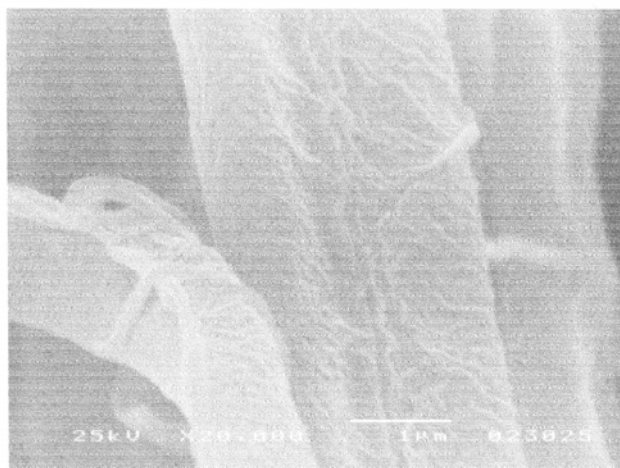
Zastrzeżenie patentowe

Sposób modyfikacji włókien filtracyjnych, **znamienny tym**, że uformowana dowolną techniką włóknina filtracyjna, wprowadzana jest do środowiska plazmy niskotemperaturowej w następujących warunkach: ciśnienie od 1,33 Pa do 11,99 hPa, moc wyładowania od 10 W do 200 W, szybkość przepływu gazów roboczych od 1 do 50 sccm, czas oddziaływania plazmy na włókninę od 1 min do 10 min, przy czym jako gaz plazmotwórczy stosuje się gazowe węglowodory, powietrze, argon, lotne ciekłe związki krzemoorganiczne.

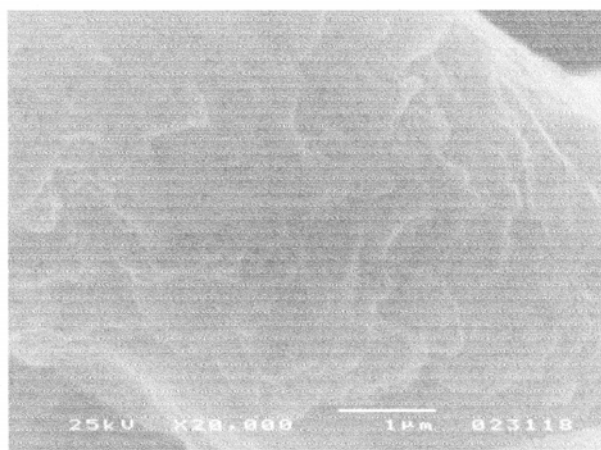
Rysunki



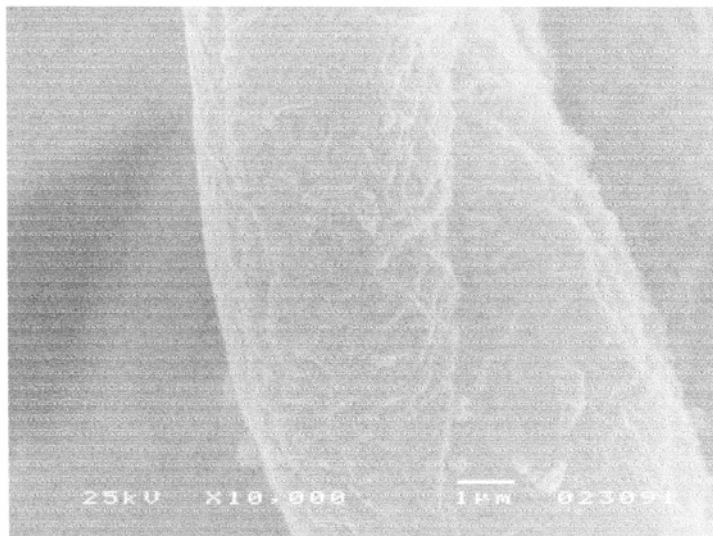
Włókna PP, niemodyfikowane



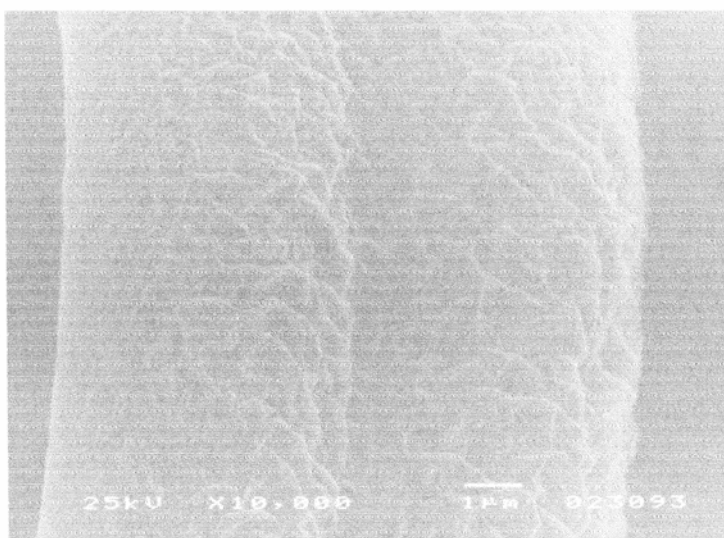
Włókna PP, modyfikowane PNP-powietrze



Włókna PP, modyfikowane PNP-HMDSO



Włókna PP, modyfikowane PNP- metan



Włókna PP, modyfikowane PNP- metan