

11.12.2019

3. Sitzung des projektbegleitenden Ausschusses, am DTNW, Krefeld

“Verbesserung der Drainageeigenschaften von Koaleszenzfiltermedien durch gemusterte Funktionalisierung (VEDKOF)” - IGF-Projekt-Nr. 19918 N

Laufzeit: 01.01.2018 – 31.12.2020

IUTA – Institut für Energie- und Umwelttechnik e. V.

Deutsches Textilforschungszentrum Nord - West – DTNW gGmbH

Gefördert durch:

## Ziel:

Verbesserung des Drainageverhaltens

→ Reduktion des Druckverlustes

→ geringer Energieverbrauch

bei Erhalt oder Verbesserung der Filtrationseigenschaften.

## Ansatz:

- Beeinflussung der Drainage durch oberflächliche Modifizierung der Benetzbarkeit des Filtermediums
- Verwendung von Masken mit variierender Geometrie
- Untersuchung des Einflusses verschiedener Maskengeometrien auf
  - Öltransport
  - Differenzdruckverlauf
  - Abscheideverhalten

# Untersuchung des Einflusses verschiedener Maskengeometrien

---

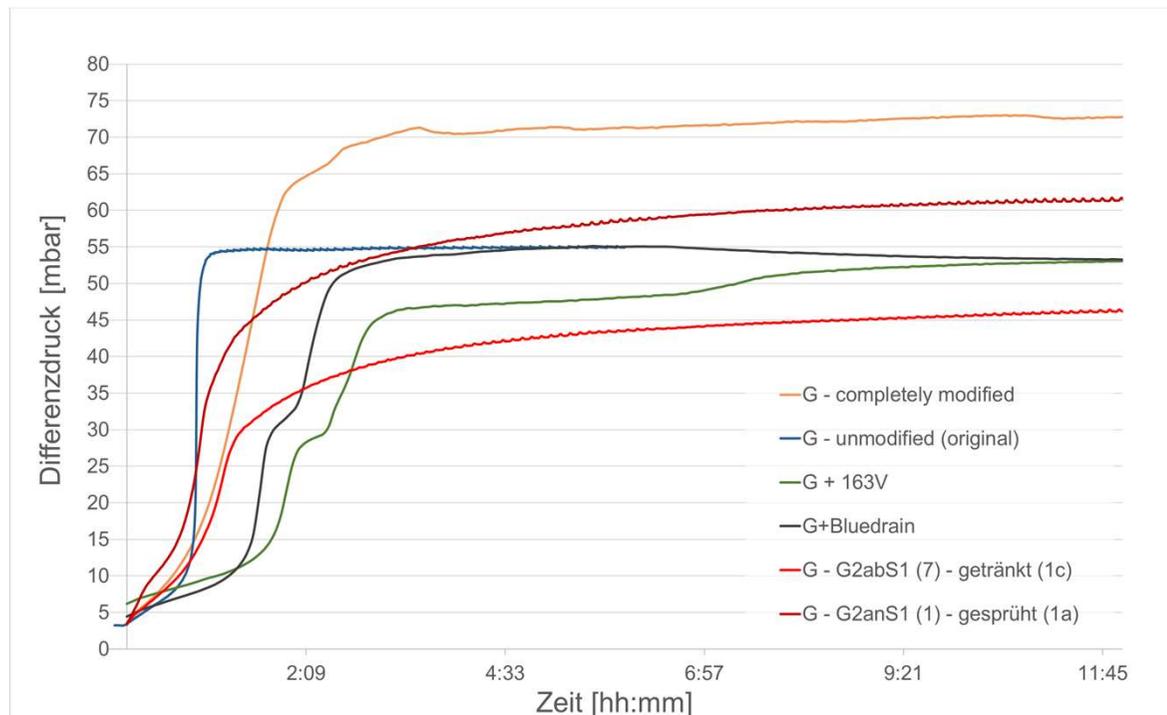


Übersicht – Zusammenfassung letzte PA-Sitzung

- 1. Deutliche Reduktion des Druckverlusts**
  - a. allgemeingültig? → Modifizierung anderer Medien
  - b. Wovon ist die Reduktion abhängig: Flächenverhältnis, Eindringtiefe, Randschärfe?
  - c. Langzeitverhalten?
- 2. Untersuchung des Abscheideverhaltens**
- 3. Ersatz von Fluor**
  - a. anderes Modifizierungsreagenz, Chemie anpassen: VOC Reduktion
- 4. Masken mittels 3D-Druck**

## Proof of Concept:

- ✓ Bestätigung des Einflusses des Musters aus philen/phoben Bereichen auf der Abströmseite des Filters

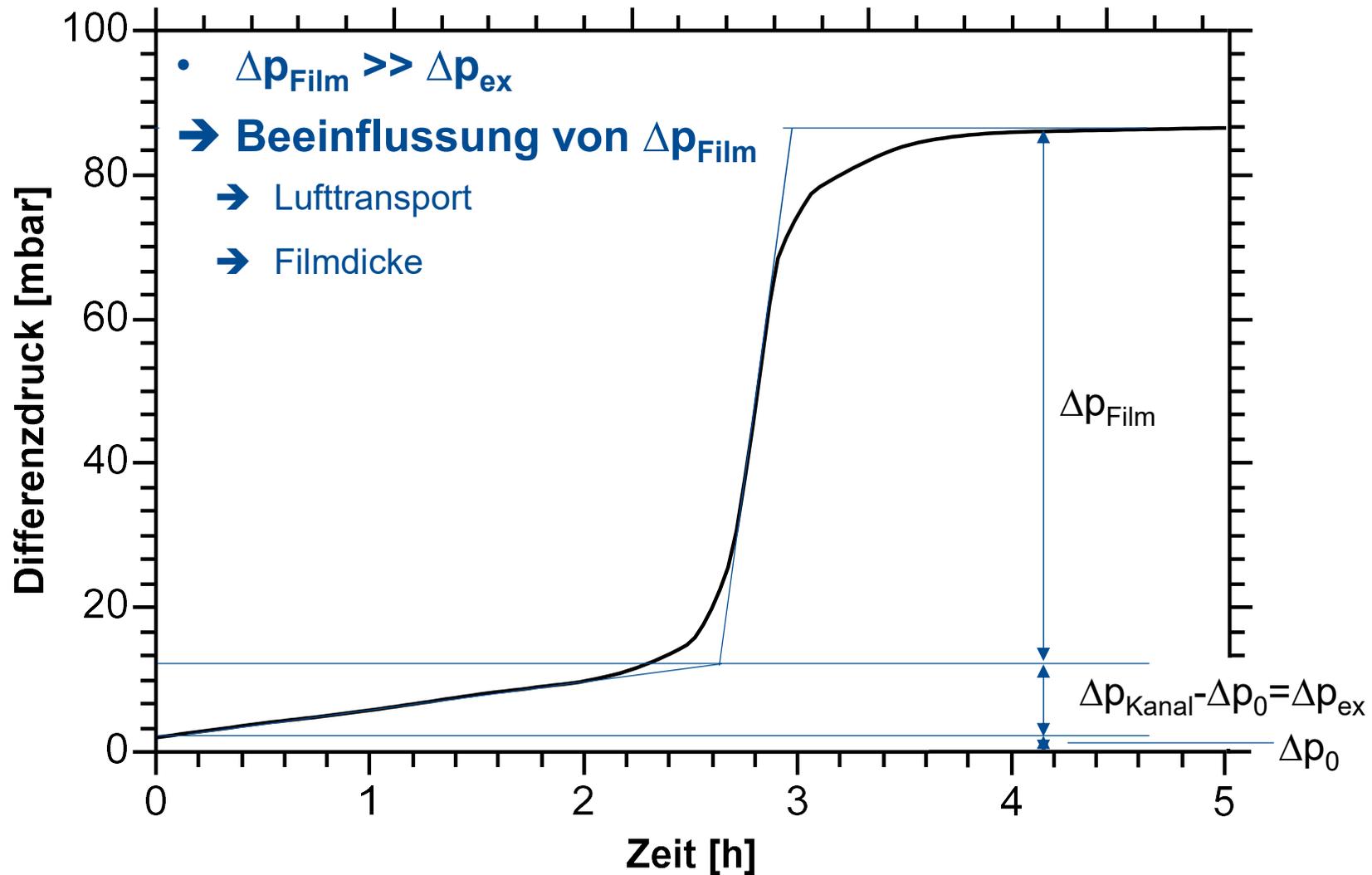


Verglichen werden:

- 1 Medium G - komplett oleophobiert
- 2 Medium G (oleophil)
- 3 Medium G + Drainagemedium 163V
- 4 Medium G + Drainagemedium Blau
- 5 Media G – Sägezahn (G2abS1 (7))
- 6 Medium G – Muster auf Anströmseite (G2anS1 (1))

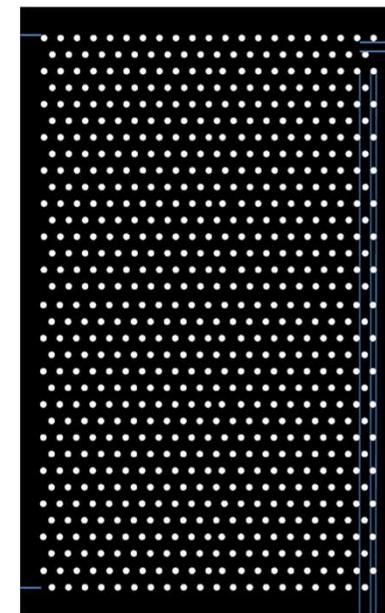
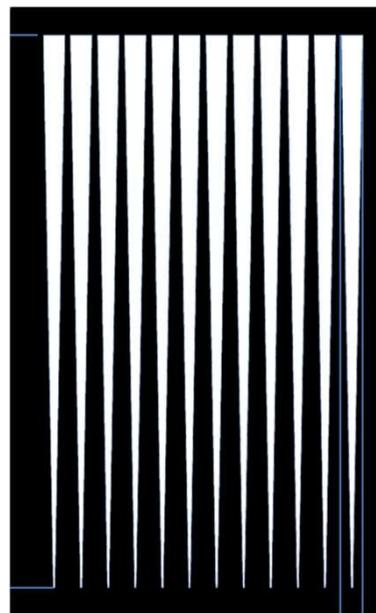
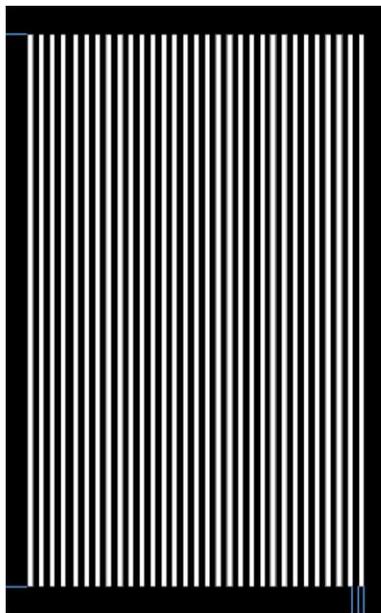
- Einfluss verschiedener Maskengeometrien
  - phil/phob Verhältnis
  - Mustergeometrie
  - Herstellung der Masken (Material, 3D, abhängig vom Modifizierungsverfahren)
  
- Modifizierungsverfahren
  - Auswahl von Reagenzien und entsprechenden Ausrüstungsverfahren
  - Austesten von Auftragstechniken (Digital Druck, Sprühen, Eintauchen, Rackeln)
  - Modifizierungsergebnisse (Randschärfe, Modifizierungstiefe, Beschichtungsdichte)
  
- Einfluss von Vliesarchitektur
  - Auswahl von Medien mit unterschiedlichen Dichten
  
- Untersuchung des Abscheideverhaltens
  
- Anwendung des Kanal-Film-Models zur Auswertung der Reduktion des Druckverlustes von Koaleszenzfiltern

# Anwendung des Kanal-Film-Model zur Reduktion des Druckverlustes von Koaleszenzfiltern

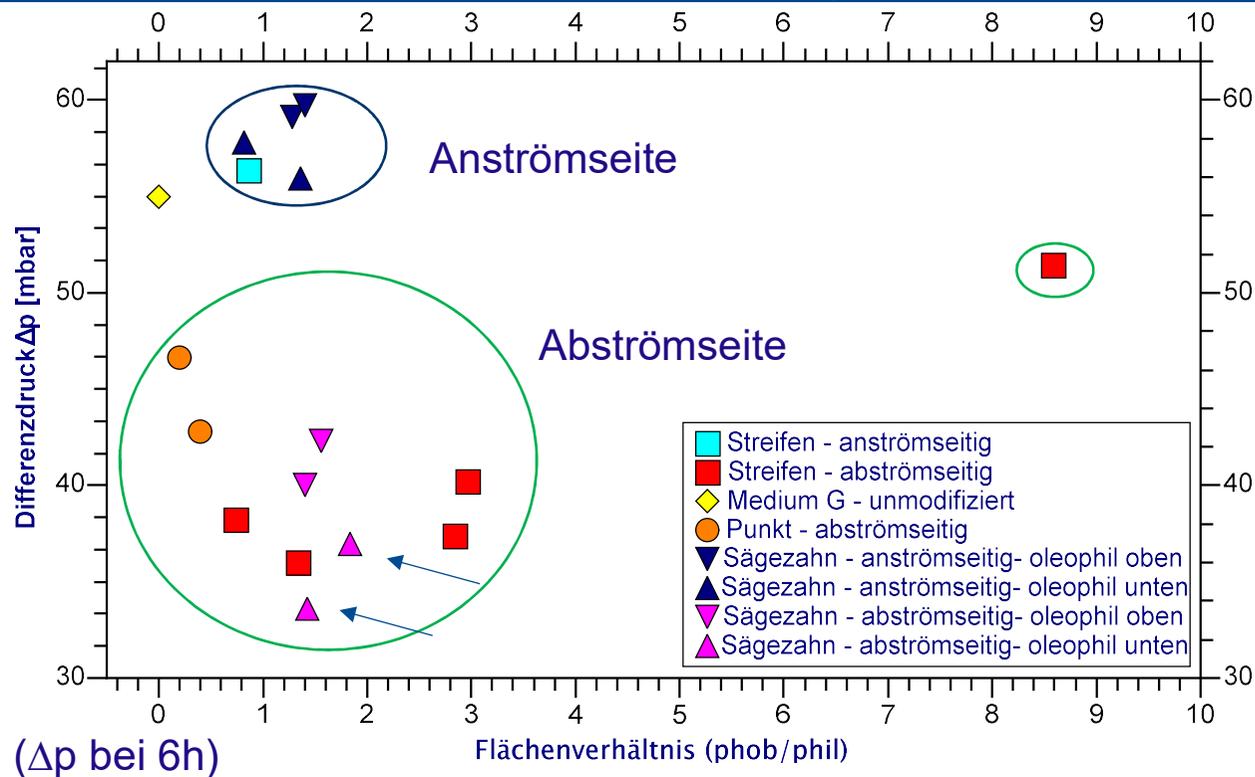


Frei nach Kolb et al., Chem. Eng. Sci., 166 (2017) 107–114

- Mustergeometrie (Streifen, Sägezahn, Loch)
- Bei Sägezahn Maske – Variation der Musterrichtung  $\wedge$  oder  $\vee$
- Das Verhältnis von oleophilen/oleophoben Bereichen
- Die Feinheit des Musters (liegt der Einflussbereich der Muster-Dimensionen im Bereich cm oder mm?)



