

# Schlussbericht vom 30.04.2024

---

zu IGF-Vorhaben Nr. 21685 N

## Thema

Entwicklung von Filtermedien aus Membran-Gewebe-Kompositen für kontinuierlich betriebene Filteranlagen zur gasdurchsatzlosen Kuchenfiltration

## Berichtszeitraum

01.08.2021 – 31.01.2024

## Forschungsvereinigung

Forschungs-Gesellschaft Verfahrens-Technik e.V. - GVT

## Forschungseinrichtung(en)

Rheinland-Pfälzische Technische Universität Kaiserslautern-Landau (RPTU)

Lehrstuhl für Mechanische Verfahrenstechnik

Nikolai Benz, Sergiy Antonyuk

Gefördert durch:

## Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	3
Tabellenverzeichnis	4
1. Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung	5
2. Voruntersuchungen für die Herstellung der Kompositwerkstoffe	8
2.1. Aufbau und Untersuchung des Filtrationsmessaufbaus nach VDI 2762	8
2.1.1. Partikelsystem und Filtermedium	8
2.1.2. Versuchsaufbau nach VDI 2762 mit standardmäßiger Laborwaage	10
2.1.3. Versuchsaufbau nach VDI 2762 mit hochauflösender Schnellwaage	11
2.1.4. Auswertemethoden	12
2.1.5. Einfluss des Versuchsaufbaus auf die gemessene Filtrationskurve	14
2.2. Mikro-Computertomographie: Bildgebung/Arbeitsprinzip und Bilderstellung	20
2.2.1. Theoretische Grundlagen	20
2.2.2. Verifizierung der Messauflösung	21
3. Herstellung von Membran-Gewebe-Kompositen	24
3.1. Herstellung mittels flächigen Fügeverfahren	24
3.1.1. Flächenverschweißung mit Heizstempel	24
3.2. Herstellung mittels punktuellen Fügeverfahren	28
3.2.1. Ultraschallschweißung	28
3.2.2. Punktverschweißung mit Heizstempel	30
3.2.3. Herstellung von Membran-Gewebe-Kompositen mittels Punktverklebung	32
4. Untersuchung der entwickelten und hergestellten Membran-Gewebe-Komposite	35
4.1. Bestimmung der Filterwiderstände	35
4.1.1. Bestimmung der Filterwiderstände von Referenzfilterelementen	35
4.1.2. Bestimmung des Filtermittelwiderstands und des Bubble-Points der punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposite	36
4.1.3. Bestimmung der Filtermittelwiderstände der punktgeklebten Membran-Gewebe-Komposite	38
4.2. $\mu$ CT-Aufnahmen und Bildanalyse der Membran-Gewebe-Komposite	42
4.2.1. Tomographie der punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposite	42
4.2.2. Bestimmung der Klebepunktposition und Oberflächenabdeckung bei den geklebten Membran-Gewebe-Kompositen	42
4.3. Verbindungsfestigkeit und Delaminationsverhalten unter Scherbelastung	47
5. Aufbau eines Pilot-Trommelfilters	51
6. Abschätzung der Energieeinsätze bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung	53

7. Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten	56
8. Verwendung der Zuwendungen	57
9. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	57
10. Einschätzung der Realisierbarkeit des Transferkonzept	57
11. Ergebnistransfer in die Wirtschaft	57
11.1. Spezifische Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit	57
11.2. Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach Abschluss des Vorhabens	58
12. Literaturverzeichnis	60

### Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematischer Aufbau eines Vakuumtrommelfilters	5
Abbildung 2: Gasdurchsatz bei Gewebe als Filtermedium (a) / Membran-Gewebe-Komposit (b)	6
Abbildung 3: Partikelgrößenverteilung Q3 von PCC	8
Abbildung 4: REM-Bild der PCC-Partikel	9
Abbildung 5: REM-Aufnahme der Membranoberfläche (MicroPES 12F)	9
Abbildung 6: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Vliesstoffes - (a) Anströmseite (b) Filtratseite	10
Abbildung 7: Lichtmikroskopische Aufnahme des Multifilament-Gewebes – Anströmseite	10
Abbildung 8: Verbesserter Prüfaufbau nach VDI 2762	12
Abbildung 9: Einfluss der Messauflösung auf das V/t-Diagramm	14
Abbildung 10: Einfluss der Messauflösung auf das t/V-V-Diagramm	15
Abbildung 11: Einfluss der Messauflösung auf das t/V-V-Diagramm	16
Abbildung 12: Einfluss der Messauflösung auf das t/V-V-Diagramm	17
Abbildung 13: Einfluss der Messauflösung auf den Filtermittelwiderstand	17
Abbildung 14: Einfluss der Messauflösung auf den Filterkuchenwiderstand	18
Abbildung 15: Einfluss der Messauflösung auf den Filtermittelwiderstand	19
Abbildung 16: Einfluss der Messauflösung auf den Filterkuchenwiderstand	19
Abbildung 17: Schnittbilder der Membran mit Klebepunkten auf der Oberfläche, aufgenommen bei verschiedenen Auflösungen (1a - Voxelgröße: 2,45 µm; 2a - Voxelgröße: 12,32 µm) mit den markierten Festkörperflächenanteilen mittels Treshholds (1b,2b).	22
Abbildung 18: Einzelner Klebepunkt auf der Membranoberfläche, aufgenommen mit SEM (roter Pfeil: Länge des Klebepunkts).	22
Abbildung 19: Rekonstruierte Oberfläche der Membran mit den Klebepunkten, gemessen mit einer Voxelgröße von 12,32 µm (a) und 2,45 µm (b)	23
Abbildung 20: Großer Flächenheizstempel für die thermische Fügung	24
Abbildung 21: Querschnitt des großen Flächenheizstempels mit verbautem Heizelement	25
Abbildung 22: Entwickelte Heizelementsteuerung	25
Abbildung 23: Makroskopische Schrumpfung von Monofilament-Geweben	26
Abbildung 24: Mikroskopische Schrumpfung von Monofilament-Geweben unter Wärmeeinfluss	27
Abbildung 25: Auswirkungen der thermischen Schrumpfung auf den Filtermittelleerwiderstand	27
Abbildung 26: Sonotroden der Firma Weber Ultrasonic AG	29
Abbildung 27: Ultraschallgeschweißte Muster der Firma Weber Ultrasonic AG	29

Abbildung 28: Punktheizstempel mit 2 mm Spitzendurchmesser	30
Abbildung 29: Vorrichtung zur Punktschweißung (links), einzelne Schweißpunkte (rechts)	31
Abbildung 30: Punktgeschweißtes Membran-Gewebe-Komposite Filterelement	32
Abbildung 31: Schematischer Aufbau des durch Punktverklebung hergestellten Membran-Gewebe-Komposits	33
Abbildung 32: Punktverklebtes Membran-Gewebe-Komposit bestehend aus PP-Gewebe 05-4-660 K PHARMA und PES-Membran MicroPES™ 12F	33
Abbildung 33: Punktverklebte Membran-Gewebe-Komposite Version 1 (links) und Version 2 (rechts)	34
Abbildung 34: Filtermittelwiderstände Referenzfiltermedien	35
Abbildung 35: Filtermittelleerwiderstand der punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposite	36
Abbildung 36: Bubble-Point des punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposits und des Gewebes (Sefar Tetex Multi 05-6-342 K)	37
Abbildung 37: Blasenbildung beim Erreichen des Eintrittskapillardrucks	37
Abbildung 38: Schweißpunkt mit Zusatzmaterial nach der Dichtigkeitsprüfung im Porometer	38
Abbildung 39: Filtermittelwiderstände des punktgeklebten Komposits Version 1	39
Abbildung 40: Filtermittelleerwiderstände des punktgeklebten Komposits Version 2	40
Abbildung 41: Filtermittelleerwiderstände des punktgeklebten Komposits Version 3	41
Abbildung 42: Schnittbild des punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposits	42
Abbildung 43: Schnittbild des geklebten Membran-Gewebe-Komposits (Version 1)	43
Abbildung 44: Micro-CT-Spannvorrichtung für Filterelemente mit geklebtem Membran-Gewebe-Komposit der zweiten Version	44
Abbildung 45: Schnittbild des Membran-Gewebe-Komposits (Version 2)	44
Abbildung 46: Festlegung der Schwellenwerte für die Auswertung der $\mu$ CT-Messungen	45
Abbildung 47: Volumenanteil des Klebstoffs pro Schnittbild über die gesamte Probe	45
Abbildung 48: Oberflächenverteilung zwischen Klebstoff und freier Fläche	46
Abbildung 49: Schnittbild des Membran-Gewebe-Komposits (Version 3)	46
Abbildung 50: Versuchsaufbau für den Delaminations- (a) und den Zugversuch (b), wobei die	47
Abbildung 51: Typisches Kraft-Weg-Diagramm bei einer Delaminationsprüfung	48
Abbildung 52: Delaminationsbruchkraft der Membran-Gewebe-Komposite, gemessen mit dem Versuchsaufbau nach <i>Abbildung 49 a</i>	49
Abbildung 53: Abbildung der Bruchfläche, aufgenommen mit der Hochgeschwindigkeitskamera mit einer Detailaufnahme eines Klebepunkts, aufgenommen mittels REM	49
Abbildung 54: Zugbruchkräfte der Membran MicroPES 12F, des Gewebes 05-130-200 W und des Membran-Gewebe-Komposits, gemessen mit dem Versuchsaufbau gemäß <i>Abbildung 40 b</i>	50
Abbildung 55: Aufbau des Pilot-Trommelfilters mit Peripheriegeräten	51
Abbildung 56: Filterkuchenaufbau auf dem Pilot-Trommelfilter – 15 m% PCC bei 0,6 bar	52
Abbildung 57: Filtrationsergebnis mit Aufzeichnung des Gasstroms (Nonwoven)	54
Abbildung 58: Filtrationsergebnis mit Aufzeichnung des Gasstroms (Gewebe)	54
Abbildung 59: Filtrationsergebnis mit Aufzeichnung des Gasstroms (Komposit)	55
Abbildung 60: Schematische Aufteilung eines Vakuumtrommelfilters	55