# Einfluss der partiellen Oberflächenmodifizierung auf den Druckabfall - verschiedene Masken



## Zusammenfassung letzte PA-Sitzung

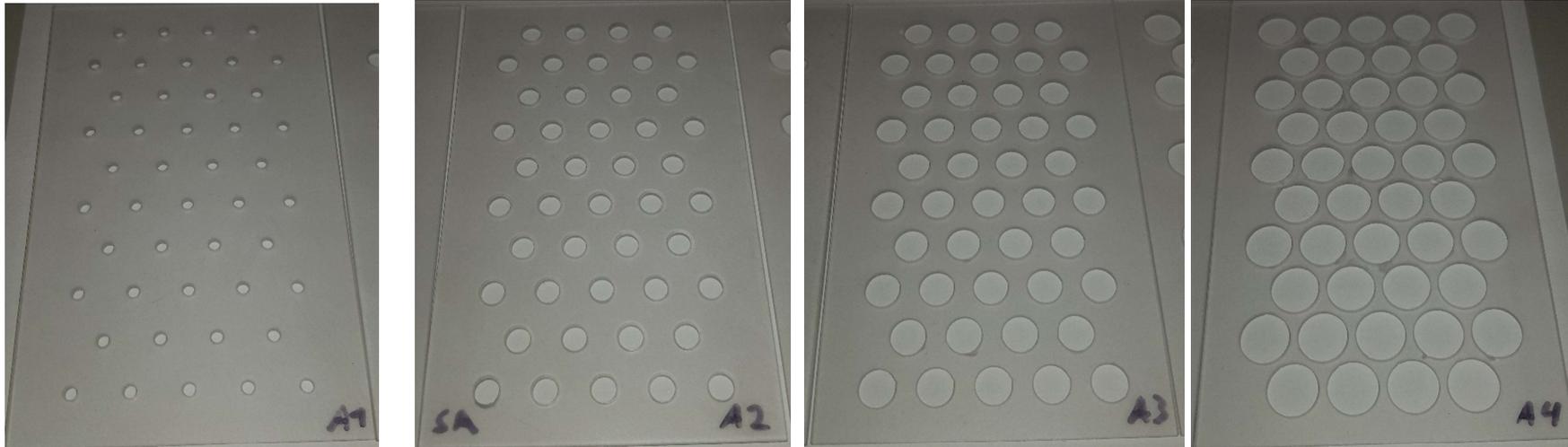
- Deutliche Reduktion des Druckverlustes bei Modifikation der Abströmseite
- Bei Sägezahn-Maske – Effekt der der Musterrichtung
- Minimum bei einem Flächenverhältnis phob/phil um 2 → Maske nächste Generationen

# Filtereigenschaften



Bezeichnung	G	A	DF5	DF7
<b>Basis weight [g/m<sup>2</sup>]</b>	81	108	86	79
<b>Thickness [mm]</b>	0,5-0,6	0,5	0,6	0,5-0,6
<b>Surface properties</b>	oleophilic	oleophilic	oleophilic	oleophilic
<b>Pressure loss (dry condition) [mbar]</b>	3,5	3,4-3,7	3,5	17,1
<b>Pressure loss (saturation) [mbar] (6h)</b>	56	56	55	109
<b>Porosity [%]</b>	94 – 94,6	91,1	94	94
<b>Separation Efficiency</b>				
<i>0.221 μm – 0.365 μm</i>	85,79%	77,41%	85,97%	100,00%
<i>0.365 μm – 0.604 μm</i>	93,79%	88,35%	93,94%	100,00%
<i>0.604 μm – 1.000 μm</i>	98,88%	97,25%	99,06%	100,00%
<i>1.000 μm – 1.655 μm</i>	99,90%	99,78%	99,95%	100,00%
<i>1.655 μm – 2.548 μm</i>	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%

# Beispiel: Variation des Flächenverhältnisses und Durchmesseres - Masken Generation 4



## 1. Gleiche Anzahl von Bohrungen

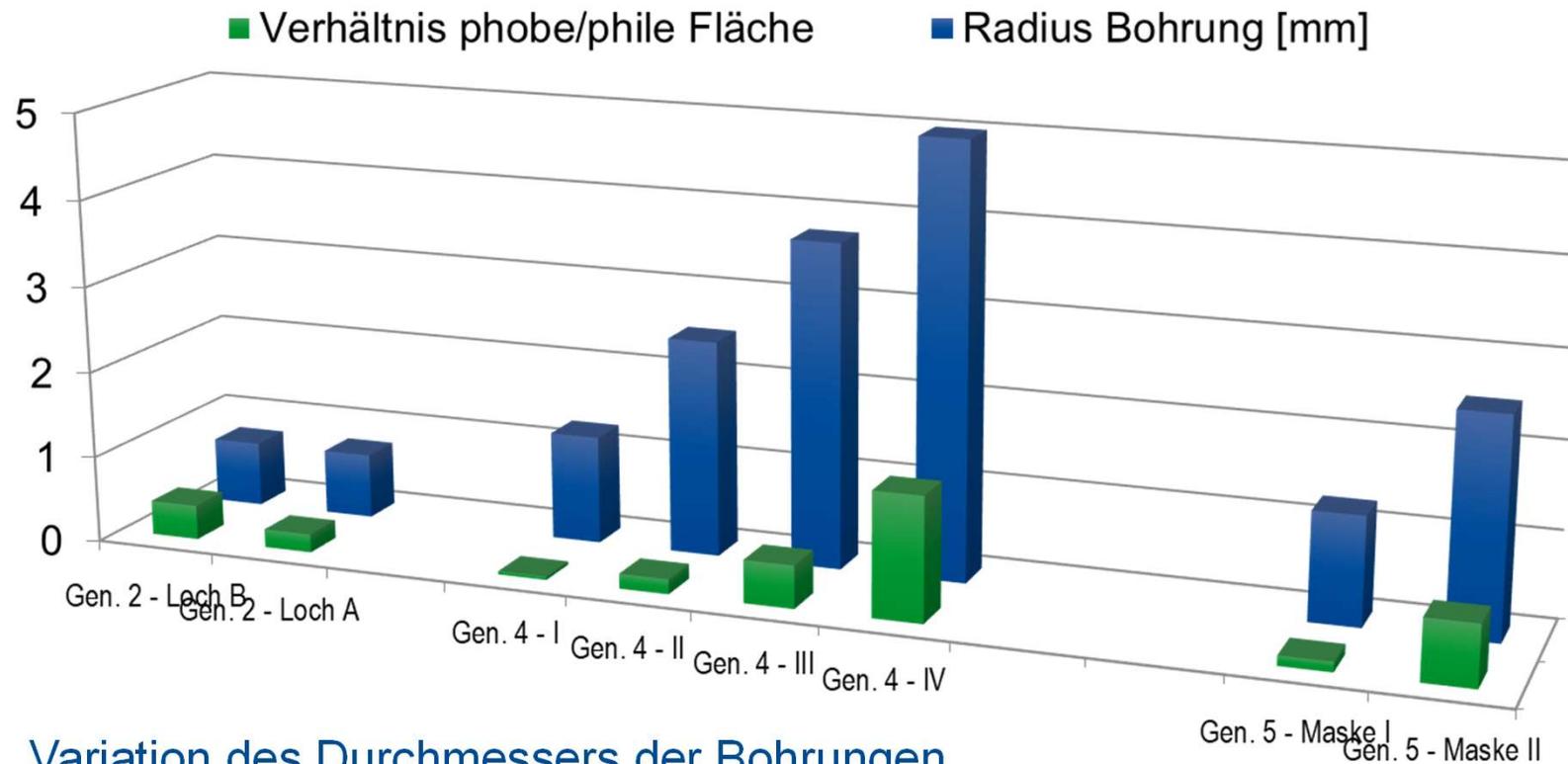
- 45 Bohrungen

## 2. Variation des Durchmessers der Bohrungen

- Radius = 1,25 mm, 2,5 mm, 3,75 mm, 5 mm

## 3. Variation der Verhältnisses $phob$ zu $phil$

- Theoretisch: 0,038, 0,173, 0,496, 1,433



- Variation des Durchmessers der Bohrungen
  - 1,25 mm - 5 mm
- Verhältnis phob zu phil  $< 2$

## (A) UV-Modifizierung mit AHDF 5% in Petrolether 40/60

AHDF = 1H,1H,2H,2H-Perfluorodecyl acrylate



\* Methode wurde wegen starker Aerosolbildung Herbst 2018 eingestellt

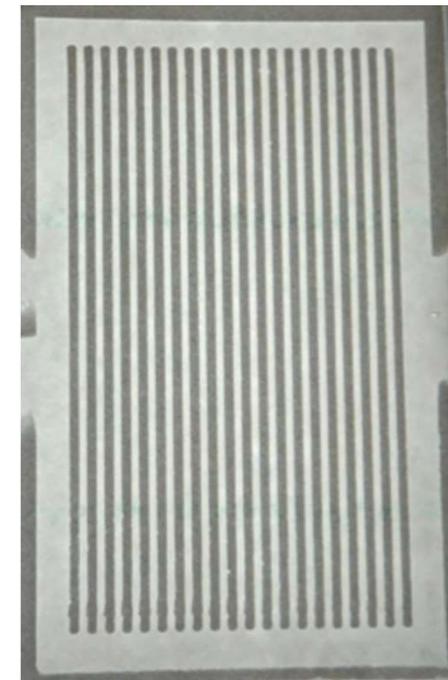
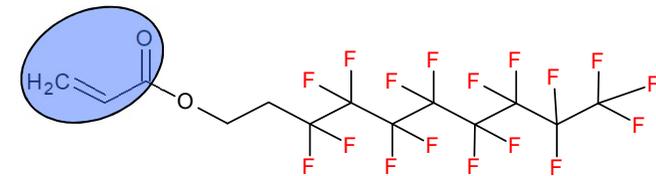
Sprühen mit 5% AHDF in Petrolether 40/60  
 UV-Bestrahlung mit Breitband

1H,1H,2H,2H-Heptadecafluorodecylacrylat  
 (AHDF)

## Kontaktwinkel

Öl-Tropfen (50µL) auf Abströmseite:

Oleophile Media	Originale		5% AHDF 5'UV	
	KW(Öl)	Stab.N.	KW(Öl)	Stab.N.
G	-		124	10
A <sub>(HF1-MG-F)</sub>	-		113	5
163-V	-		128	4
164-V	-		128	9
DF-5	-		118	7



- Deutlicher Modifizierungseffekt
- Eindringtiefe?
- Lösungsmittel-intensives Verfahren
- Scharfe Ränder des Musters







UV-Modifizierung *mit PETA 1-5%* in Isopropanol, gesprüht

## Kontakt Winkel

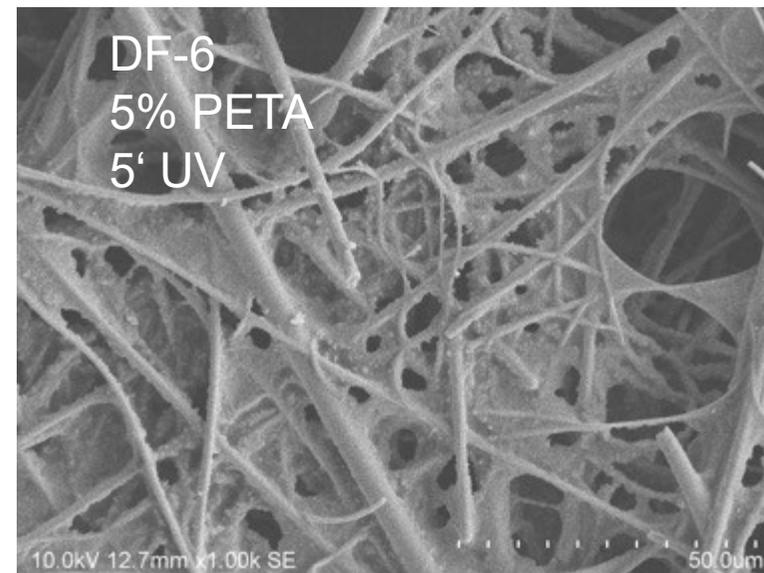
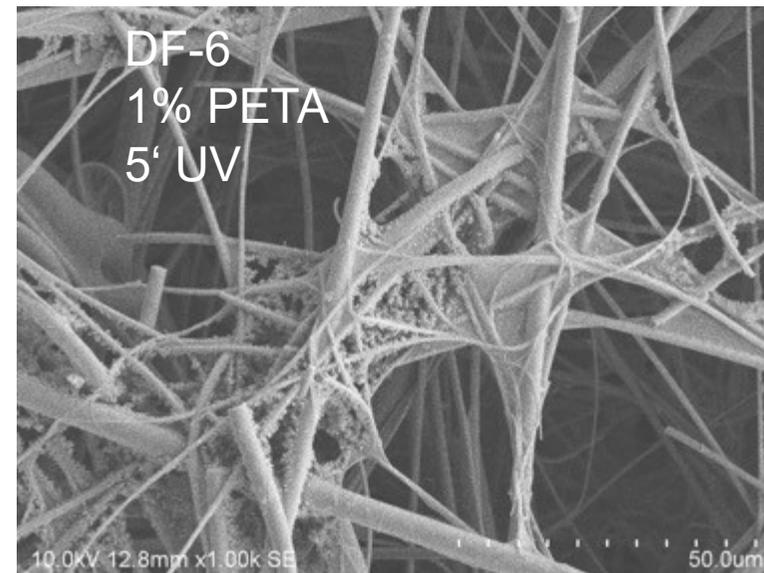
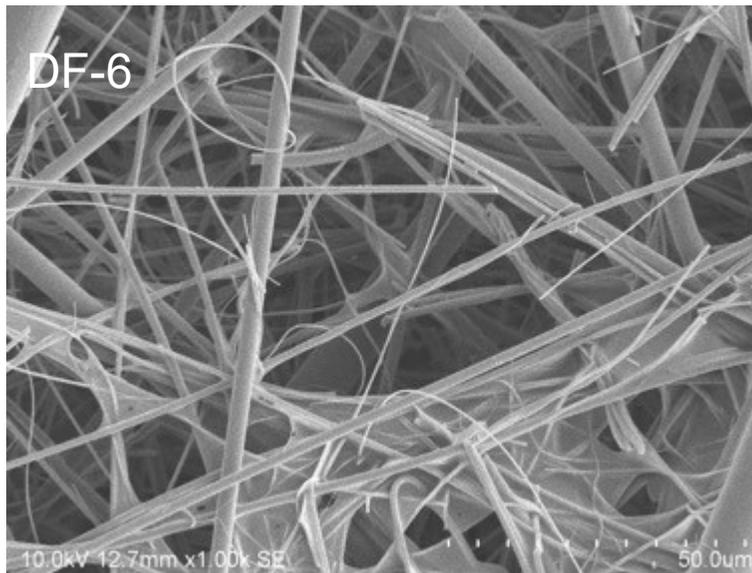
Öl-Tropfen (50µL) auf Abströmseite:

Oleo-phobes Medium	Originale		1% PETA 5'UV		5% PETA 5'UV	
	KW(Öl)	Stab.N	KW(Öl)	Stab.N.	KW(Öl)	Stab.N.
F	109	2	117	7	35	14
DF-1	71	8	79	17	dyn. Winkel	-
DF-2	127	7	101	9	dyn. Winkel	-
DF-3	125	9	107	10	95	8
DF-4	111	7	118	7	99	9
DF-6	99	6	dyn. Winkel	-	dyn. Winkel	-

- Dynamik der Benetzung sehr langsam
- Auflagen für mäßigen Effekt relativ hoch => Druckverlust
- Lösungsmittelintensives Verfahren

# Oleophilierung mittels Photovernetzung

UV-Modifizierung *mit PETA 1-5%* in Isopropanol, gesprüht



- Dynamik der Benetzung sehr langsam
- Auflagen für mäßigen Effekt relativ hoch => Druckverlust
- Lösungsmittelintensives Verfahren
- **Wird nicht weiter verfolgt**

## Thermische Ausrüstung mit Unidyne TG-9031



- *Lösung 20 g/L bzw. 40 g/L Unidyne in Wasser*
- *Präparation der maskierten Filter analog zur AHDF-Ausrüstung mit Preval-Laborsprüher*
- *Fixierung der angetrockneten Proben bei 160 °C für 1-2 Minuten (ohne Maske)*