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Charakteristische Eigenschaften der Filtermedien .....	10
Tabelle 2: Übersicht der geklebten Komposite .....	34

## 1. Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung

Im Bereich der kuchenbildenden Fest-Flüssig-Trennung wird seit langem die Realisierung einer gasdurchsatzfreien Kuchenfiltration erforscht, da eine Kuchenfiltration ohne Gasdurchsatz bei der Entfeuchtung zu erheblichen Energieeinsparungen führen würde und ebenso zur Reduzierung der mechanisch erreichbaren Restfeuchte in Filterkuchen beitragen könnte. Als Kuchenfiltration bezeichnet man allgemein ein Verfahren zur Abtrennung von Partikeln aus flüssigen Suspensionen, welches beispielsweise mit rotierenden Vakuumtrommelfiltern durchgeführt wird. Ein schematischer Aufbau eines Vakuumtrommelfilters ist in Abbildung 1 gezeigt.

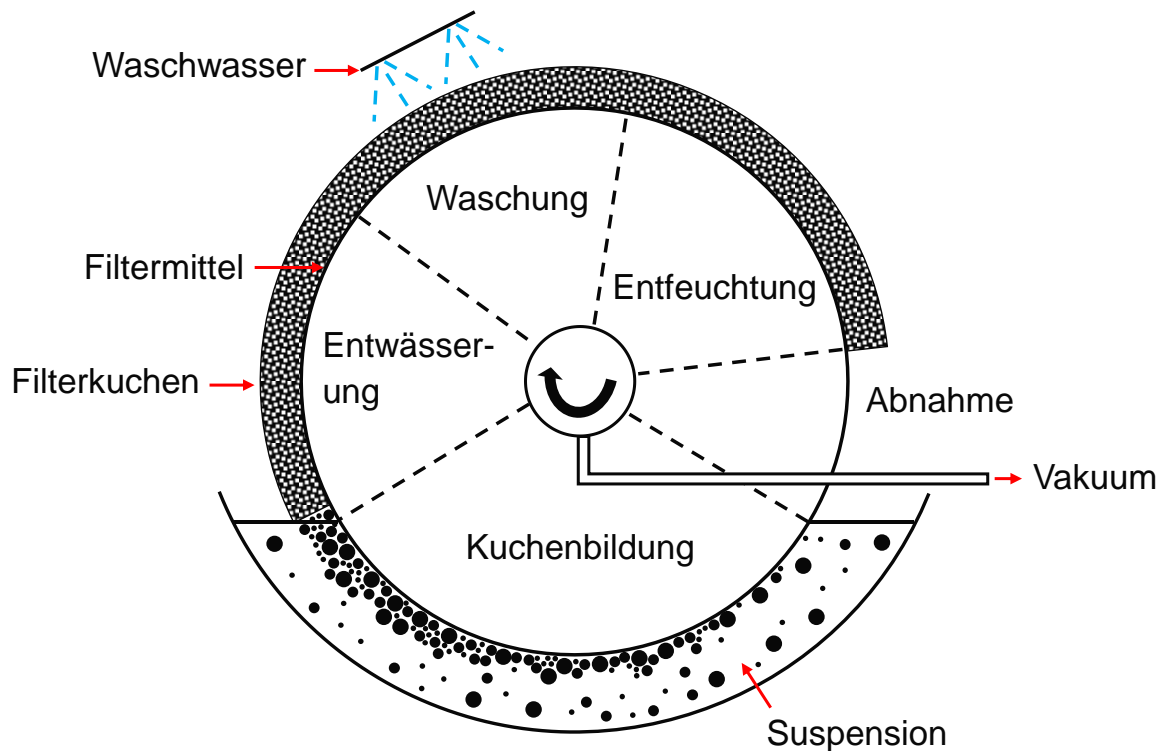


Abbildung 1: Schematischer Aufbau eines Vakuumtrommelfilters

Das Grundprinzip des Abscheidungsmechanismus besteht darin, dass die mit einem Filtermedium bedeckte Filtertrommel in einer gerührten Suspension rotiert. Die Partikel lagern sich durch das innen anliegende Vakuum auf der Oberfläche des Filtermediums in Form eines Filterkuchens ab, wobei das Filtrat kontinuierlich aus der Filtertrommel ausgezogen wird. Nach der Partikelabscheidung wird der Filterkuchen entwässert, gegebenenfalls gewaschen und anschließend entfeuchtet [1,2]. Filterkuchen, die bei dieser Filtration von konzentrierten Suspensionen in kontinuierlich arbeitenden Filtern entstehen, werden häufig anschließend ebenfalls thermisch getrocknet, um das trockene Endprodukt zu erhalten.

---

### Teile dieses Kapitels wurden bereits veröffentlicht in:

Benz, N.; Krull, F.; Nikolaus, K.; Antonyuk, S. Membrane–Fabric Composite Filter Media for Continuous Cake Filtration without Gas Throughput Using Paste Dot Coating with Adhesive. *Membranes* 2023, 13, 801. <https://doi.org/10.3390/membranes13090801>

Dies ist in der gesamten Herstellungskette der teuerste Prozessschritt, da die verbleibende Flüssigkeit durch Wärmezufuhr verdampft werden muss. Eine vorgelagerte mechanische Filterkuchenentwässerung wie z. B. die Gasdifferenzdruckentfeuchtung kann die Feuchtigkeit im Filterkuchen und damit den Energiebedarf für die anschließende thermische Trocknung erheblich reduzieren [3,4]. Deshalb besteht seit Jahrzehnten der Wunsch nach einer gasdurchsatzlosen Filterkuchenentfeuchtung im großindustriellen Maßstab. Während die erforderlichen Eigenschaften des Filtermediums und die nötigen Betriebsparameter der Filterapparatur bereits seit Jahrzehnten in der Literatur hinreichend bekannt sind, ist der Übergang vom Labormaßstab zu größeren, industriell relevanten Maßstäben bis heute noch nicht gelungen [5–7]. Diese Lücke sollte innerhalb dieses Forschungsprojektes geschlossen werden.

Allgemein wird bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung die im Porensystem des Filterkuchens vorhandene Flüssigkeit nach Überwindung des Eintrittskapillardrucks entfernt. Bei feinkörnigen kohäsiven Partikelsystemen treten jedoch entleerte Poren und Risse im Filterkuchen auf, die zu einem unerwünschten Gasdurchsatz führen [8–10]. In Abbildung 2 ist schematisch der Unterschied zwischen der Filterkuchenentfeuchtung eines solchen Partikelsystems mit Gasdurchsatz (bei Verwendung von Gewebe als Filtermedium (a)) und ohne Gasdurchsatz (bei Verwendung eines in diesem Projekt entwickelten Membran-Gewebe-Komposits (b)) gezeigt. Dabei beschreibt  $\dot{V}_G$  den Gasstrom und  $\dot{V}_L$  den Flüssigkeitsstrom.

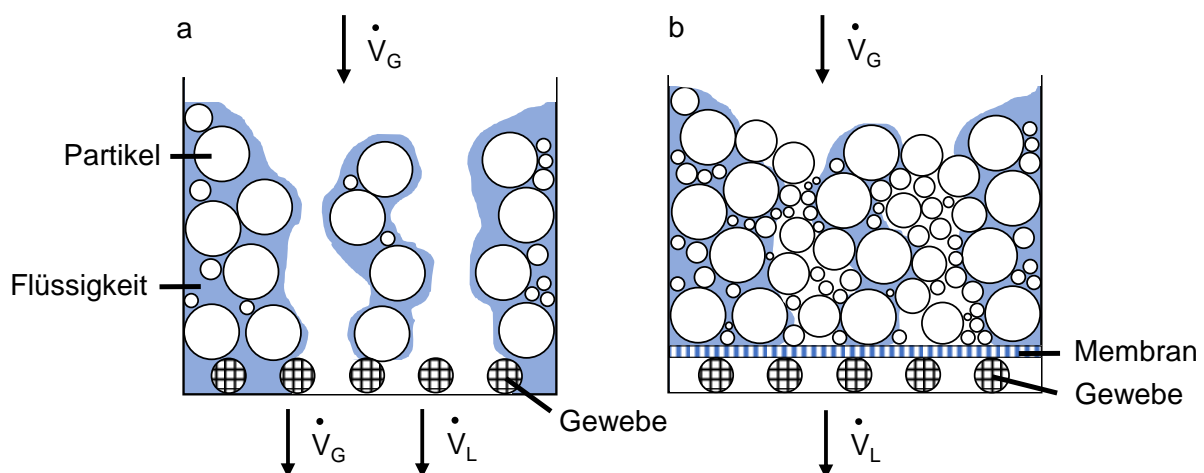


Abbildung 2: Gasdurchsatz bei Gewebe als Filtermedium (a) / Membran-Gewebe-Komposit (b)