# Oleophobierung mittels thermischer Ausrüstung



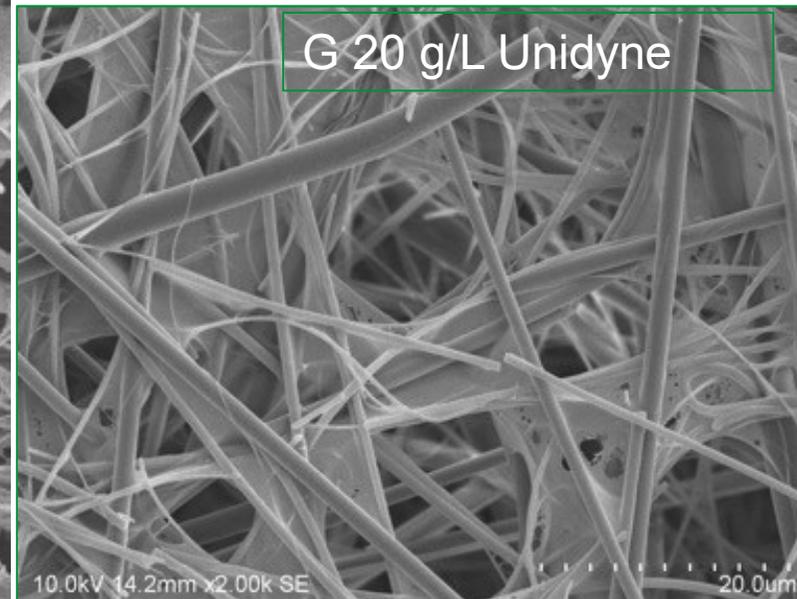
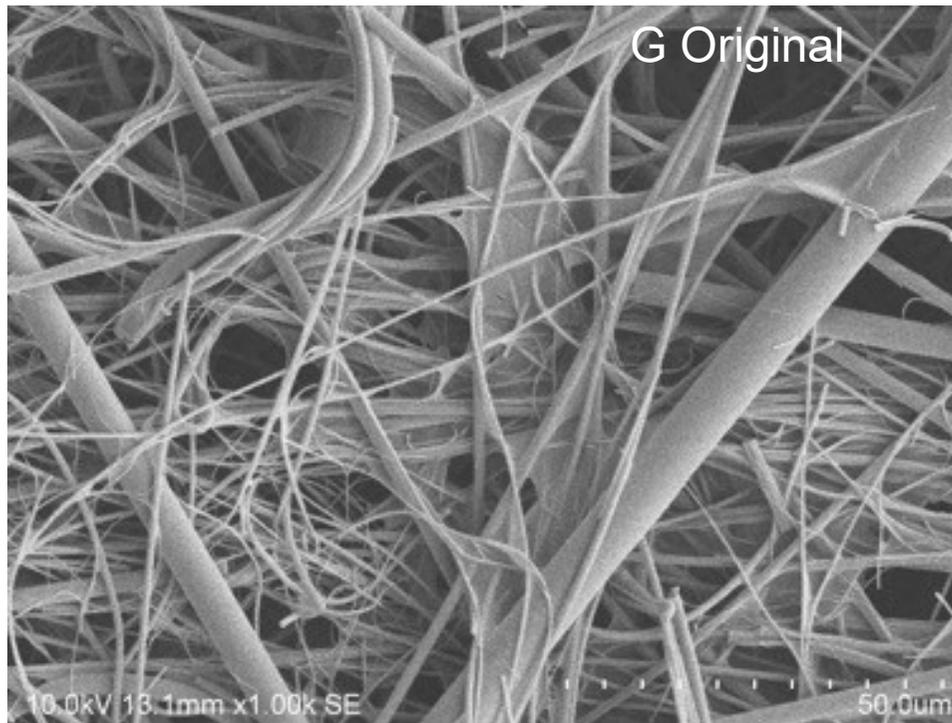
Thermische Ausrüstung mit **Unidyne 9031**

Oleo- phile	Originale		40 g/L Unidyne	
	KW(Öl)	Stab.N.	KW(Öl)	Stab.N.
G	-		146	2
A <sup>(HF1-MG-F)</sup>	-		110	7
DF-8	-		140	4



- Kontaktwinkel ist höher / Randschärfe ist weniger deutlich als bei AHDF-Ausrüstung
- Eindringtiefe? Wahrscheinlich eher oberflächlich
- Reagenz wasserlöslich
- Wasser-basiertes Verfahren, keine Nachreinigung nötig

Thermische Ausrüstung mit  
**Unidyne 9031**  
**20 g/L**

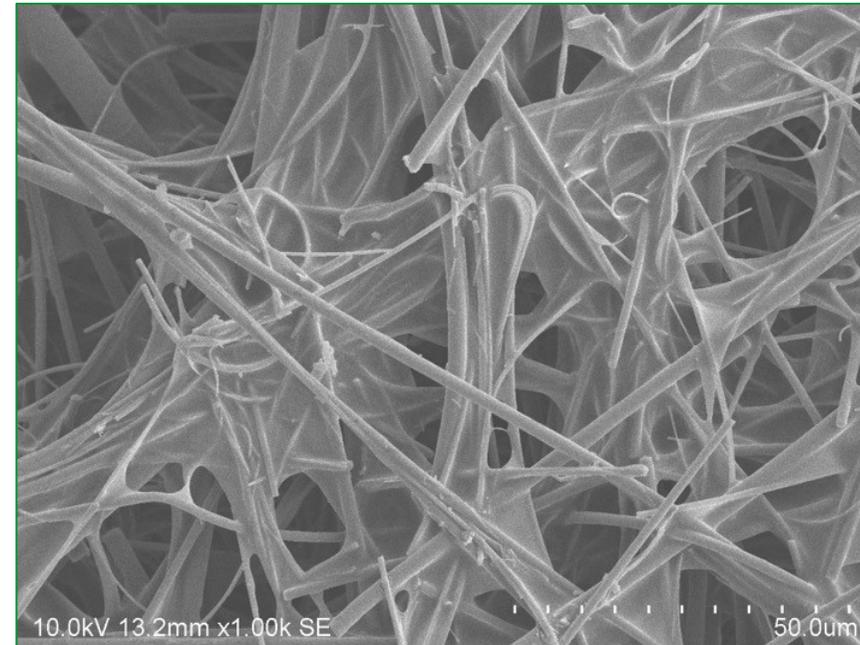
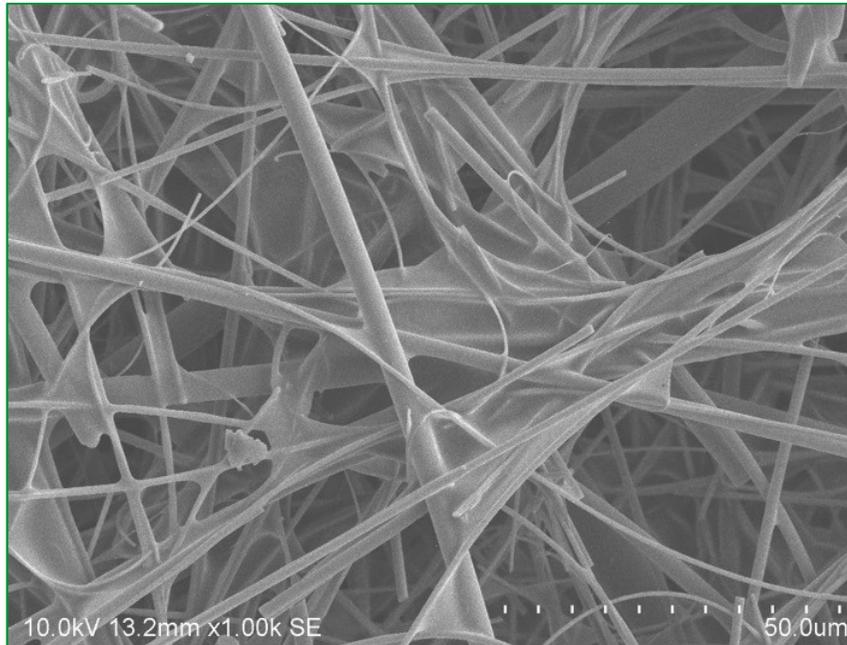
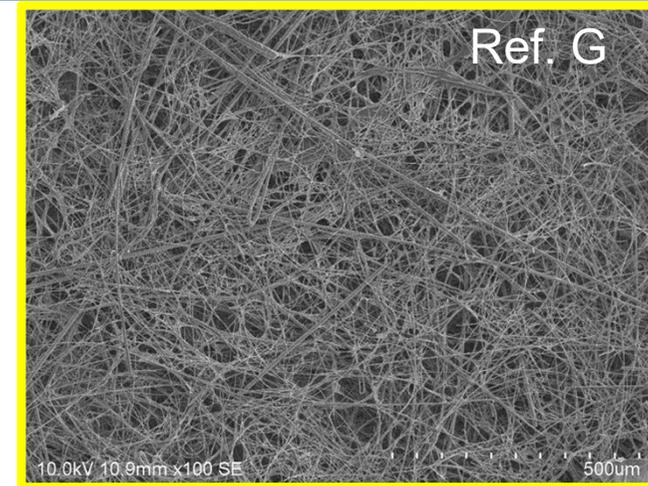
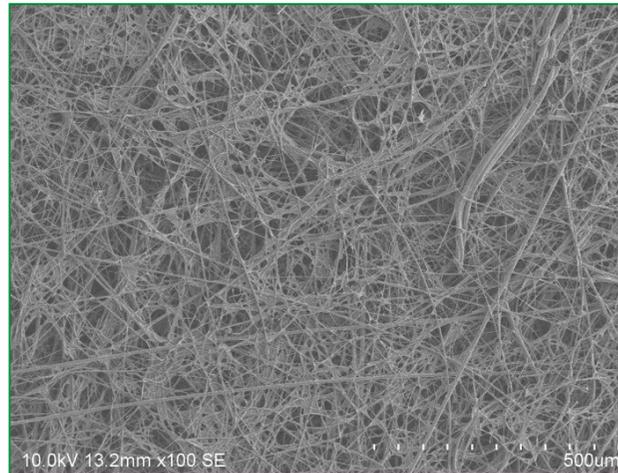


# Oleophobierung mittels thermischer Ausrüstung



Thermische Ausrüstung mit **Unidyne 9031**, 40 g/L

Medium **G**  
Abströmseite

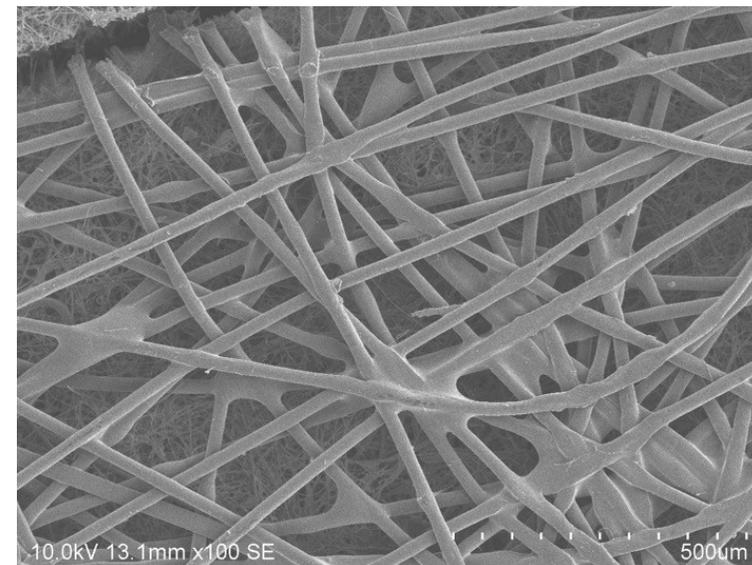
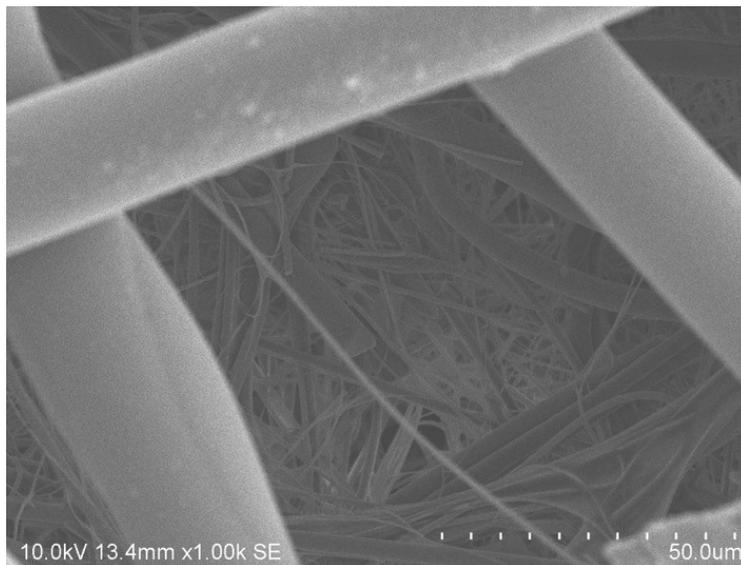
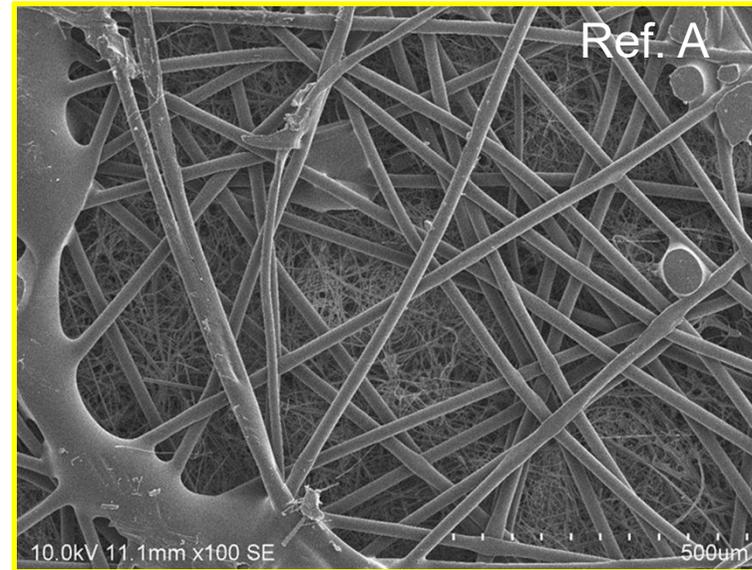