Dieser entstehende Gasdurchsatz hat wirtschaftliche und technische Nachteile, da er von der Vakuumpumpe, die den Trommelfilter und die Filtration antreibt, kompensiert werden muss. Eine gasdurchsatzlose Filtration könnte somit nicht nur die Restfeuchte im Filterkuchen reduzieren und damit die notwendige Energie für die der Filtration nachgelagerte thermische Trocknung, sondern auch die Pumpenleistung zum Aufrechterhalten der Druckdifferenz des anliegenden Vakuums. Mit einem gasdichten Filtermedium wäre es darüber hinaus sogar möglich, die Filtration ganz ohne Vakuumpumpe und nur durch eine hydrostatisch induzierte Druckdifferenz zu betreiben [6]. In der Vergangenheit hat sich gezeigt, dass ebenso die Konsolidierung des Filterkuchens zu einer geringeren Rissbildung und auch zu einer geringeren Restfeuchte im Filterkuchen führen kann [11,12]. Die Verfestigung des Filterkuchens durch beispielsweise eine Vibrationsverdichtung führt hierbei zu einer höheren Packungsdichte der Partikel, wodurch die Rissbildung erschwert wird.

Die damit einhergehende Reduzierung des Porenraums zwischen den Partikeln sorgt ebenfalls dafür, dass sich weniger Wasser ansammeln kann. Die für eine solche Filterkuchenverdichtung notwendigen technischen Anpassungen der Filterapparatur wären bei der Realisierung einer gasdurchsatzlosen Filtration mittels Filterelementen wie der in Abbildung 2 (b) schematisch dargestellten Membran-Gewebe Komposit jedoch nicht notwendig.

Üblicherweise werden für die Filtration zahlreicher Partikelsysteme eine Vielzahl von Filtermedien mit unterschiedlichen Maschen- und Porengrößen eingesetzt, die sich allgemein in Gewebe, Vliese und Membrane unterteilen lassen [13]. Während Membrane vor allem zur Abscheidung feinsten Partikelkollektive eingesetzt werden, sind Gewebe auf lange Standzeiten und hohe Filtratdurchsätze ausgelegt. Aufgrund ihrer hohen mechanischen Festigkeit sind sie ein gängiges Filtermaterial für Vakuumtrommelfilter. In der Vergangenheit wurde bereits gezeigt, dass mikroporöse Membrane auf Polymer- oder Keramikbasis neben der Abtrennung von feinsten Partikelfraktionen auch eine gasdurchsatzfreie Kuchenfiltration gewährleisten können [14–17]. Diese mikroporösen Eigenschaften sind die Grundlage dafür, dass das Komposit-Filtermedium eine Filtration ohne Gasdurchsatz gewährleisten kann. Der notwendige Kapillardruck bzw. die nominale Porengröße der Membran, die für eine gasdurchsatzfreie Filtration erforderlich ist, kann anhand der nachfolgenden Gleichung abgeschätzt werden.

$$p_k = (4 \cdot \gamma \cdot \cos \delta) \cdot d^{-1}$$

Dabei ist  $\gamma$  die Oberflächenspannung,  $\delta$  der Benetzungswinkel,  $d$  der Porendurchmesser und  $p_k$  der Kapillardruck [18]. Ist der Membrankapillardruck höher als der Kapillardruck im Filterkuchen und höher als die anliegende Druckdifferenz bei der Filterkuchenentwässerung (standardmäßig bis zu 0,8 bar), kann die Flüssigkeit zwar aus dem Filterkuchen, nicht aber aus den Membranporen entfernt werden. Das Ergebnis ist daher eine gasdurchsatzfreie Kuchenfiltration [5,7,16]. Der Nachteil ist jedoch, dass mikroporöse Membrane im Gegensatz zu Geweben keine ausreichende mechanische Festigkeit aufweisen, um auf großen industriellen Trommelfiltern eingesetzt zu werden. Andererseits ist es nicht möglich, Gewebe oder Vliesstoffe mit den für eine gasdurchsatzlose Kuchenfiltration erforderlichen Porengrößen herzustellen, da diese durch den Herstellungsprozess und insbesondere die verwendeten Faserdicken begrenzt sind. In diesem Forschungsprojekt wurde daher ein Filtermedium aus einem Multifilament-Gewebe und einer mikroporösen Membran entwickelt, das einerseits den Gasdurchsatz bei der Entfeuchtung des Filterkuchens verhindern kann und andererseits das Potenzial haben soll, durch die Untersuchung verschiedenster Fügeverfahren schnell über den Labormaßstab hinauszugehen.

## 2. Voruntersuchungen für die Herstellung der Kompositwerkstoffe

### 2.1. Aufbau und Untersuchung des Filtrationsmessaufbaus nach VDI 2762

Da im Projekt die Verwendung der Filtermesszelle nach VDI 2762 zur Bestimmung der Filterwiderstände von großer Bedeutung war, wurde zunächst die zur Verfügung stehende Messauflösung dieser untersucht, um sicherzustellen, dass belastbare Aussagen über die entwickelten Komposit-Materialien überhaupt getroffen werden konnten.

#### 2.1.1. Partikelsystem und Filtermedium

Um den Einfluss der verwendeten Messapparatur auf die Filtrationsversuche zeigen zu können, wurde zunächst eine Auswahl an geeigneten Filtermedien für die Untersuchungen getroffen und ebenso das für die Durchführung der Filtrationsversuche benötigte Partikelsystem definiert. Hierfür fiel die Wahl auf gefälltes Calciumcarbonat (PCC Handelsname: SCHAEFER PRECARB® 150) [19]. PCC ist ein gängiges Stoffsystem für verschiedenste Anwendungen und hat sich in der Vergangenheit ebenfalls als Partikelsystem für den Einsatz bei Filtrationsversuchen bewährt [12]. PCC ist im Allgemeinen schwer zu filtrieren und hat zudem eine starke Neigung zur Rissbildung im Filterkuchen. Es stellt somit ein geeignetes Testmaterial für die Filtrationsversuche unter industrierelevanten Bedingungen dar. Die Partikelgrößenverteilung  $Q_3$  von PCC (Abbildung 3) wurde in deionisiertem Wasser bei einer Dispergierzeit der Probe von 2 min mit einem statischen Lichtstreuungsgerät (Horiba LA-950V2 von Retsch) bestimmt.

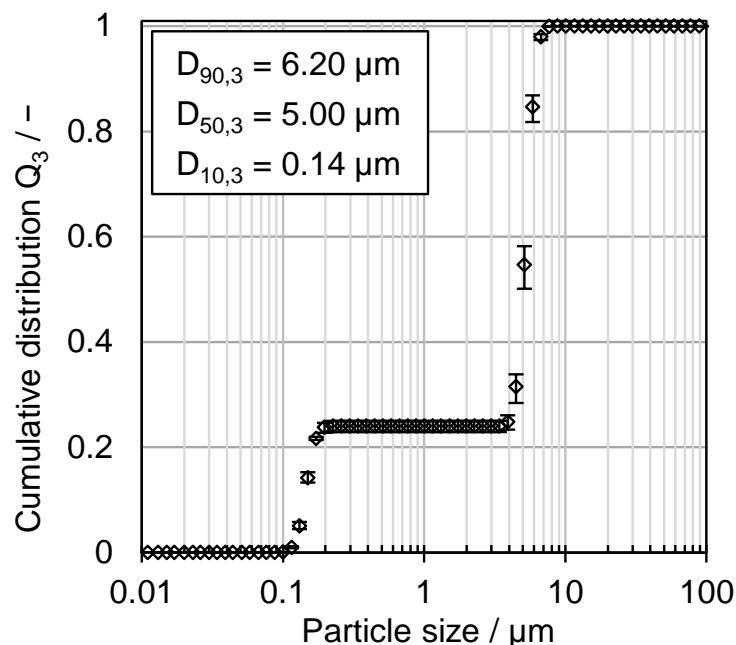


Abbildung 3: Partikelgrößenverteilung  $Q_3$  von PCC

---

#### Teile dieses Kapitels wurden bereits veröffentlicht in:

Benz, N.; Lösch, P.; Antonyuk, S. Influence of the Measurement Resolution on the Filtration Analysis: An Improved Test Setup According to VDI 2762 Guideline. Processes 2023, 11, 299.  
<https://doi.org/10.3390/pr11020299>

PCC hat eine bimodale Partikelgrößenverteilung mit einer mittleren Größe  $D_{50}$  von  $5 \mu\text{m}$ . Ein REM-Bild (Abbildung 4) wurde ebenfalls aufgenommen, um die feine Fraktion der gemessenen Partikelgrößenverteilung zu verifizieren und somit die Partikelgrößenmessung zu validieren.