# Oleophobierung mittels thermischer Ausrüstung



Thermische Ausrüstung mit  
**Unidyne 9031**  
40 g/L

Medium **A**  
Abströmseite

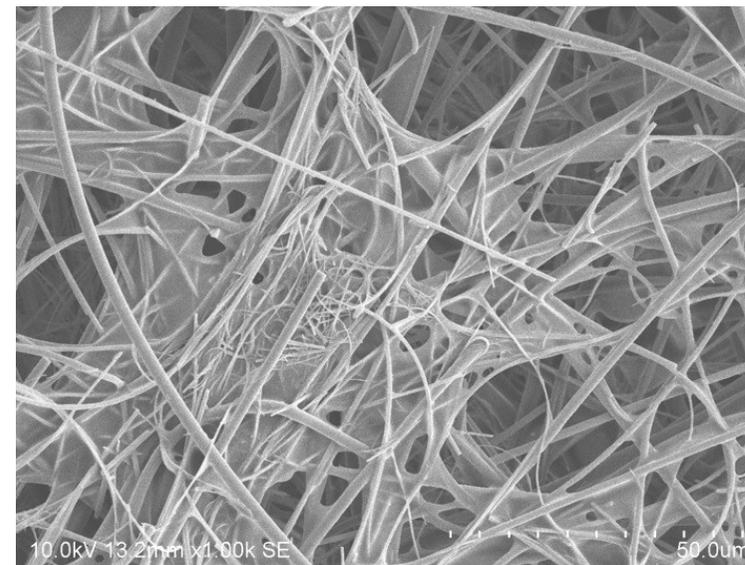
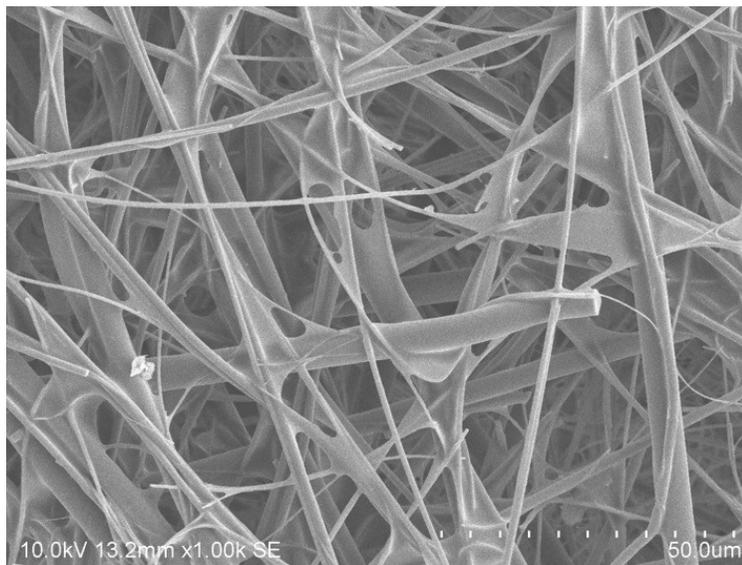
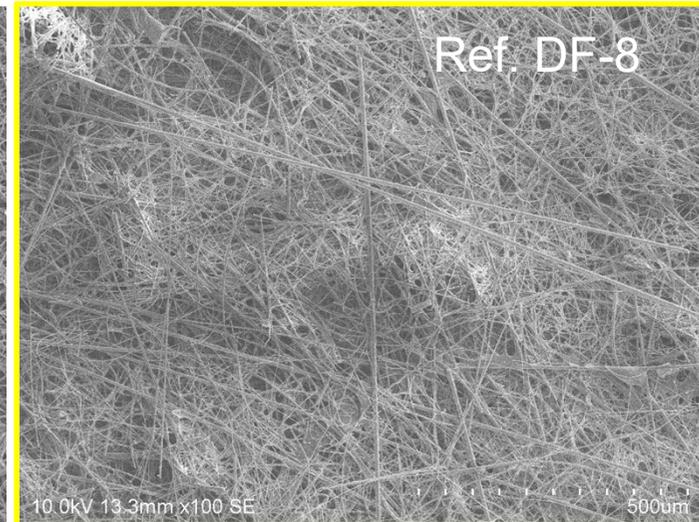
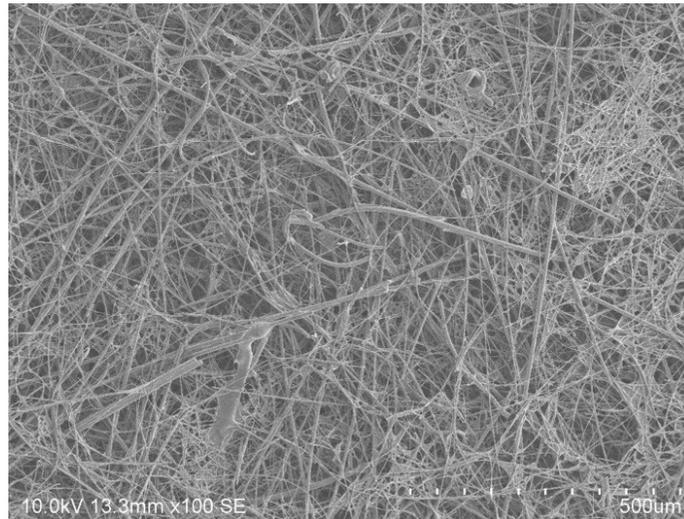


# Oleophobierung mittels thermischer Ausrüstung



Thermische Ausrüstung mit **Unidyne 9031**  
**40 g/L**

Medium **DF-8**  
Abströmseite



## Vorgehen: Auswahl geeigneter Chemie / Verfahren

- Ökologische Gründe: C6-Chemie, Wasser-basierte Verfahren
- Einfluss der Schärfe des Patterns, sowie Dimensionen des Pattern →
- Optimierung der Aufbringungsmethode → definierter Sprühen
- Industrie-relevante Verfahren (z.B. Digital Druck, Präzisionssprühen)
- Optimierung Konzentration/Vernetzungszeit (abhängig von Substrateigenschaften)
  
- Thermische Fixierung (bei 160°C) statt Fotovernetzung

## Wirkung von Fluorchemie

### UNIDYNE C6 Portfolio – Nonwoven

high performance on nonwoven

C6 Type						
UNIDYNE	TG-5502	TG-5506	TG-5243	TG-5545	TG-2211	TG-9031
Appearances	emulsion	emulsion	emulsion	emulsion	emulsion	solution
Solids (%)	30	30	20	30	30	27
Charge	nonionic	nonionic	cationic	nonionic	anionic	-
Highlights	excellent water column and alcohol repellency, excellent resistance to liquid chemicals	excellent water column and alcohol repellency, antistatic properties on PP, high temperature stability	excellent water column and alcohol repellency, Mason Jar	excellent water-oil-IPA repellency on aramid fibers, solvent repellency, high temperature stability, Diesel repellency	excellent compatibility with anionic binder, Diesel repellency	outstanding Diesel repellency, excellent OR
Water repellency						
Oil repellency						
Alcohol repellency						
Water column						
Low temp. curing						
filtration	✓	✓	✓	✓		
medical	✓	✓	✓			
automotive				✓	✓	✓



# Nomenklatur der Medienbezeichnung



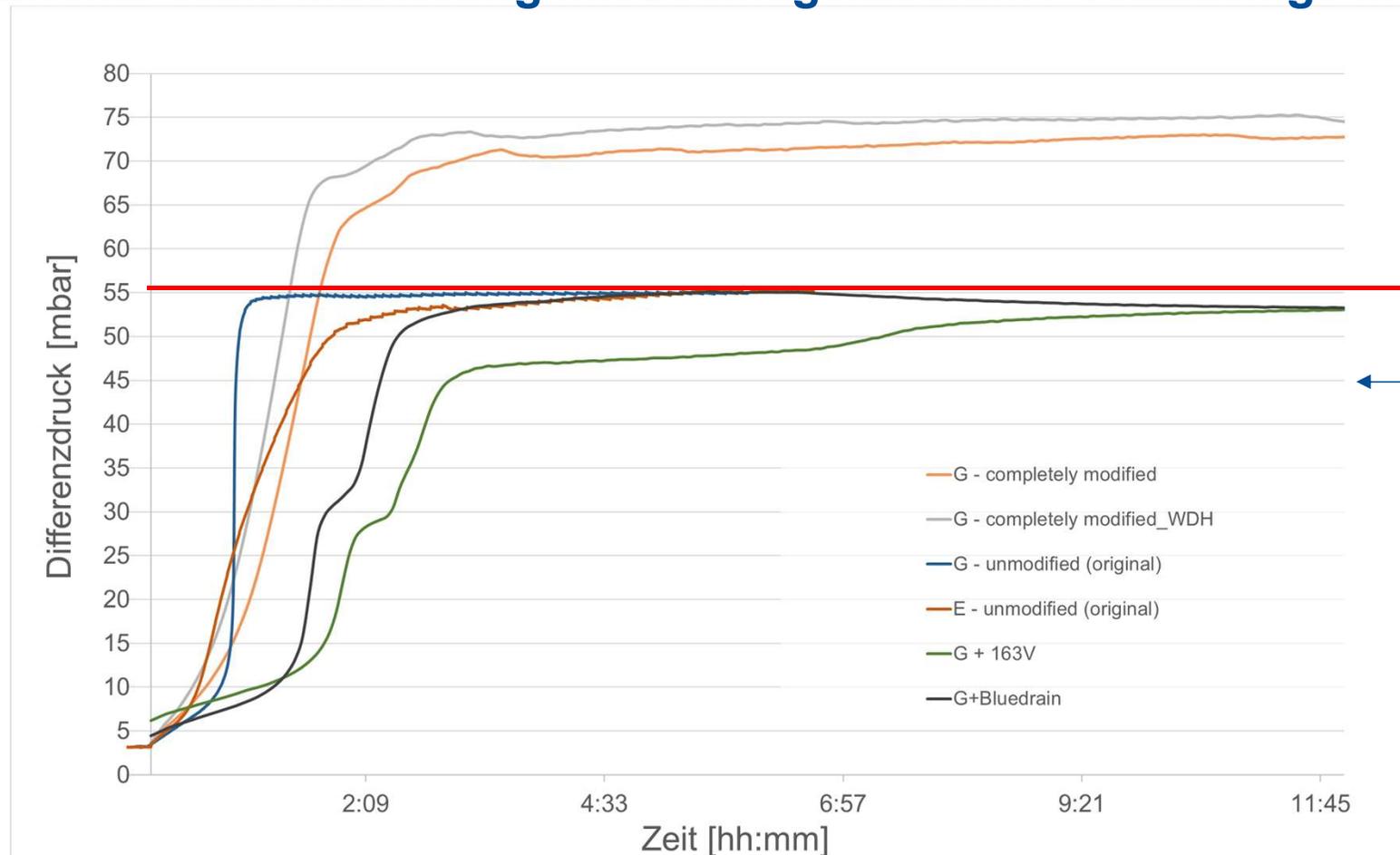
Bezeichnung Filtermaterial:	Pos. 1: Masken- generation	Pos. 2: modifizierte Seite	Pos. 3: Art + Nr.	Pos. 4:
G - A - DF5 - DF7 - etc.	G1 G2 G3 G4 G5 ...	an oder ab	S Sägezahn P Streifen L Punkt/Loch- muster V vollflächig + „Maskennr.“	(„Laufende Nummer“)

**Beispiel: (G - )G1anS1 (1):**

Erklärung:

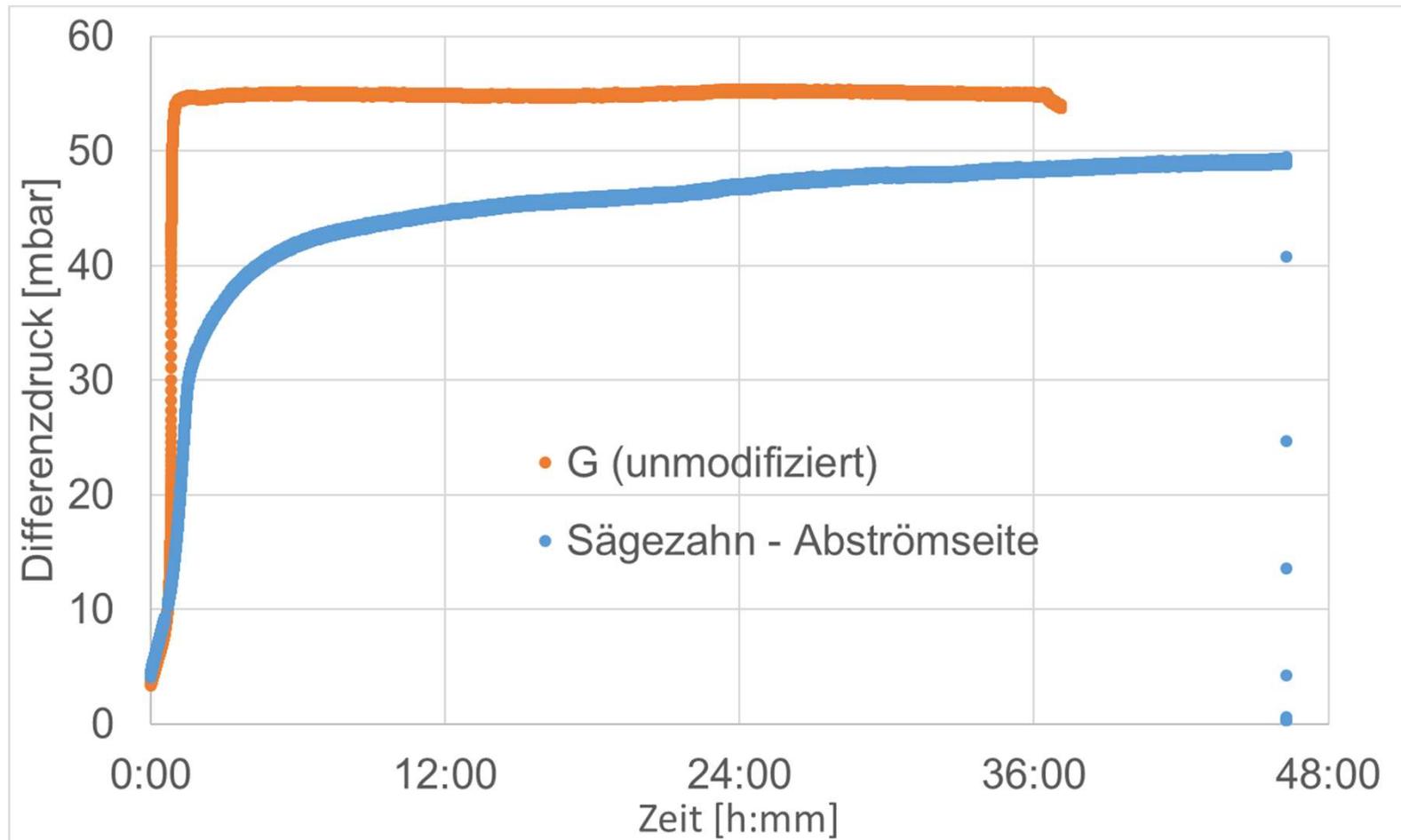
Erstes Medium vom Typ G, das mit der ersten Sägezahnmaske aus Generation 1 auf der Anströmseite modifizierte wurde.

## Effekte ohne Musterung mit Drainagemedium? Vollflächige Mod.??



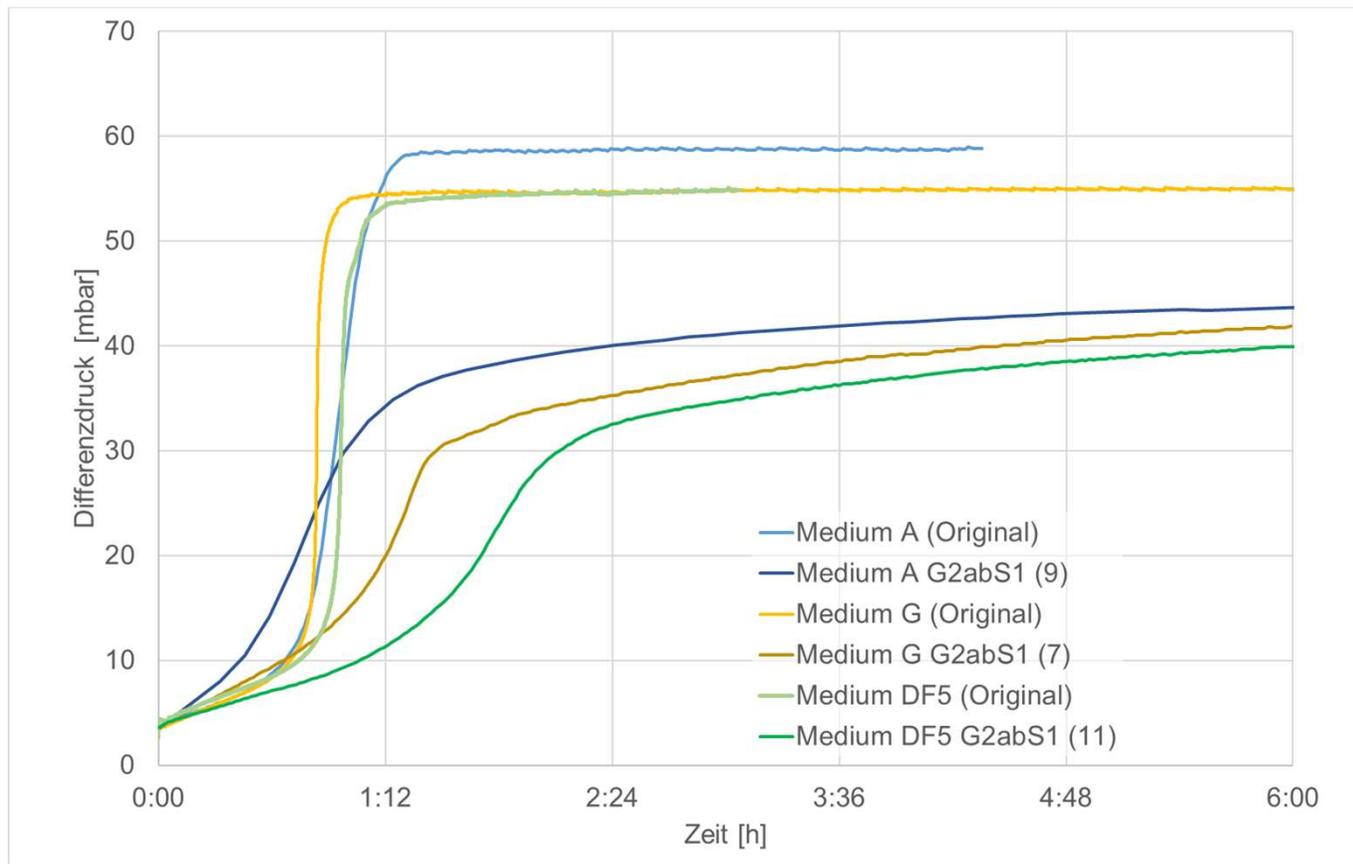
→ Ohne Musterung nur geringe und deutlich kürzere Beeinflussung von delta p