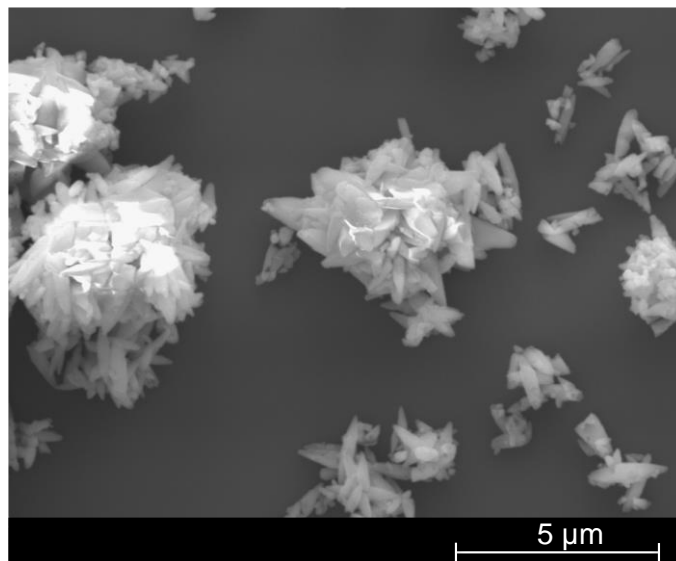


Abbildung 4: REM-Bild der PCC-Partikel

Für die Leermessungen ohne ein Partikelsystem wurde eine Membran (3M™ MicroPES™ 12F) verwendet [20]. Es handelt sich um eine hydrophile Membran aus Polyethersulfon (PES) mit einem Bubble-Point in Wasser von  $1,05 \pm 0,25 \text{ bar}$  und einem Transmembranen Durchfluss (Wasser,  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ) von  $\geq 260 \text{ mL}/(\text{min cm}^2 \text{ bar})$ . Eine REM-Aufnahme der Membranoberfläche, auf welcher die Mikroporosität der Membran deutlich zu erkennen ist, ist in Abbildung 5 zu sehen.

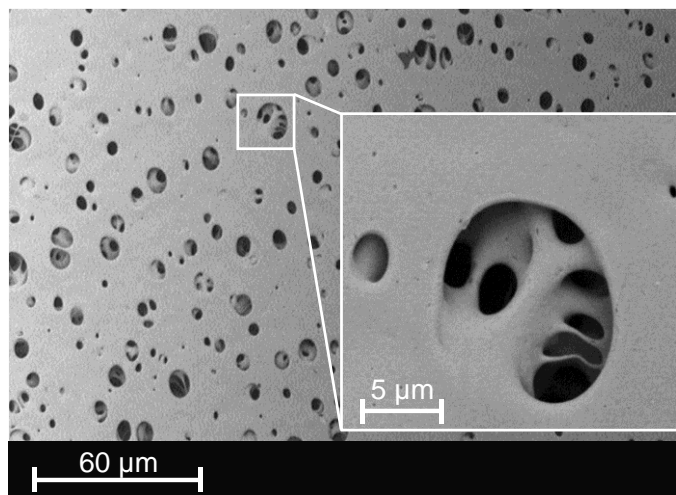


Abbildung 5: REM-Aufnahme der Membranoberfläche (MicroPES 12F)

Für die Kuchenfiltrationsversuche mit PCC wurden zwei gängige Filtermedien verwendet. Dabei handelt es sich um einen Vliesstoff (Kayser Filtertech 858.980 000 S/5) und ein Multifilamentgewebe (Junker-Filter JF 4161). Die charakteristischen Eigenschaften der beiden Filtermedien wie Material, Dicke, Flächengewicht und Durchlässigkeit sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Die dort aufgeführten Werte wurden den Datenblättern der jeweiligen Hersteller entnommen.

Tabelle 1: Charakteristische Eigenschaften der Filtermedien

Material		Dicke / mm	Flächengewicht / g m <sup>-2</sup>	Permeabilität / L dm <sup>-1</sup> min <sup>-1</sup> at 200 Pa
Nonwoven	Polyolefin	1,3	500	5
Gewebe	Polypropylene	0,9	575	1

Wie mittels Lichtmikroskopie (Abbildung 6) deutlich wird, ist der Vliesstoff auf der Anströmseite (a) im Vergleich zur Filtratseite (b) thermofixiert, wodurch eine Glättung an der Oberfläche erreicht wird. Das Multifilament-Gewebe ist sowohl auf der An- und Filtratseite thermofixiert, um einen minimalen Restschumpf im Betrieb zu gewährleisten (Abbildung 7).

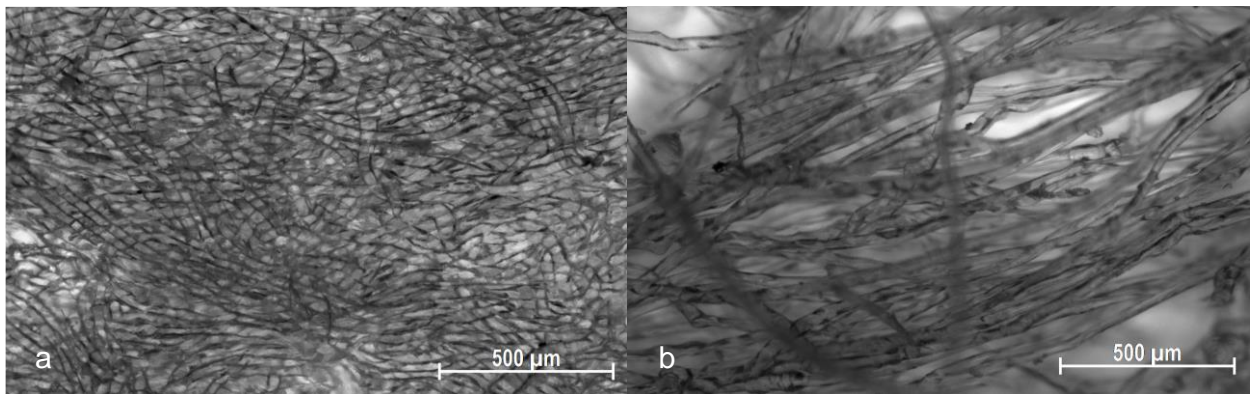


Abbildung 6: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Vliesstoffes - (a) Anströmseite (b) Filtratseite

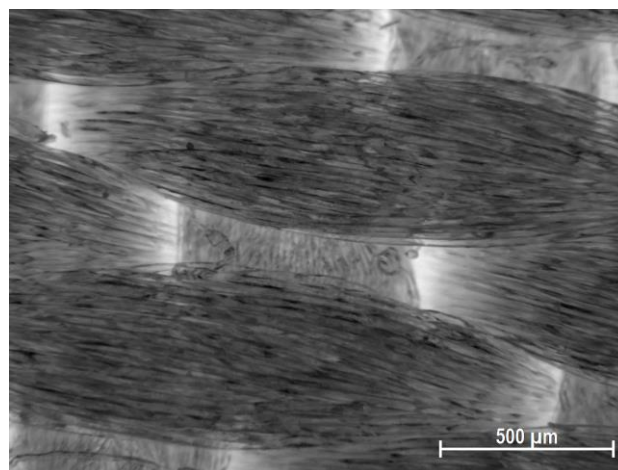


Abbildung 7: Lichtmikroskopische Aufnahme des Multifilament-Gewebes – Anströmseite

### 2.1.2. Versuchsaufbau nach VDI 2762 mit standardmäßiger Laborwaage

Der in der VDI 2762 beschriebene Versuchsaufbau besteht in der Regel aus einer druckbeaufschlagten Filternutsche und einer Waage zur Aufzeichnung des Filtratstroms. Das zu untersuchende Filtermedium wird an der Unterseite der Filternutsche eingebaut und von einem

Lochblech mit möglichst großer Durchströmungsfläche gehalten. Für die eigentliche Messung wird zunächst die Suspension in die Filternutsche gefüllt und dann die Filtration durch Anlegen eines Differenzdrucks gestartet. Das entstehende Filtrat wird über ein Abflussrohr aus dem Filternutschengehäuse abgeleitet und in einem Behälter auf einer Laborwaage aufgefangen [21]. Im beschriebenen Messaufbau wird eine Standard-Laborwaage (Kern KB 10000-1N) verwendet, mit der die Filtratmasse über die Zeit mittels eines LABVIEW-Programms aufgezeichnet wird. Die Waage bietet eine Auflösung von 0,1 g bei einer Einschwingzeit von 3 s. Zur Einstellung und Regelung des Drucks wird ein Druckregler (Festo VPPE-3-1-1/8-6-010-E1) verwendet und zur Druckbeaufschlagung innerhalb der gefüllten Filternutsche ein handbetätigtes Ventil. Über eine prinzipielle Beschreibung der Filternutsche hinaus macht die VDI 2762 keine weiteren Angaben zu den Mindestanforderungen, die diese Messvorrichtung erfüllen muss.

Mit dem beschriebenen Versuchsaufbau kann der genaue Startpunkt der Filtration erst im Nachhinein bei der Auswertung der Filtrationsergebnisse ermittelt werden. Dies liegt daran, dass das Filtrat über ein Fallrohr aus der mit Druck beaufschlagten Filternutsche abgeleitet wird und nicht dort selbst mengenmäßig bestimmt werden kann. Stattdessen wird der Filtratvolumenstrom über die zeitliche Massenänderung berechnet. Die erste von der Waage ermittelte Massenänderung ist jedoch nicht identisch mit dem Startpunkt der Filtration, da der tatsächliche Beginn der Filtration durch die erste Filtratmenge, die das Filtermedium verlässt, gekennzeichnet ist. Es entsteht somit ein zeitlicher Versatz, der sich aus der Fallhöhe des Filtrats in den Auffangbehälter ergibt. Da die unter Druck stehende Filternutsche zur besseren Handhabung häufig in der Höhe justierbar ist, ist ein konstanter Zeitversatz bei jeder einzelnen Filtration nicht zu erwarten. Eine mögliche Lösung für dieses Problem wurde von Tichy veröffentlicht [22]. Um den Startpunkt der Filtration genauer und unabhängig von der Montagehöhe zu bestimmen, wird die Messapparatur hydraulisch mit dem Auffangbehälter gekoppelt. Das bedeutet, dass der gesamte Bereich unterhalb des Filterelements entlüftet und mit der kontinuierlichen Phase der Prüfsuspension (häufig demineralisiertes (DI-)Wasser) gefüllt wird, bevor die Messung beginnt. Das Auslassrohr befindet sich daher unterhalb der Flüssigkeitsoberfläche. Dadurch wird sichergestellt, dass der erste Filtratanfall durch eine Massenänderung mit der Waage detektiert werden kann. Ein waagerechter Auslauf verhindert zudem, dass der Wasserstrahl direkt auf die Waage auftrifft. Eine zusätzliche Kraft auf die Waage durch den austretenden Wasserstrahl ist somit ausgeschlossen [22].

### 2.1.3. Versuchsaufbau nach VDI 2762 mit hochauflösender Schnellwaage

Um den Einfluss der Messgeschwindigkeit im Zusammenhang mit der verfügbaren Auflösung der Waage auf das Messergebnis zu zeigen, wurde der Standardaufbau hinsichtlich einer höheren Messauflösung verbessert. Der schematische Aufbau der modifizierten Filternutsche ist in Abbildung 8 dargestellt. Die hydraulische Kopplung des Filtratbehälters mit der Filternutsche nach Tichy sowie der Druckregler wurden wie zuvor beschrieben beibehalten [22]. Anstelle von manuell betätigten Ventilen wurden zwei direktgesteuerte Magnetventile (Festo VZWD-L-M22C-M-G18-40-V-1P4-8) mit einer Öffnungs-/Schließzeit von ca. 20 ms eingebaut, da manuelle Ventile je nach Anwender zu unterschiedlichen Zeitverzögerungen führen können. Das Ventil im Abflussrohr der unter Druck stehenden Gehäusezelle ist in der VDI 2762 nicht vorgesehen, wird

aber in diesem Aufbau verwendet, um zu verhindern, dass die Filtration allein durch das Befüllen des Gehäuses mit Suspension beginnt.

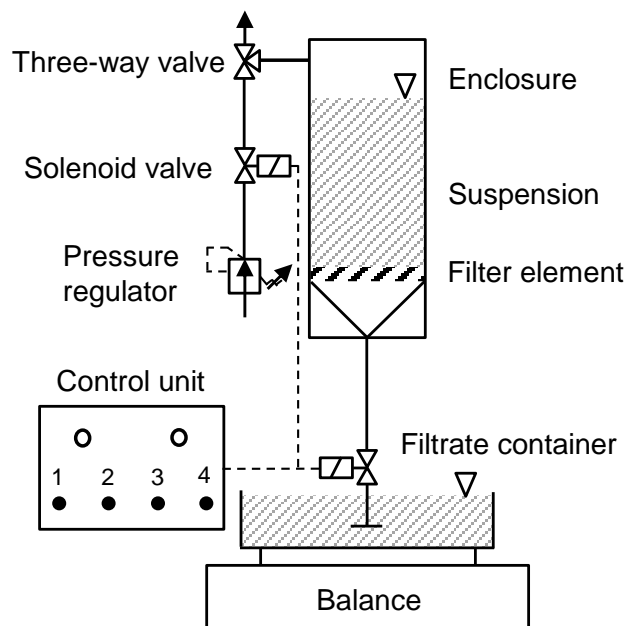


Abbildung 8: Verbesserter Prüfaufbau nach VDI 2762

Die Steuerung der beiden Magnetventile erfolgt über einen Eigenbau-Controller auf Basis eines frei programmierbaren Mikrocontrollers (Arduino Uno). Die Programmierung des Mikrocontrollers wurde mit der frei verfügbaren Open-Source-Software von Arduino (Arduino IDE) realisiert [23]. Mit Hilfe von Tastern können programmierte Voreinstellungen des Mikrocontrollers gestartet oder die jeweiligen Ventile einzeln geschaltet werden. Für das Filtrationsprogramm wurde eine Zeitverzögerung von 50 ms zwischen dem Drainageventil und dem Druckventil eingestellt. Um vergleichbare Messergebnisse zu erhalten, ist es notwendig, ein identisches Zeitintervall für das Öffnen und Schließen der Ventile zu gewährleisten, was durch die Verwendung von Magnetventilen sichergestellt wird. Dadurch ist gewährleistet, dass der Filtrationsversuch realistisch gestartet wird, da der Auslass der voreingestellten Gehäusezelle immer zum Umgebungsdruck geöffnet ist. Des Weiteren ist anstelle einer Standard-Laborwaage eine Schnellwaage (Wipotec EC3000) installiert, die eine Auflösung von 0,02 g bei einer Einschwingzeit < 120 ms bietet. Die anfallenden Filtratmassen werden mit Hilfe der zur Waage gehörenden Software in einem Zeitintervall von 10 ms aufgezeichnet.

#### 2.1.4. Auswertemethoden

Für einen aussagekräftigen Vergleich der beiden unterschiedlichen Versuchsaufbauten ist die Auswertungsmethode der Messdaten ebenfalls von Bedeutung. Bei der Standardauswertung nach VDI 2762 werden die Widerstände des Filtermediums ( $R_M$ ) und des Filterkuchens ( $\alpha_H$ ) über eine lineare Regressionsgerade im  $t/V$ - $V$ -Diagramm bestimmt [21]. Durch Umformung der Filtergleichung (1) können die unbekanntenen Widerstandswerte berechnet werden (4). Dabei gehen der y-Achsen-Abschnitt ( $P_1$ ) und die Steigung der Regressionsgeraden ( $P_2$ ) direkt in die Bestimmung dieser Parameter ein. In den nachfolgend gezeigten Gleichungen ist  $\eta$  die

dynamische Viskosität von Wasser,  $k$  die Konzentrationskonstante nach VDI 2762,  $\Delta p$  der anliegende Differenzdruck zwischen der Anström- und Filtratseite des Filterelements und  $A$  die verfügbare Filterfläche in der mit Druck beaufschlagten Filternutsche.

$$\frac{t}{V} = \frac{k \cdot \eta \cdot \alpha_H}{2 \cdot A^2 \cdot \Delta p} V + \frac{\eta \cdot R_M}{A \cdot \Delta p} \quad (1)$$

$$\frac{t}{V} = P_2 V + P_1 \quad (2)$$

$$P_2 = \frac{k \cdot \eta \cdot \alpha_H}{2 \cdot A^2 \cdot \Delta p} \quad P_1 = \frac{\eta \cdot R_M}{A \cdot \Delta p} \quad (3)$$

$$\alpha_H = \frac{2 \cdot A^2 \cdot \Delta p \cdot P_2}{k \cdot \eta} \quad R_M = \frac{A \cdot \Delta p \cdot P_1}{\eta} \quad (4)$$

Allerdings weicht der Verlauf im  $t/V$ - $V$ -Diagramm zu Beginn einer realen Messung von einer linearen Geraden ab. Daher wird die lineare Regression oft nur über den Teilbereich der Messdaten durchgeführt, die einen linearen Verlauf aufweisen. In der jüngeren Vergangenheit sind daher neben der standardmäßigen linearen Auswertemethode auch nichtlineare Berechnungsansätze veröffentlicht worden [24,25]. Diese sollen eine genauere Bestimmung der Widerstandswerte ermöglichen, da sie alle Messdaten des Filtrationsexperiments berücksichtigen und nicht nur die linearen Werte im  $t/V$ - $V$ -Diagramm. So werden für die mit PCC durchgeführten Filtrationsversuche die standardisierte lineare Auswertemethode nach VDI 2762 [21] und die nichtlineare Auswertemethode nach Kuhn et al. [24] verglichen. Nach Kuhn et al. wird das tatsächlich gemessene Volumen pro Zeit ( $V$ - $t$ -Diagramm) ausgewertet und nicht die lineare Regression des  $t/V$ - $V$ -Diagramms. Durch Umformung der Filtergleichung (2) in eine quadratische Gleichung (5) können die Parameter ( $P_1$ ) und ( $P_2$ ) durch die allgemeine Lösung einer quadratischen Gleichung (6) berechnet werden. Mit einer mathematischen Kurvenanpassung nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate (7) können dann die Parameter ( $P_1$ ) und ( $P_2$ ) für die gesamten gemessenen  $V$ - $t$ -Wertepaare bestimmt werden [24].

$$0 = P_2 V^2 + P_1 V - t \quad (5)$$

$$V = \frac{-P_1 + \sqrt{P_1^2 + 4P_2 t}}{2P_2} \quad (6)$$

$\hat{V}_i, \hat{t}_i$  = Messwerte

$$J = \sum_{i=1}^N \left[ \hat{V}_i - \left( \frac{-P_1 + \sqrt{P_1^2 + 4P_2 \hat{t}_i}}{2P_2} \right) \right]^2 \quad (7)$$

$$\min_P J(\hat{x}_i, \hat{y}_i, P)$$

Die Berechnung wird mit MATLAB durchgeführt. Als Startpunkt der Filtration wird die erste festgestellte Massenänderung der Waage und als Ende der Filtration die Entleerung des Abflussrohres durch den Gasdurchsatz definiert. Beide charakteristischen Punkte lassen sich im

V-t-Diagramm eindeutig bestimmen. Die hydraulische Kopplung des Auffangbehälters mit der druckbeaufschlagten Filternutsche sorgt dafür, dass die Waage die erste Filtratmenge direkt erfassen kann. Mit diesen Kriterien sind die Voraussetzungen für die Auswertemethode nach Kuhn et al. gegeben, die alle Messdaten zwischen Beginn und Ende der Filtration beinhaltet.