→ Komplette Modifizierung: deutlicher delta p Anstieg gegenüber dem originalen Medium G



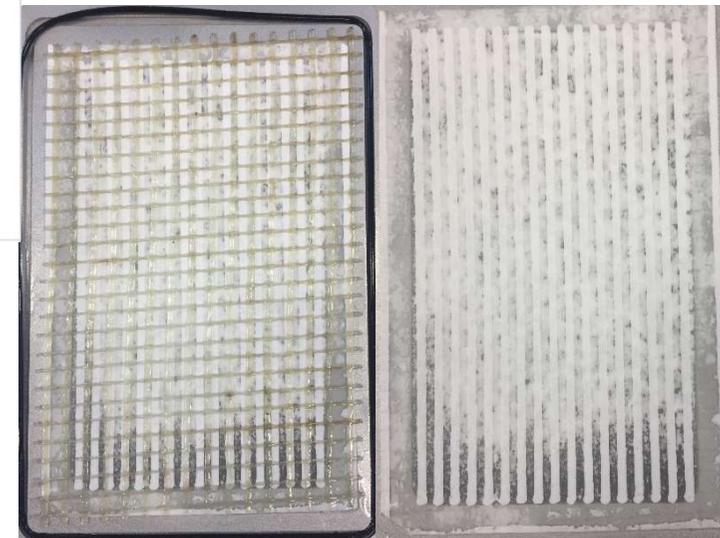
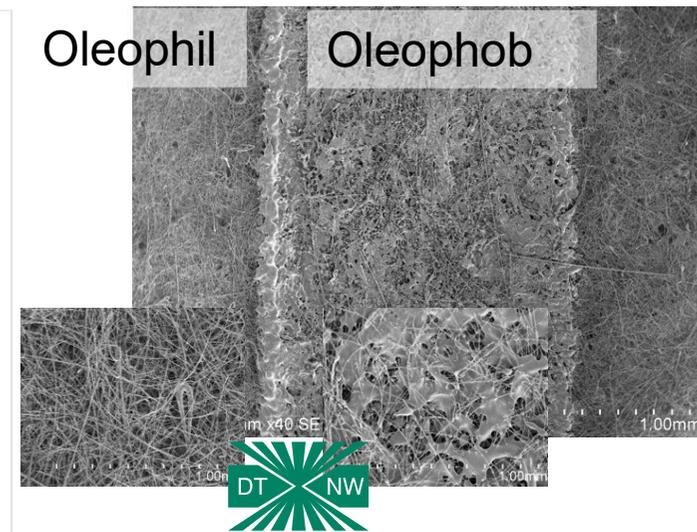
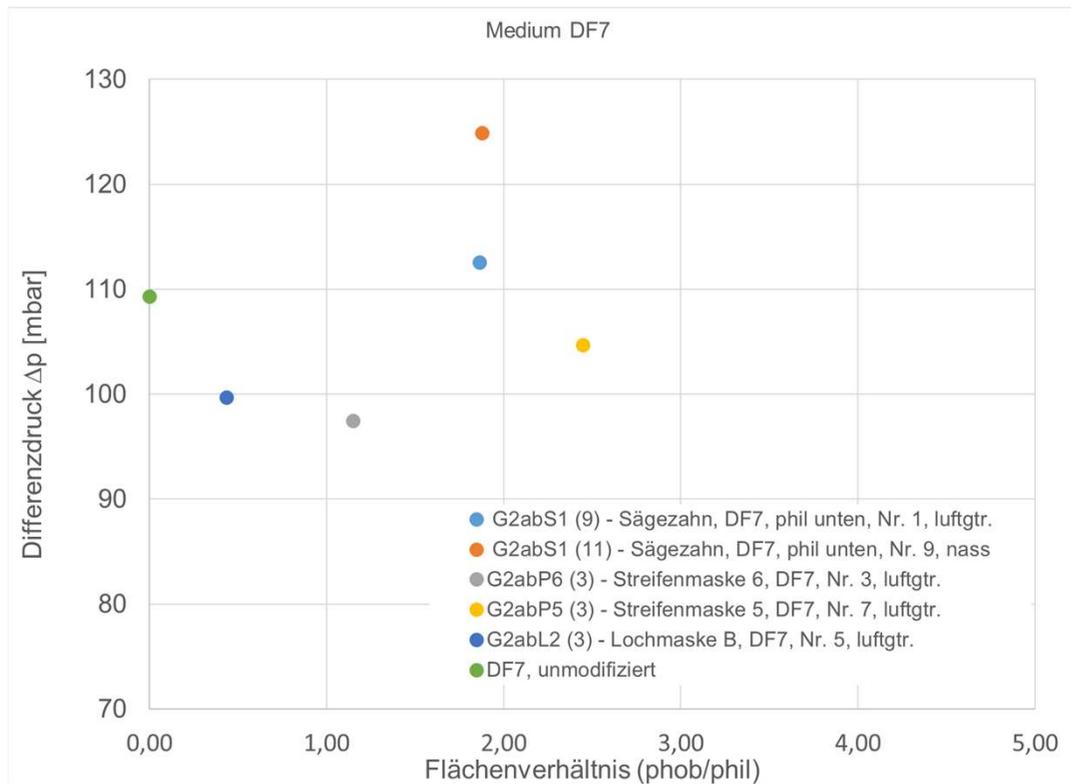
➔ **Deutlich längere Zeit tieferes Differenzdruckniveau als beim unmodifizierten Medium G**

# Allgemeingültigkeit – Vergleich offene Medien A, G und DF5



**Alle drei Medien zeigen nach Modifikation der  
Oberflächeneigenschaften eine Reduktion des Differenzdrucks**

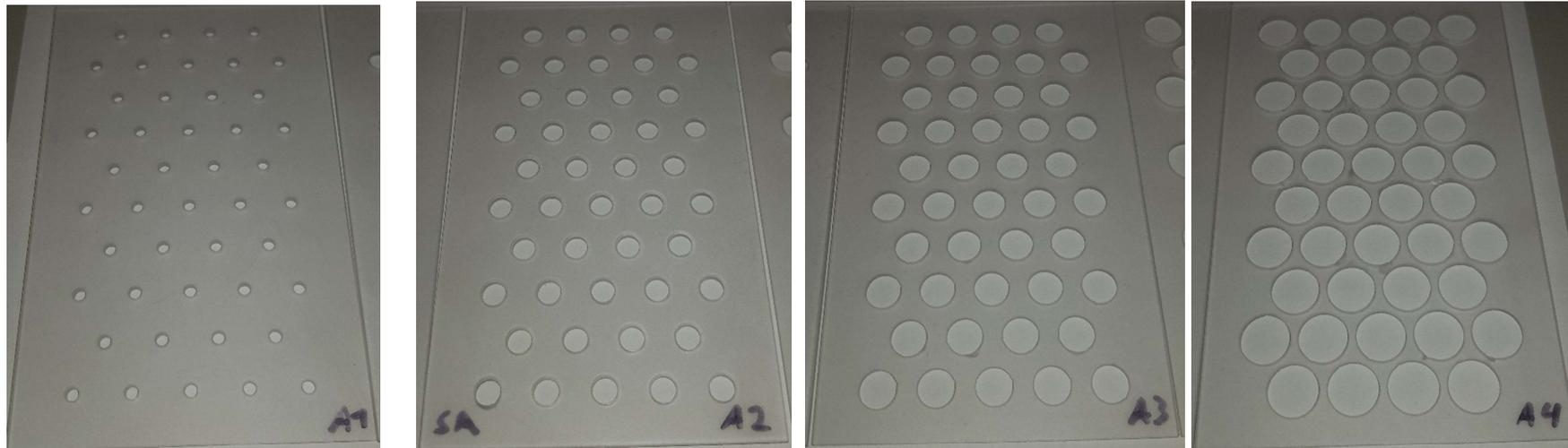
→ Effekt ist unabhängig vom Medium (offene Medien)



## 1. Effekt da, aber gering

- Grund → Struktur geblockt?
- Verfahrensoptimierung nötig

# Masken Generation 4 – Untersuchung zu Flächenverhältnisses, Strukturgröße



## 1. Gleiche Anzahl von Bohrungen

- 45 Bohrungen

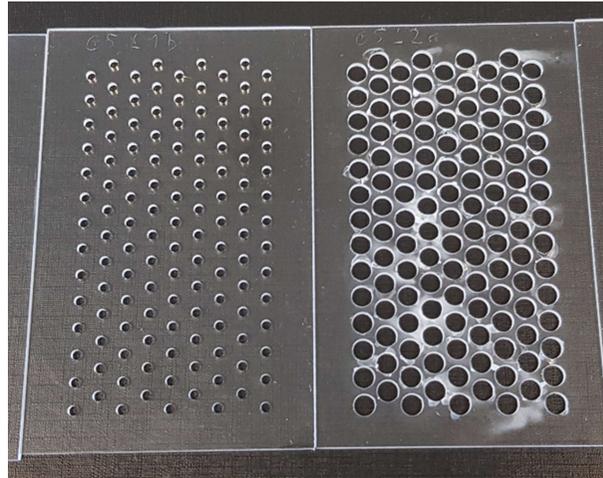
## 2. Variation des Durchmessers der Bohrungen

- Radius = 1,25 mm, 2,5 mm, 3,75 mm, 5 mm

## 3. Variation der Verhältnisses $phob$ zu $phil$

- Theoretisch: 0,038, 0,173, 0,496, 1,433

# Masken Generation 5 – Untersuchung zu Flächenverhältnisses, Strukturgröße



## 1. Gleiche Anzahl von Bohrungen

- 126 Bohrungen

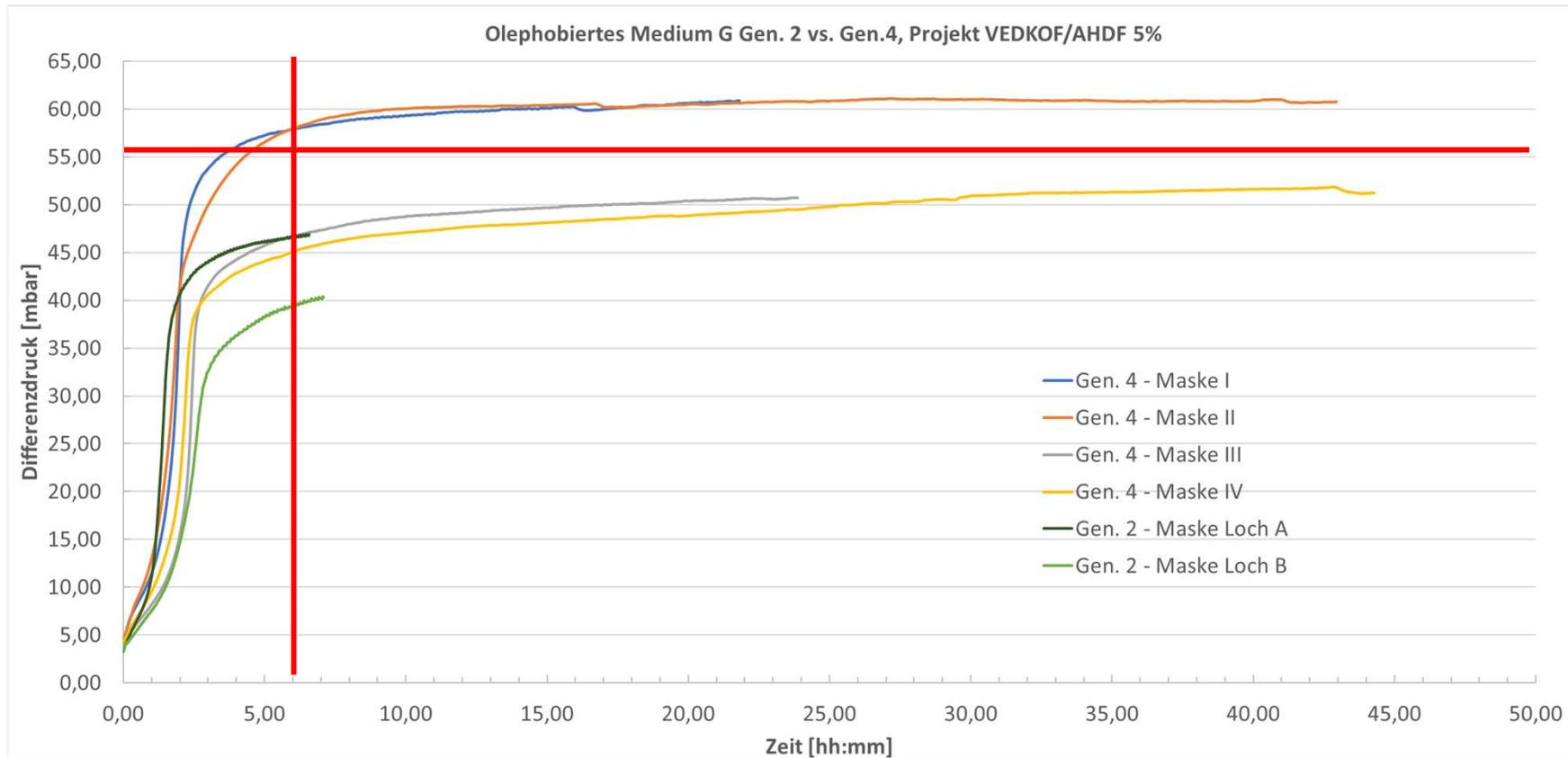
## 2. Variation des Durchmessers der Bohrungen