#### 2.1.5. Einfluss des Versuchsaufbaus auf die gemessene Filtrationskurve

Um den Einfluss des geänderten Filtrationsmessaufbaus auf die Versuchsergebnisse zu bewerten, wurden zunächst Messungen ohne Partikel mit der Membran in deionisiertem Wasser bei einem Differenzdruck von 0,8 bar durchgeführt. Die Ergebnisse der Messungen (V-t-Diagramm) sind in Abbildung 9 dargestellt.

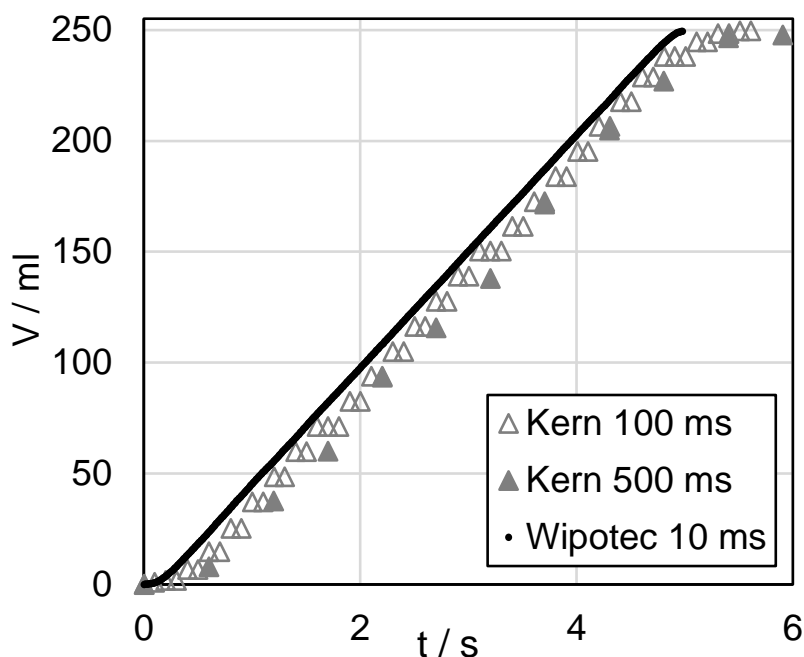


Abbildung 9: Einfluss der Messauflösung auf das V/t-Diagramm  
Membran gemessen mit 0 m% bei 0,8 bar

Die Messdaten zeigen deutlich, dass die Filtrationskurve bei Verwendung der Standard-Laborwaage und einem Messintervall von 500 ms (Kern 500 ms) mit einem Zeitversatz aufgenommen wird. Dies lässt sich auf die geringe Auflösung der Laborwaage und die im Vergleich hohe Einschwingzeit zurückführen. Die Einschwingzeit ist im Allgemeinen definiert als die Zeit, die eine Waage benötigt, um das exakte Gewicht zu ermitteln, welches auf dieser platziert ist. Bei statischen Wägungen ist die Einschwingzeit unkritisch, da sich das zu ermittelnde Gewicht nicht mit der Zeit ändert. Sie ist jedoch kritisch bei sich zeitlich ändernden Massen, sofern die Zeitschritte der Massenänderung kleiner sind als die Auflösungsgenauigkeit der Waage. Da möglichst kleine Messintervalle der Waage zu bevorzugen sind, insbesondere im Hinblick auf die Erkennung des Startpunktes der Filtration, wurden die Zeitschritte, in denen die Massenwerte erfasst werden, reduziert. Bei einer Standard-Laborwaage führt dies dazu, dass die Messwerte aufgrund der für die Geschwindigkeit der Massenänderung (Kern 100 ms) nicht ausreichenden Auflösung der Waage mehrfach erfasst werden. Dies führt in Summe auch zu einer Abweichung der Filtrationskurve. Mit der Schnellwaage konnte in Kombination mit den Magnetventilen bei

Messintervallen von 10 ms eine deutliche Verbesserung erreicht werden (Wipotec 10 ms). Daraus lässt sich schließen, dass eine Annäherung an den tatsächlichen Filtratfluss umso besser möglich ist, je schneller und genauer die Waage die sich ständig ändernde Masse auflösen kann.

Anhand der gewonnenen Messdaten lässt sich ebenfalls nachweisen, dass der charakteristische nichtlineare Verlauf im  $t/V$ - $V$ -Diagramm (Abbildung 10) zu Beginn jeder Filtrationsmessung in erheblichem Maße von der Messgeschwindigkeit und der damit verbundenen Auflösung der Waage beeinflusst wird.

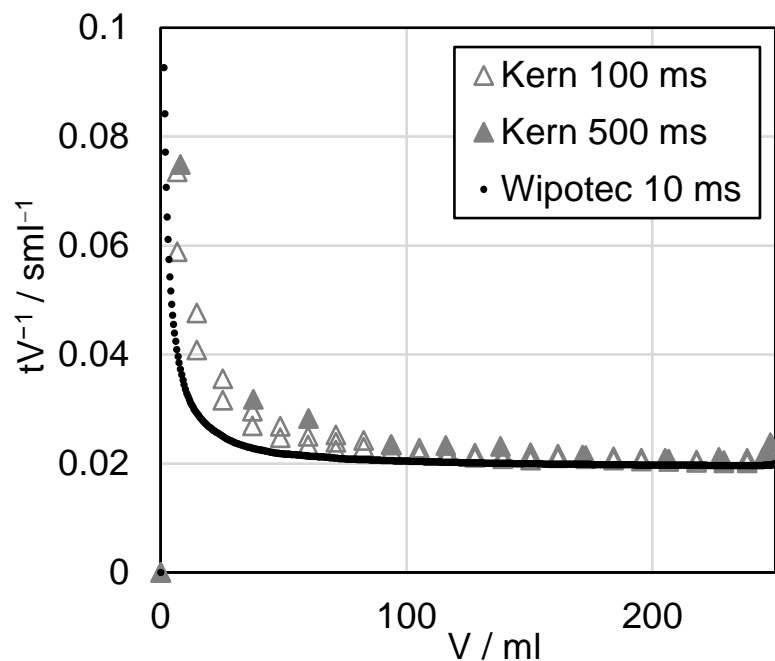


Abbildung 10: Einfluss der Messauflösung auf das  $t/V$ - $V$ -Diagramm  
Membran gemessen mit 0 m% bei 0,8 bar

Da es sich bei dem in Abbildung 9 und Abbildung 10 gezeigten Versuchen um eine Messung der Membran ohne ein zu filtrierendes Partikelsystem handelt, können die bei der realen Partikelfiltration auftretenden Effekte wie Brückenbildung über den Maschen und generell Kuchenbildung auf dem Filterelement, die charakteristisch für den instationären Prozess am Anfang sind, ausgeschlossen werden. Durch die hohe Auflösung der Schnellwaage ist der Übergang der Filtrationskurve von einem nichtlinearen zu einem linearen Verlauf ebenfalls früher erkennbar. Der Grund hierfür ist rein mathematischer Natur. Bildet man die Differenz aus dem jeweiligen Zeitschritt ( $t$ ) mit dem zugehörigen Volumenwert ( $V$ ), so wirken sich Abweichungen in der Volumenaufzeichnung bei kleinen Zeitschritten und kleinen Volumina stärker auf das Endergebnis aus. Da die Messabweichungen der Waage unabhängig vom jeweiligen Volumen sind, spielen sie bei höheren Volumina eine immer geringere Rolle. Es ist daher logisch, dass eine höhere Auflösung der Waage zu einem kleineren nichtlinearen Bereich am Anfang der Filtrationsmessungen führt. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 10 zu sehen. Bei Verwendung der Standardauswertungsmethode erleichtert diese deutlich sichtbare Abgrenzung die Identifizierung des Bereichs, der für die Berechnung der linearen Regression verwendet wird. Gerade bei Filtermedien mit hohen Durchsätzen oder wie hier bei einer Messung ohne Partikelsystem, die nach wenigen Sekunden beendet ist, ist eine ausreichend hohe und schnelle

Auflösung entscheidend. Ein deutlicher Übergang der Filtrationskurve mit der Standard-Laborwaage (Kern 500 ms) von einem nichtlinearen zu einem linearen Verlauf ist erst kurz vor Ende der Messung deutlich sichtbar. Die Bestimmung des Messbereichs, der sich am besten für die Berechnung einer linearen Regressionsgeraden eignet, und die damit verbundene Ermittlung der Widerstandswerte ist daher subjektiv und hängt von der Bewertung des jeweiligen Auswerters ab. Im Gegensatz dazu lässt das Messergebnis der Schnellwaage (Wipotec 10 ms) wenig Spielraum für Interpretationen und die Wahl des linearen Bereichs ist eindeutig.