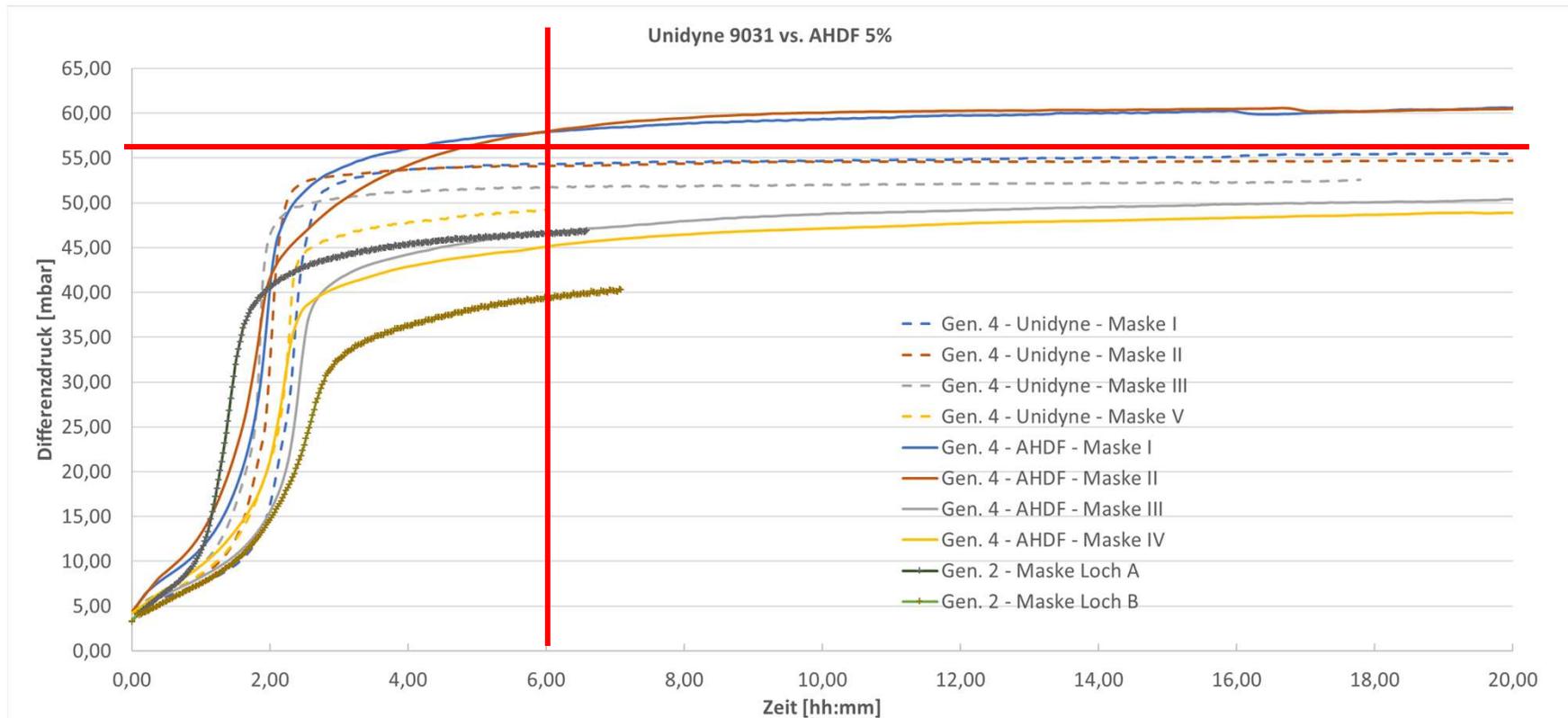
- Radius = 1,25 mm, 2,5 mm

## 3. Variation der Verhältnisses $\phi_{ob}$ zu $\phi_{il}$

- theoretisch: 0,115, 0,702

# AHDF modifizierte Medien – Masken Gen. 4

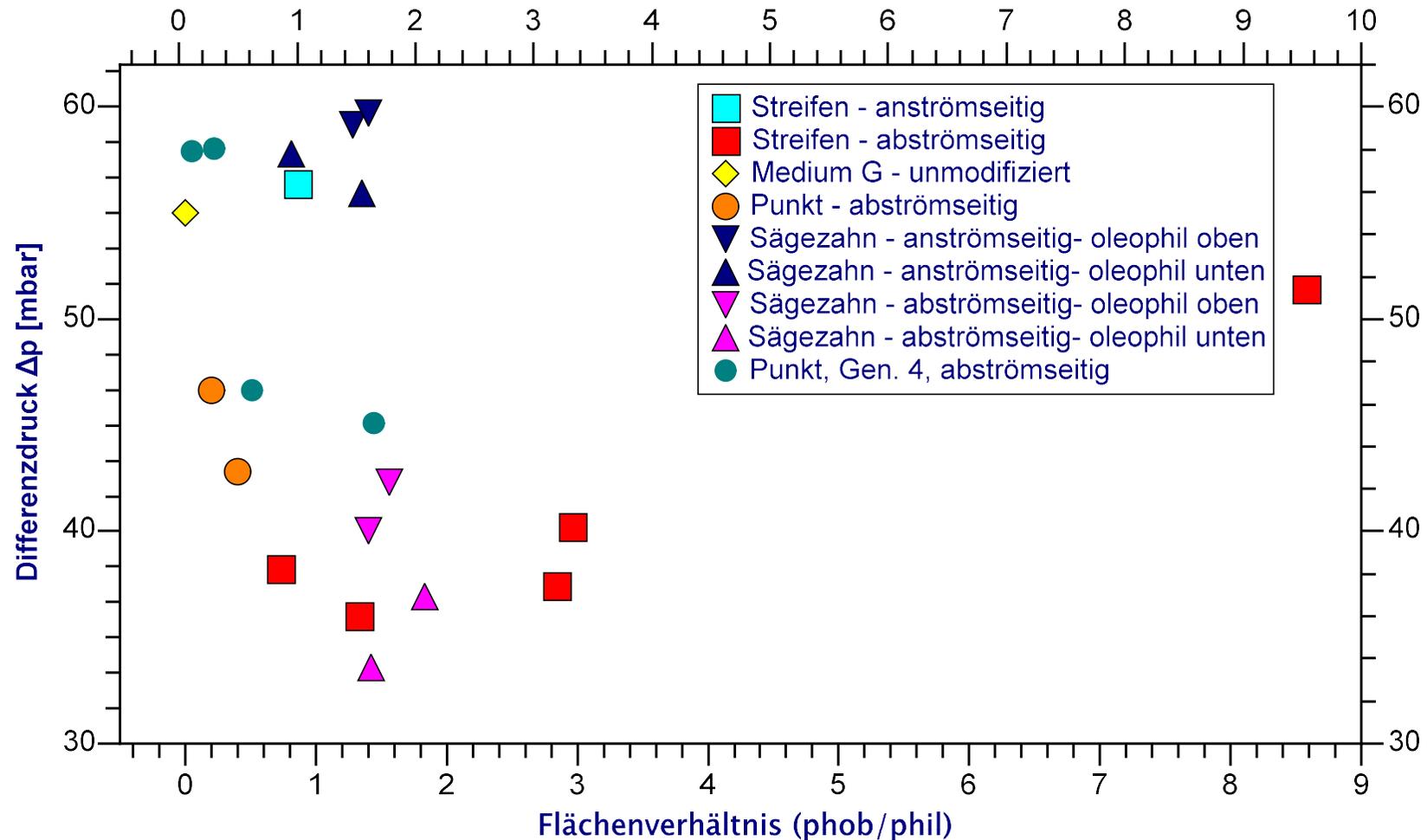


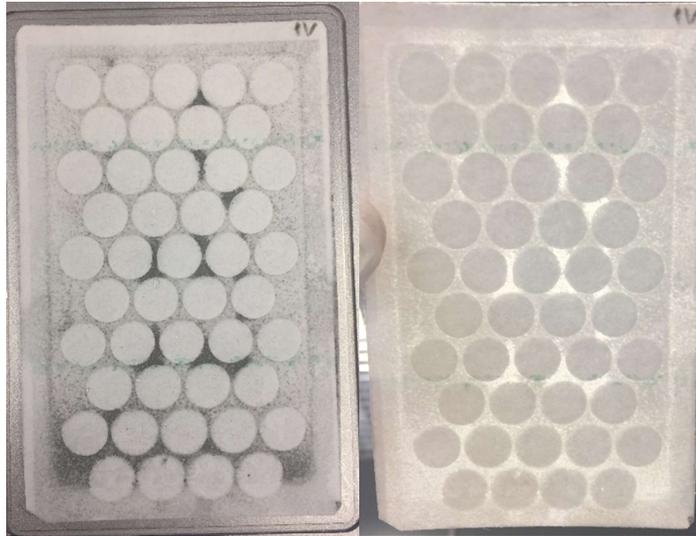


## Unidyne: Effekt da

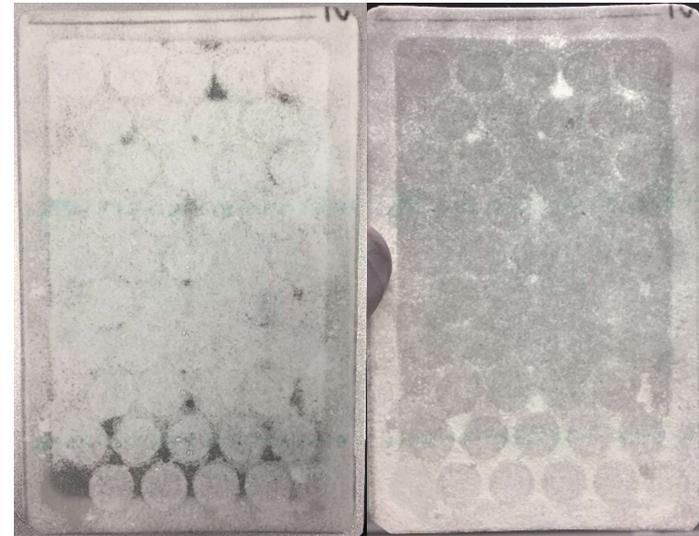
- weitere Prozessoptimierung benötigt

**Einfluss der partiellen Oberflächenmodifizierung auf den Differenzdruck**





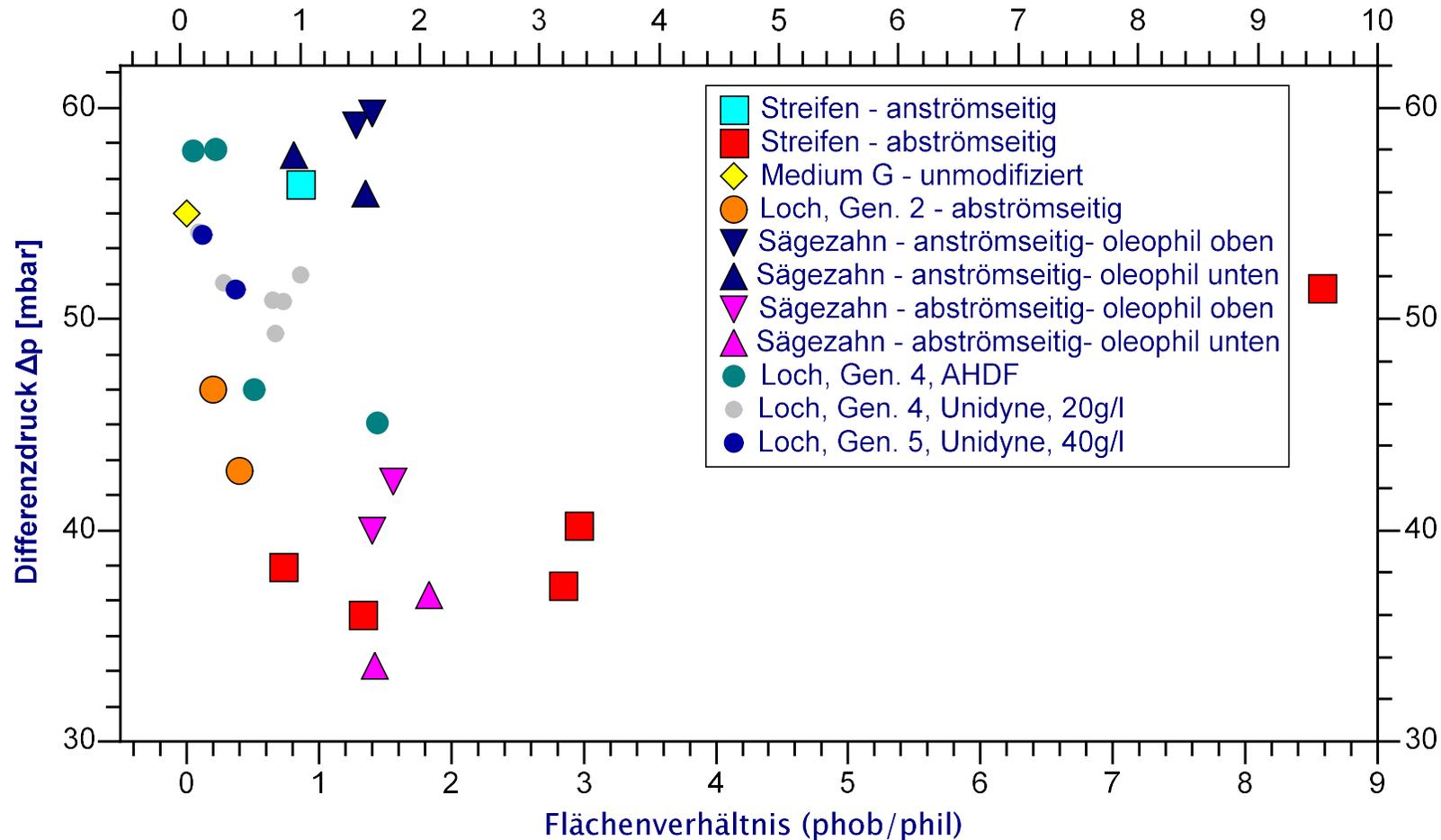
**G4abL4 (1)**  
**5% AHDF - Modifikation**



**G4abL4 (2)**  
**20 g/l Unidyne 9031 - Modifikation**

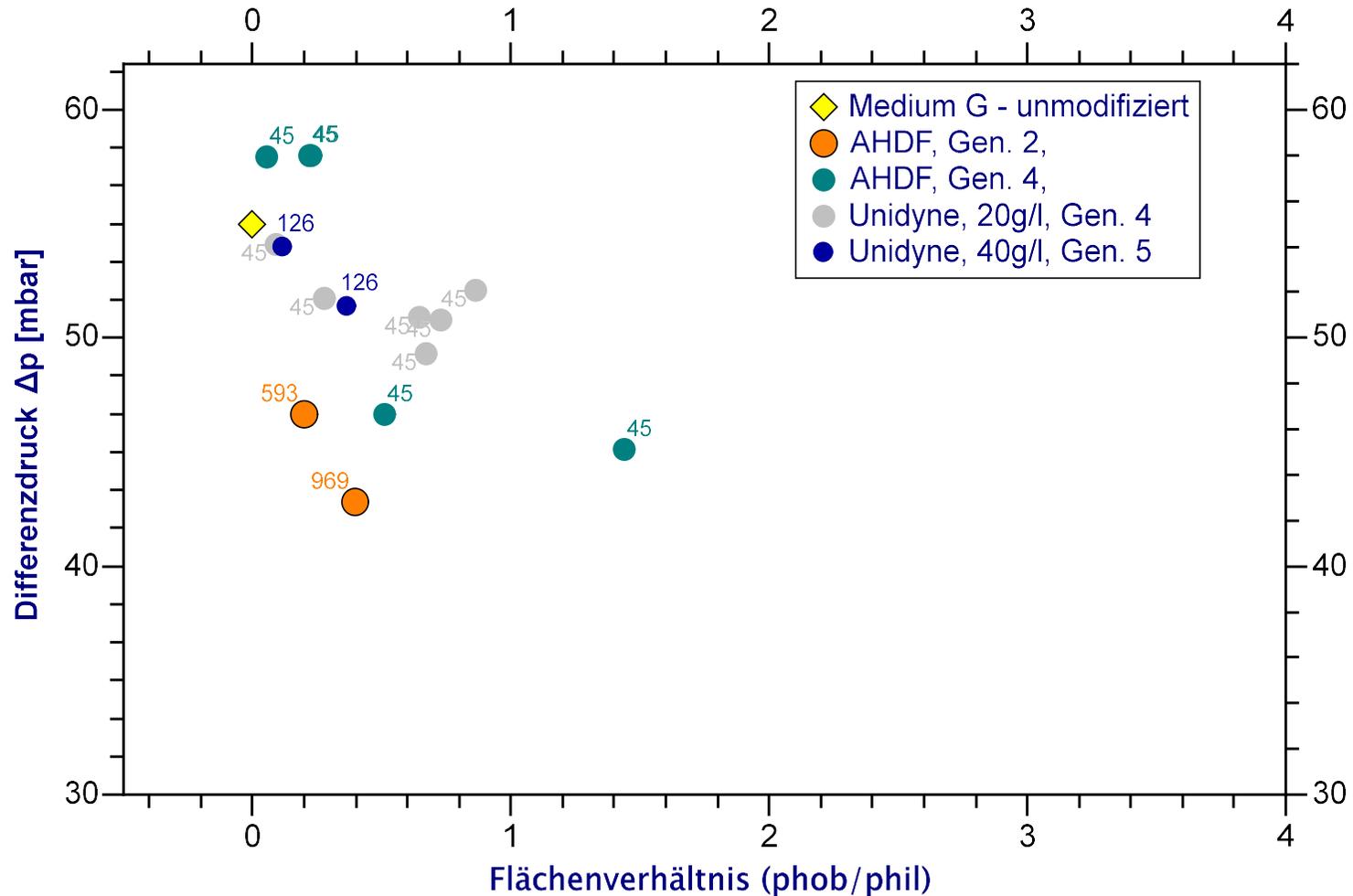
**→ Deutlichere Muster mit AHDF als mit Unidyne**