Zusätzlich zu den Leermessungen mit der Membran wurden Filtrationsversuche mit einer 25 m% Suspension aus PCC und entionisiertem Wasser bei einem Differenzdruck von 0,8 bar durchgeführt, um die Filtermedien- und Filterkuchenwiderstände des Vlieses und des Multifilaments zu ermitteln. Die verschiedenen Filtermedien stellen sicher, dass Unterschiede zwischen den Messaufbauten nicht allein auf die verwendeten Materialien zurückgeführt werden können. Die Auswirkungen höherer Messauflösungen können durch reale Partikelfiltrationen noch deutlicher gezeigt werden. Abbildung 11 zeigt das  $t/V$ - $V$ -Diagramm der Filtration von 25 m% PCC unter Verwendung eines Vliesfiltermaterials. Wie man sieht, führt die Filtrataufnahme mit der Schnellwaage zu einer deutlichen Reduktion im nichtlinearen Bereich.

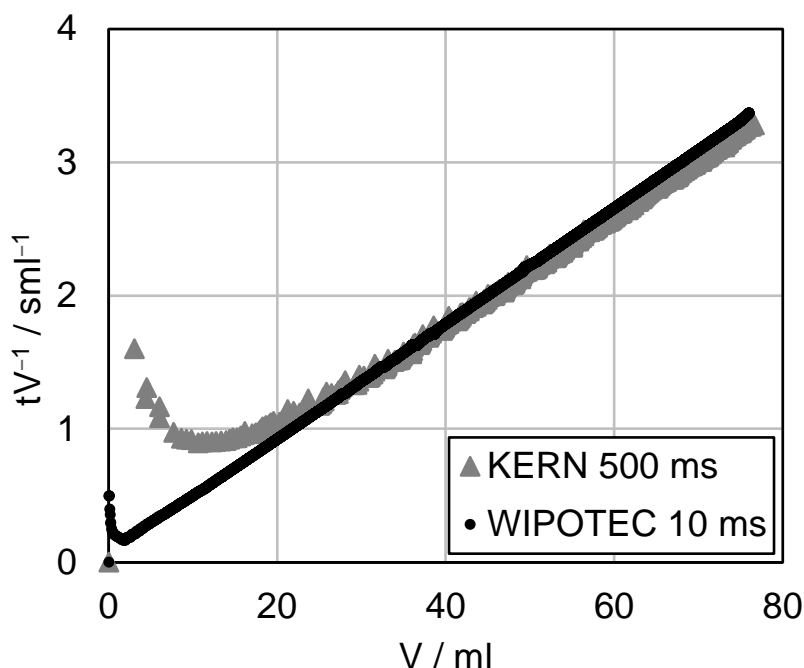


Abbildung 11: Einfluss der Messauflösung auf das  $t/V$ - $V$ -Diagramm  
Nonwoven gemessen mit 25 m% PCC bei 0,8 bar

Der gleiche Effekt ist auch bei Verwendung des Multifilamentgewebes als Filtrationsmedium zu beobachten (Abbildung 12). Der Vergleich beider Versuchsaufbauten lässt den Schluss zu, dass der nichtlineare Bereich zu Beginn einer Filtration primär von der Auflösungsgenauigkeit des Messsystems und erst sekundär von Effekten wie Brückenbildung über die Maschen etc. für das verwendete Partikelsystem beeinflusst wird.

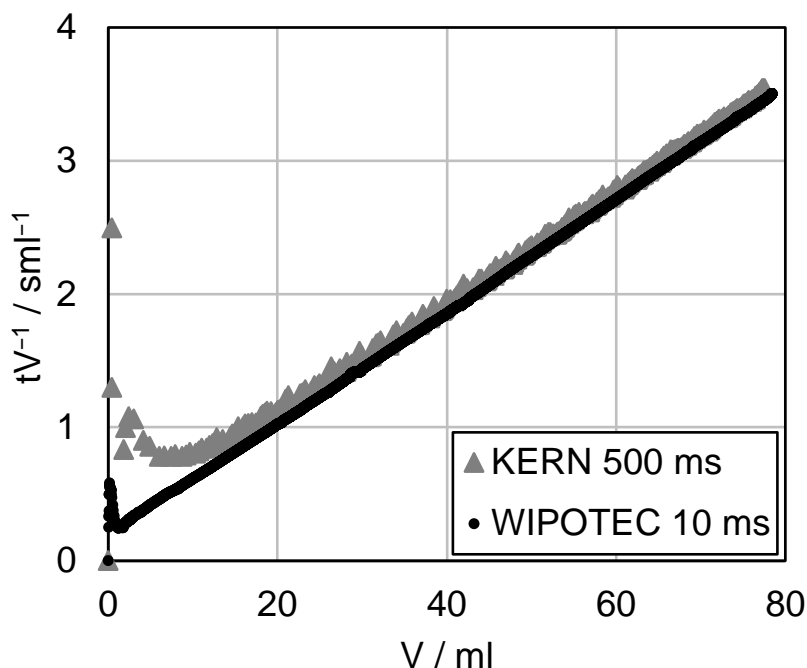


Abbildung 12: Einfluss der Messauflösung auf das t/V-V-Diagramm  
Multifilament gemessen mit 25 m% PCC bei 0,8 bar

Der Einfluss, der im t/V-V-Diagramm visuell leicht zu erkennen ist, wird auch quantitativ über mehrere Messungen deutlich. In Abbildung 13 und Abbildung 14 ist zu erkennen, dass sich die Abweichungen zwischen den Messungen vom Vliesmaterial bei Verwendung der Schnellwaage deutlich verringern. Die Abkürzung 500 ms steht für die Messgeschwindigkeit mit der Laborwaage, 10 ms für die Messgeschwindigkeit mit der Schnellwaage, linear für die standardmäßige lineare Auswertemethode und non-lin. für die Auswertemethode nach Kuhn.

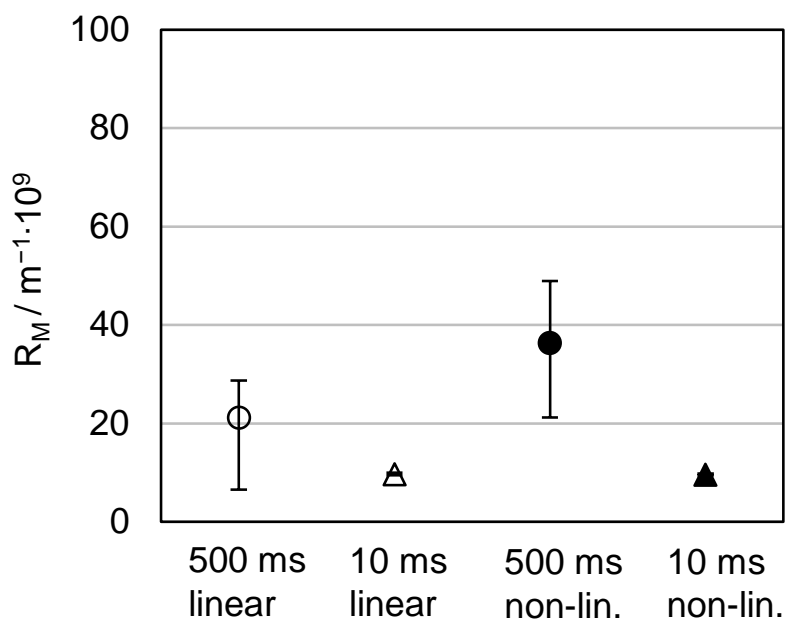


Abbildung 13: Einfluss der Messauflösung auf den Filtermittelwiderstand  
Nonwoven gemessen mit 25 m% PCC bei 0,8 bar

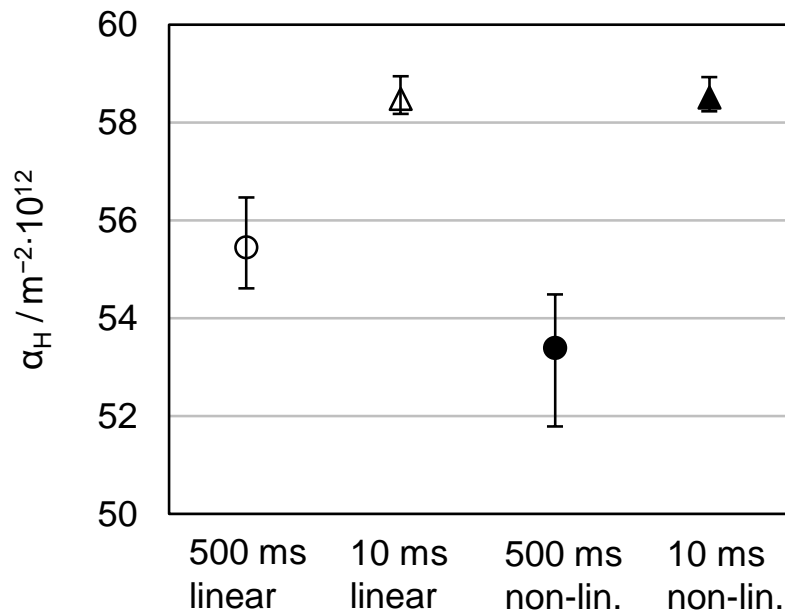


Abbildung 14: Einfluss der Messauflösung auf den Filterkuchenwiderstand Nonwoven gemessen mit 25 m% PCC bei 0,8 bar