## Einfluss der partiellen Oberflächenmodifizierung auf den Differenzdruck



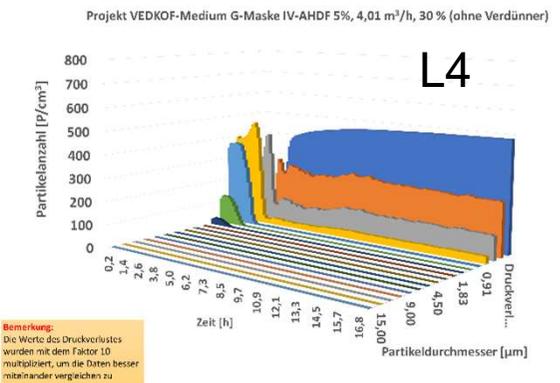
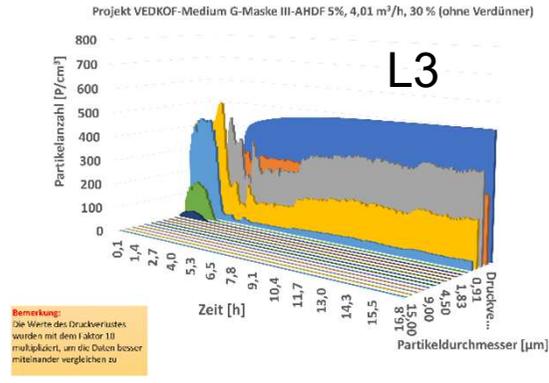
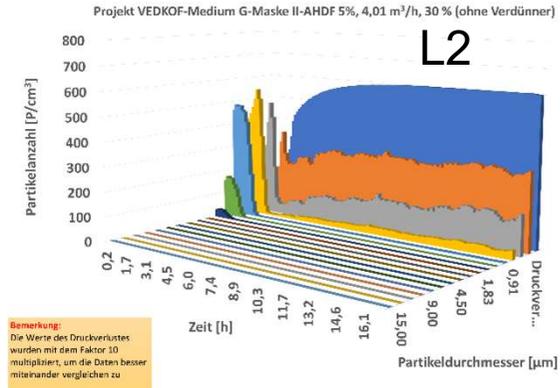
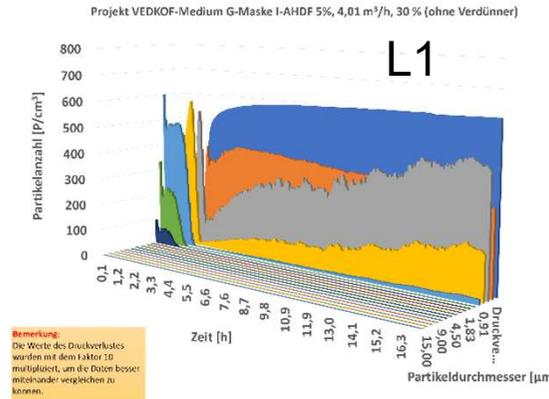
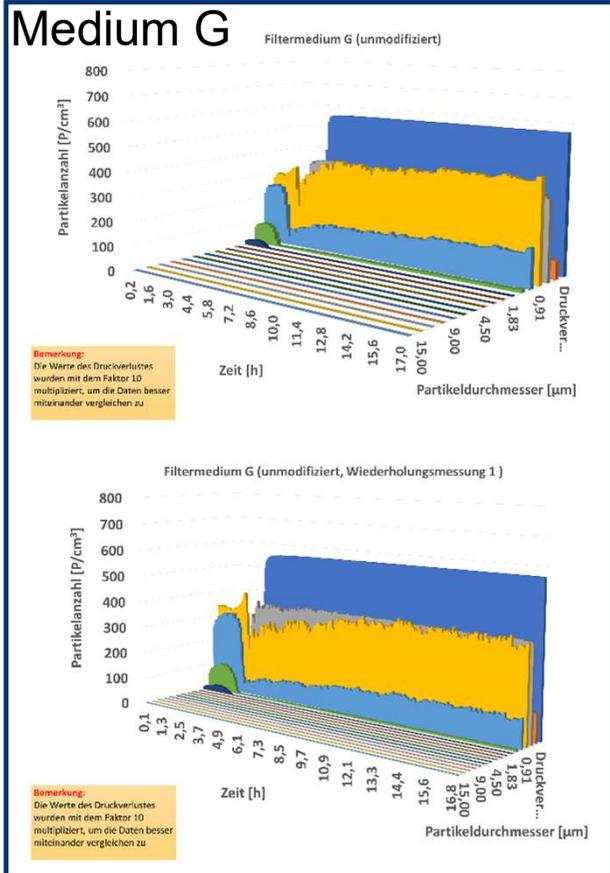
**Unidyne-Modifizierung zeigt den erhofften Effekt, aber weitere Prozessoptimierung notwendig**

Differenzdruck bei 6h bei unterschiedlicher Modifizierung - Lochmasken



Effekt durch filigranere Strukturen?

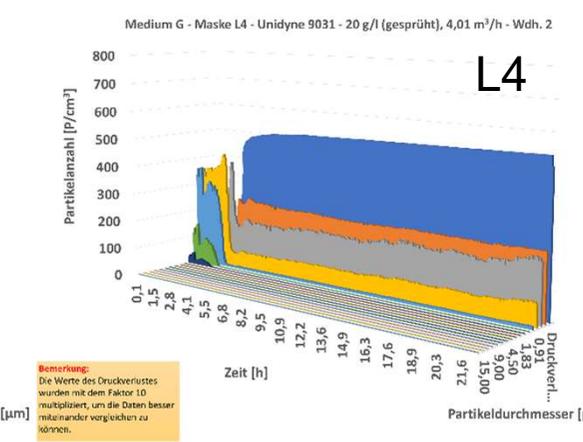
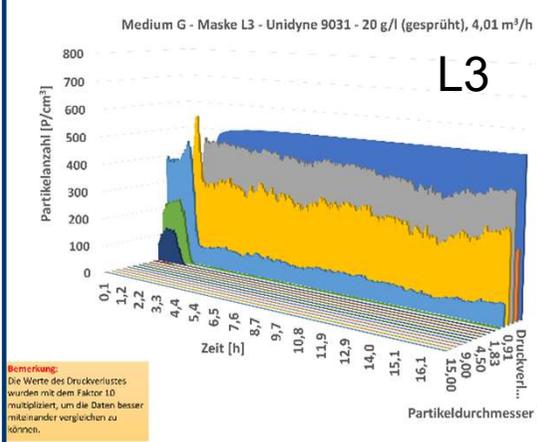
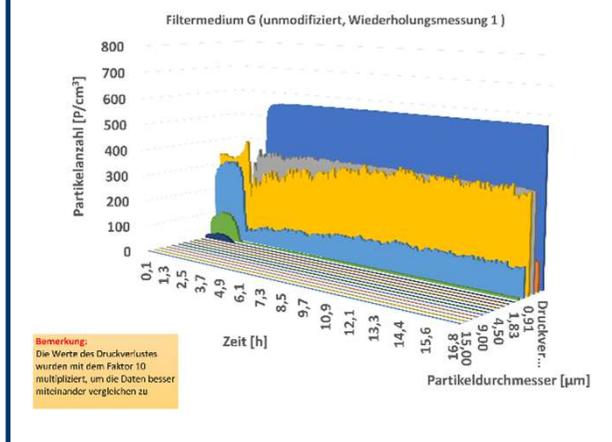
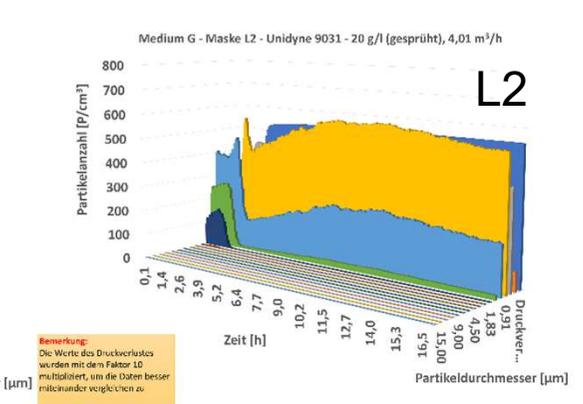
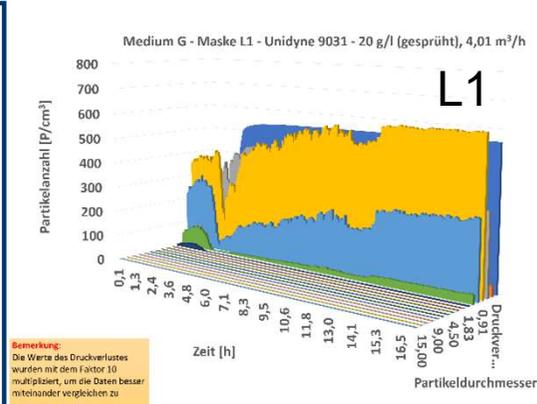
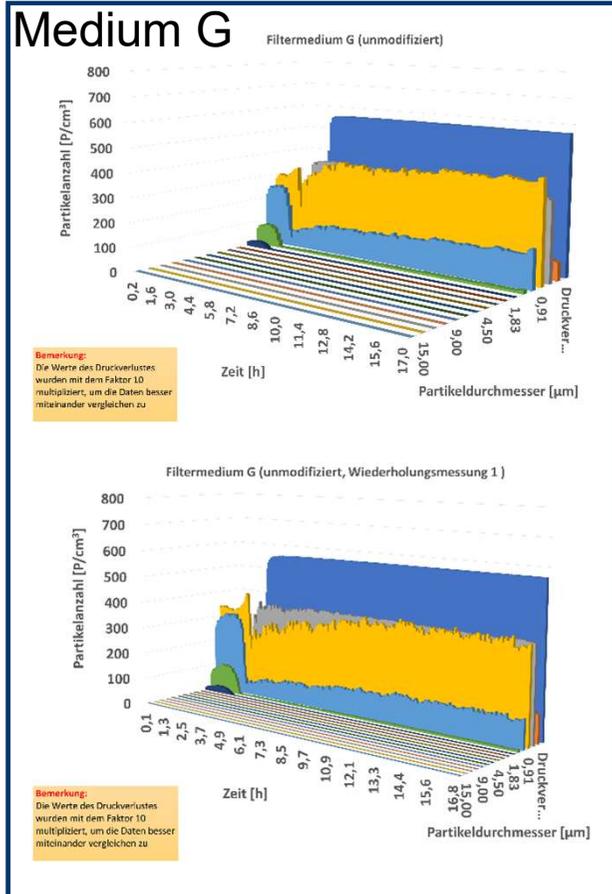
# Abscheideeffizienz: Medium G Partikelkonz. – Masken G4Lx - AHDF



**Bestimmung mit dem Alphasense OPC-N2 Sensor → ab ca. 300 Partikel pro cm<sup>3</sup>:  
Koinzidenz**

- **G:** geringe Konzentration an kleinen Partikeln und hohe an größeren → Überbewertung der großen Partikel, da wegen Koinzidenz mehrere kleine in der Messzelle als ein großes Partikel bewertet werden.
- **Modifizierte G:** Anteil kleine Partikel nimmt zu, größere ab → weniger Koinzidenz, daher scheint es insgesamt eine Abnahme der Partikelkonzentration zu geben → Abscheideeffizienz gesteigert durch die Modifikation

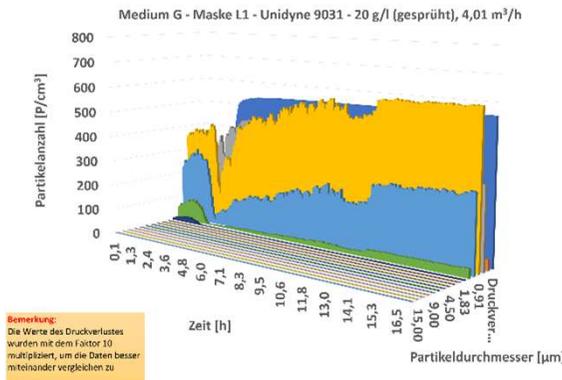
# Abscheideeffizienz: Medium G Partikelkonz. – Masken G4Lx – Unidyne 9031



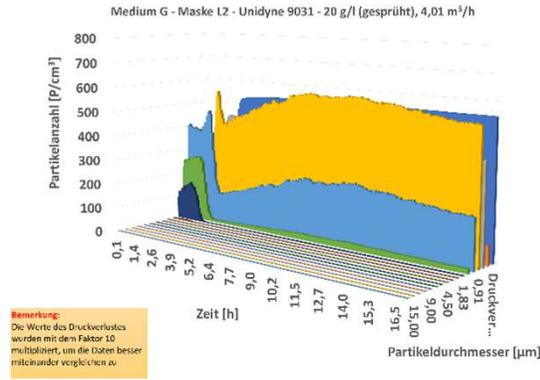
**Bestimmung mit dem Alphasense OPC-N2 Sensor → ab ca. 300 Partikel pro cm<sup>3</sup>:  
Koinzidenz**

- **G:** geringe Konzentration an kleinen Partikeln und hohe an größeren → Überbewertung der großen Partikel, da wegen Koinzidenz mehrere kleine in der Messzelle als ein großes Partikel bewertet werden.
- **Modifizierte G:** Kein Effekt auf die Abscheidung, außer bei dem Medium G4abL4 (5) → Warum?

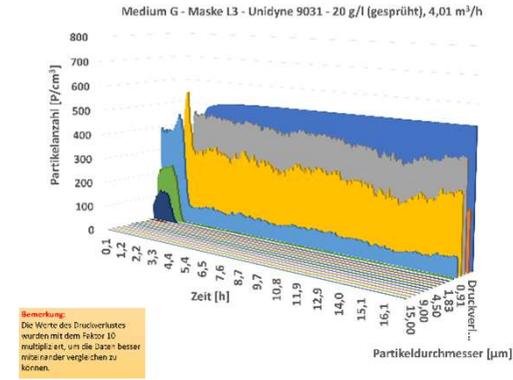
# Abscheideeffizienz: Partikelkonz. – Unidyne 9031 – Wiederholungsmessungen im Vergleich



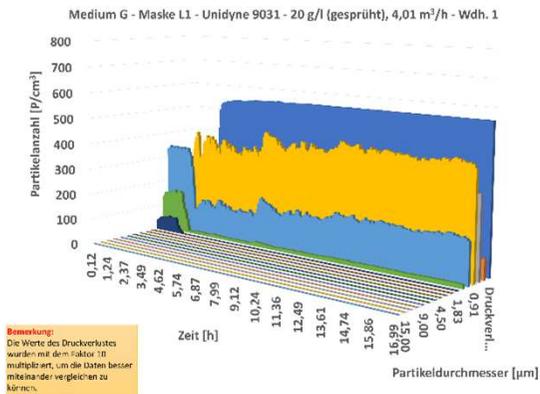
G4abL1 (3)



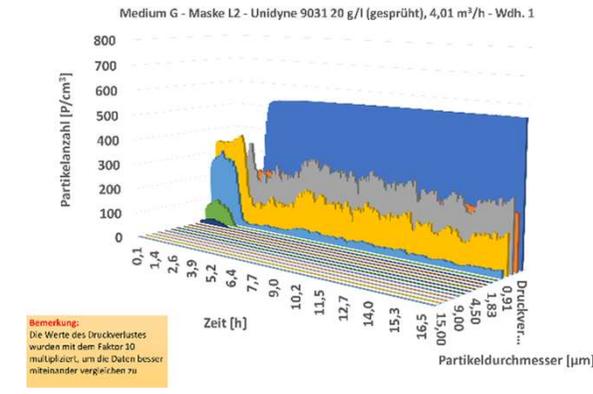
G4abL2 (3)



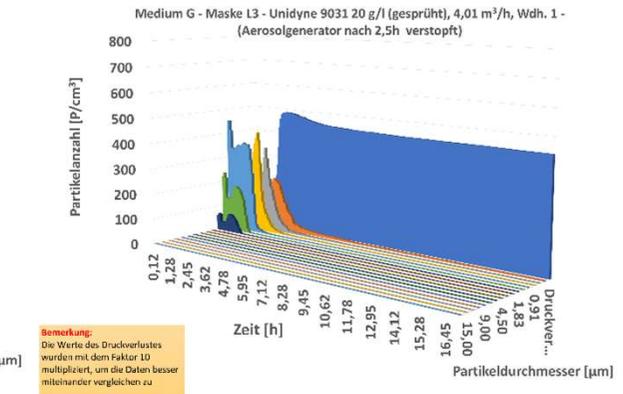
G4abL3 (2)



G4abL1 (4)

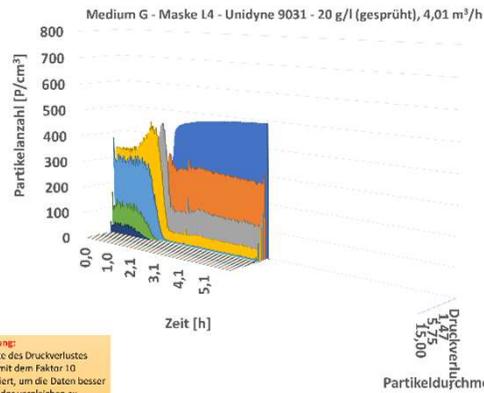


G4abL2 (4)

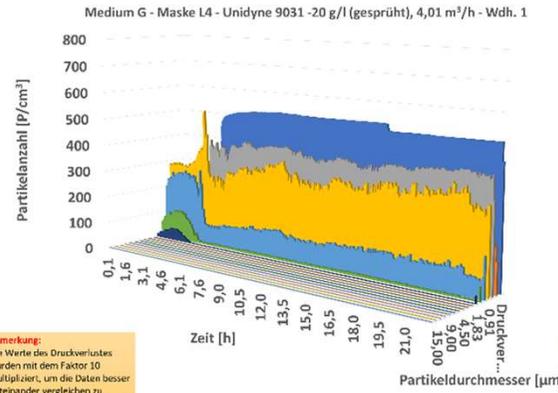


G4abL3 (3)

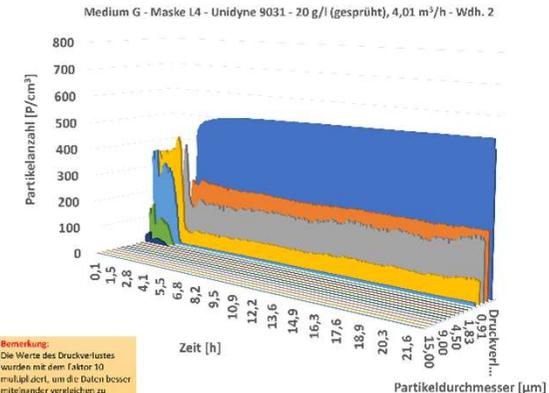
# Abscheideeffizienz: Partikelkonz. – Maske G4L4 – Unidyne 9031



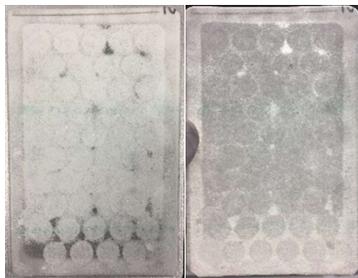
**Bemerkung:**  
Die Werte des Druckverlustes wurden mit dem Faktor 10 multipliziert, um die Daten besser miteinander vergleichen zu können.



**Bemerkung:**  
Die Werte des Druckverlustes wurden mit dem Faktor 10 multipliziert, um die Daten besser miteinander vergleichen zu können.



**Bemerkung:**  
Die Werte des Druckverlustes wurden mit dem Faktor 10 multipliziert, um die Daten besser miteinander vergleichen zu können.



G4abL4 (2)



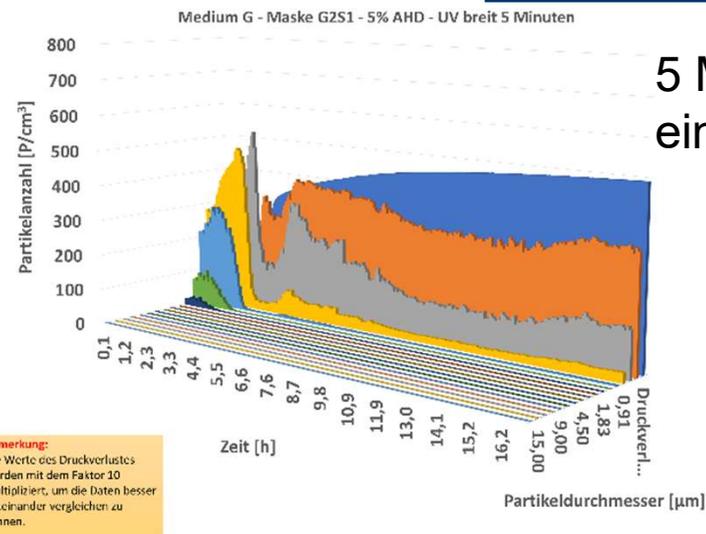
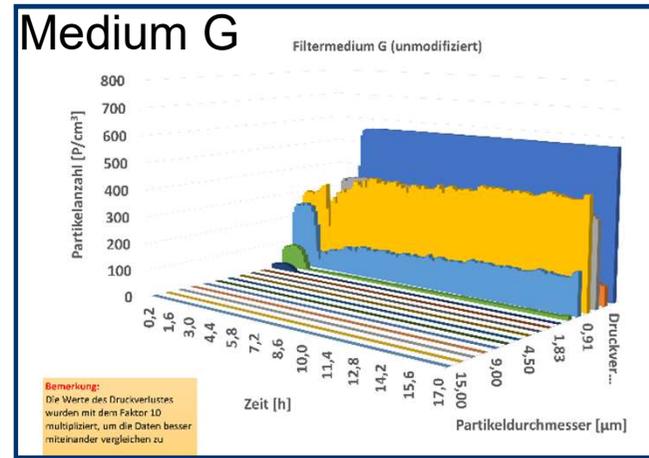
G4abL4 (4)



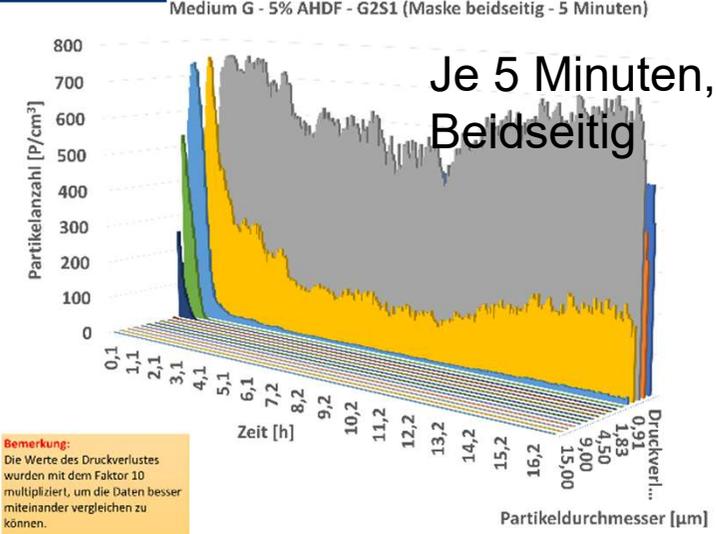
G4abL4 (5)

**G4abL4 (4) wurde im Gegensatz zu den anderen mit Wasser benetzt.**

# Abscheideeffizienz einseitige vs. beidseitige Behandlung



5 Minuten,  
einseitig



Je 5 Minuten,  
Beidseitig

➔ Einseitige Modifizierung scheint eine bessere Abscheideeffizienz zu zeigen

## Differenzdruck:

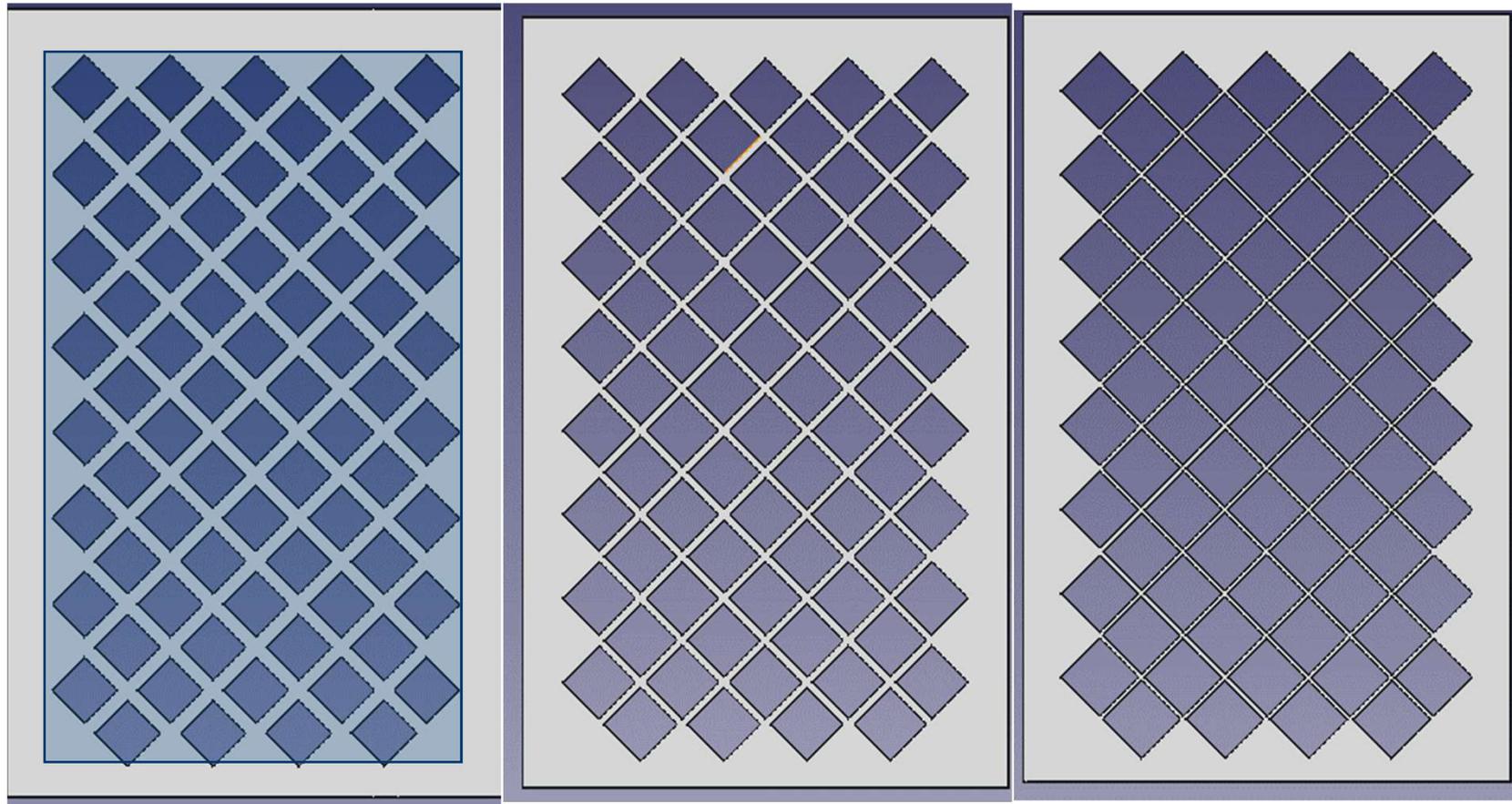
- Durch die Modifizierung wird generell eine Absenkung des delta p Wertes erreicht.
- Stärke des Effektes abhängig von
  - Dichte des Medium,
  - Art der Modifizierung
  - Präparationsmethode

## Abscheideeffizienz:

- Deutlicher Effekt durch Modifizierung erkennbar
- AHDF-Modifizierung zeigt eine bessere Abscheideeffizienz als die Unidyne-Modifizierung

## Offene Fragen:

- Wie muss die ideale Modifizierung gestaltet sein?
- Präparation: nur an der Oberfläche oder auch in tiefen Schichten?
- Verhalten bei einem Flächenverhältnis  $\text{phob}/\text{phil} > 2$  ?



## 1. Verhältnis phob/phil

- ~1, ~2, ~3

# Danksagung



## Vielen Dank an Kollegen und Projektpartner:

IUTA: Wolfgang Mölter-Siemens, Kiarash Varzandeh, David Habryka, Anna Caspari, Stefan Schumacher, Burkhard Stahlmecke, Christof Asbach

DTNW: Beate Gebert, Larisa Tsarkova, Thomas Bahnners



Ministerium für Innovation,  
Wissenschaft und Forschung  
des Landes Nordrhein-Westfalen



EUROPÄISCHE UNION  
Investition in unsere Zukunft  
Europäischer Fonds  
für regionale Entwicklung



IGF-Projekt-Nr. 19918 N

Gefördert durch:

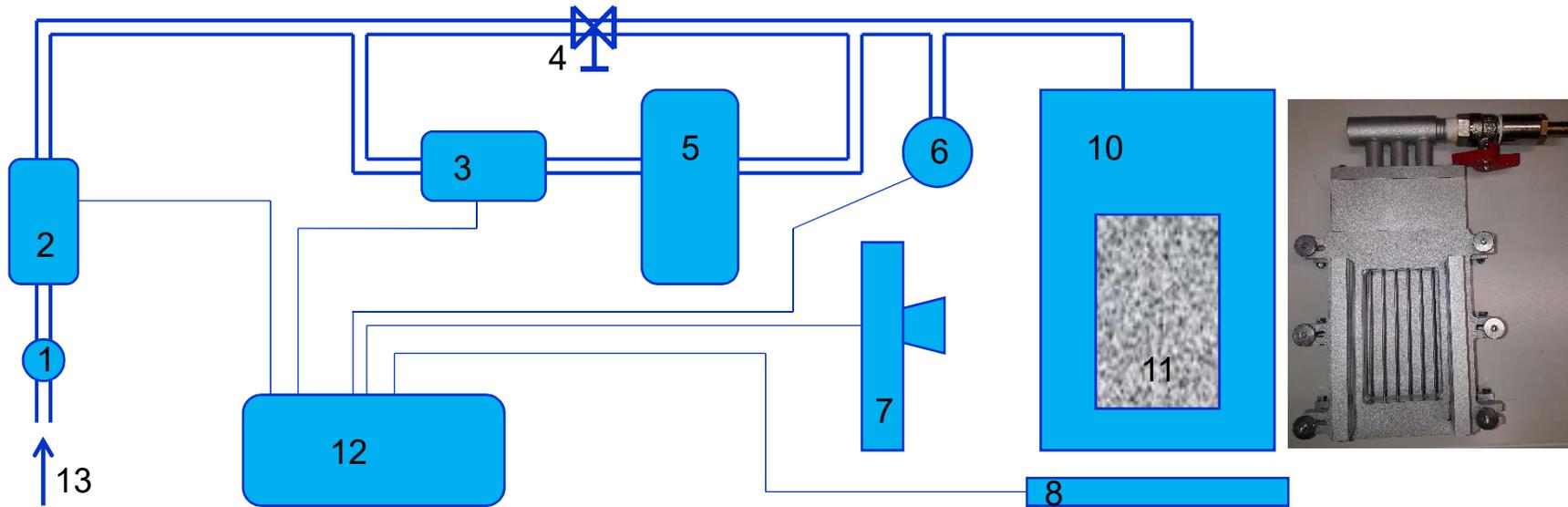


Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

# Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit

# Flachmedienprüfstand



**1: Druckminderer**

**2: MFC 1**

**3: MFC 2**

**4: Drossel**

**5: Tröpfchengenerator**

**6: Druckmessdose**

**7: Kamera**

**8: Waage**

**10: Filterhalter**

**11: Prüfling (Filtermedium)**

**12: Rechner**

**13: Druckluftversorgung**

# Trockendifferenzdruck