Neben geringeren Abweichungen zwischen den Messungen, die sich in kleineren Fehlerbalken niederschlagen, wurde auch der Einfluss der Auswertungsmethode deutlich. Bei Filtrationsmessungen mit hoher Messauflösung spielt die Art der Auswertung nachweislich keine Rolle. Die Unterschiede im Endergebnis zwischen der standardmäßigen linearen Auswertemethode und der nichtlinearen Auswertung mittels Regression nach Kuhn et al. sind vernachlässigbar. Bei den Filtrationsversuchen mit der Standard-Laborwaage wurden für die lineare Bestimmungsmethode nur Wertepaare im  $t/V$ - $V$ -Diagramm oberhalb eines Volumenwertes von 20 ml berücksichtigt. Im Gegensatz dazu wurden bei der nichtlinearen Auswertung alle Messwerte vom Beginn bis zum Ende der Filtration berücksichtigt. Wie in Abbildung 13 und Abbildung 14 deutlich zu sehen ist, führt die ausschließliche Berücksichtigung der linearen Messwerte bei Versuchen mit der standardmäßigen Laborwaage sogar zu einer besseren Annäherung an das Messergebnis mit der hochauflösenden Schnellwaage als dies mit der nichtlinearen Auswertemethode der Fall ist. Identische Zusammenhänge sind auch bei der Bestimmung des Filterkuchen- und Filtermittelwiderstandes für das Multifilamentgewebe zu beobachten (Abbildung 15 und Abbildung 16). Generell treten bei dem untersuchten Multifilament größere Messabweichungen auf, die aber wiederum unabhängig von der Auswertungsmethode sind. Die geringeren Abweichungen beim Vliesstoff lassen sich durch eine gleichmäßigere Oberfläche nach der Thermofixierung erklären. Beim Multifilaments treten aufgrund der Webart größere Abweichungen hinsichtlich Maschenweite und Oberflächenbeschaffenheit auf, welche durch die Thermofixierung nicht vollständig kompensiert werden können.

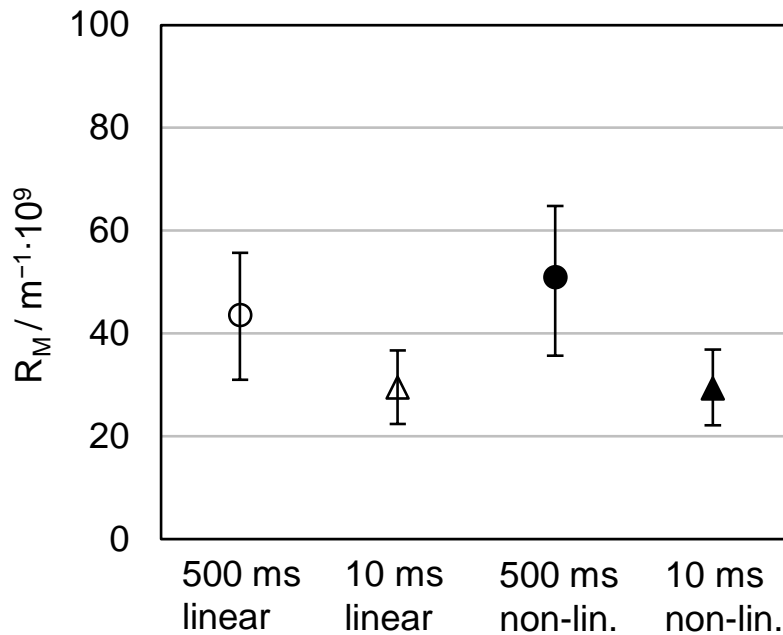


Abbildung 15: Einfluss der Messauflösung auf den Filtermittelwiderstand Multifilament gemessen mit 25 m% PCC bei 0,8 bar

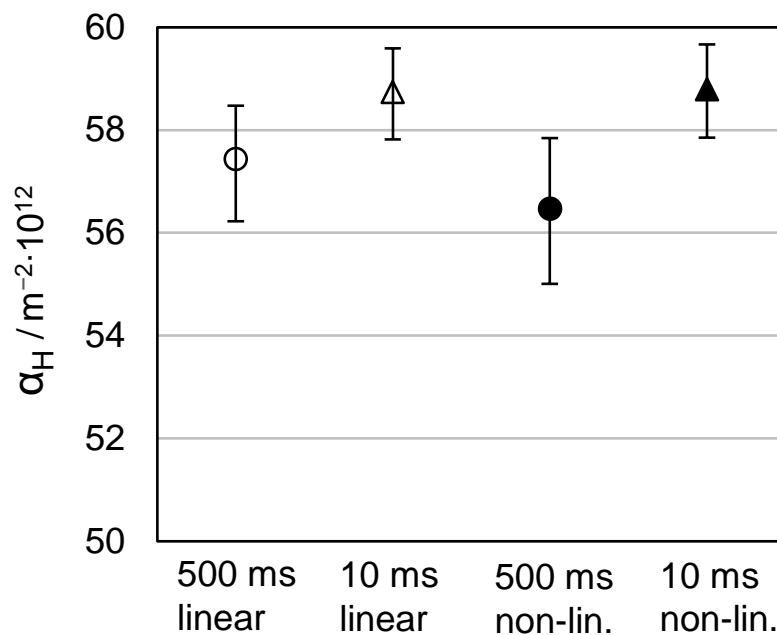


Abbildung 16: Einfluss der Messauflösung auf den Filterkuchenwiderstand Multifilament gemessen mit 25 m% PCC bei 0,8 bar

Anhand der durchgeführten Versuche wurde insgesamt deutlich, dass die Verwendung einer Schnellwaage in Verbindung mit elektromagnetisch geschalteten Ventilen anstelle von manuell betätigten Ventilen einen deutlich positiven Einfluss auf die Messungen hat. Anhand der Filtrationsmessungen war zudem ersichtlich, dass der nichtlineare Bereich im  $t/V$ - $V$ -Diagramm zu Beginn jeder Filtrationsmessung erheblich von der Messgeschwindigkeit und der Auflösung der Messeinrichtung beeinflusst wird.

Wie lange es dauert, bis echte Einschwingvorgänge wie anfängliche Tröpfchenbildung und Überbrückung der Maschen tatsächlich abgeschlossen sind, könnte Gegenstand zukünftiger Untersuchungen sein. Aufgrund der deutlichen Verringerung des nichtlinearen Bereichs im  $t/V$ - $V$ -Diagramm allein durch die Wahl präziserer Messgeräte ist es fraglich, ob diese überhaupt eine nennenswerte Rolle in Bezug auf die gesamte Messung spielen. Dennoch sind sie zweifelsohne vorhanden. Durch das Befüllen der Druckmesszelle mit Suspension und das anschließende Verschließen des Deckels, das je nach Anwender unterschiedlich lange dauert, ist es zudem fraglich, ob diese Einschwingeffekte nicht bereits durch die unvermeidliche Sedimentation abgeschlossen sind.

Mit dem hier gezeigten Vergleich zwischen den beiden Versuchsaufbauten konnte dargestellt werden, dass die Messauflösung einen nicht zu unterschätzenden Einfluss auf das Filtrationsergebnis hat. Zudem ist legitim bei der Ermittlung der Widerstandswerte nach dem in der VDI 2762 beschriebenen Standardverfahren vorzugehen. Da eventuell auftretende Nichtlinearitäten am Anfang des  $t/V$ - $V$ -Diagramms hauptsächlich auf Messungenauigkeiten zurückzuführen sind, können sie bei der Bestimmung der linearen Regressionsgeraden vernachlässigt werden. Mit dem beschriebenen auflösungstechnisch verbesserten Messaufbau wurden alle Filterwiderstände der Kompositmaterialien im Projektzeitraum gemessen.

## **2.2. Mikro-Computertomographie: Bildgebung/Arbeitsprinzip und Bilderstellung**

Im Rahmen des Projekts wurden verschiedenste Mikro-Computertomographie ( $\mu$ CT)-Aufnahmen durchgeführt, um die innere Struktur der später hergestellten Komposite analysieren zu können. Hierfür war es notwendig, sich zunächst einmal das Funktionsprinzip deutlich zu machen und die eingestellte Messauflösung zu verifizieren.

### **2.2.1. Theoretische Grundlagen**

Im Allgemeinen wird die Computertomografie zur Untersuchung unterschiedlichster Objekte eingesetzt, um Informationen über deren Zusammensetzung und innere Struktur zu erhalten [26]. Die Computertomografie arbeitet mit Röntgenstrahlen, die das Objekt durchstrahlen, wobei die Röntgenstrahlen mit den Materialien innerhalb der Probe interagieren und ein Detektor die dadurch hervorgerufene Transmission der Röntgenstrahlen misst [27]. Im Gegensatz zum klassischen zweidimensionalen Röntgen wird die Probe bei  $\mu$ CT-Scans auf einem Drehtisch positioniert, welcher es ermöglicht, die Probe während der Messung in kleinen Schritten um die eigene Achse zu drehen. Durch eine komplette Rotation um  $360^\circ$  entstehen pro Winkelschritt eine Vielzahl an Röntgenbildern, welche anschließend dreidimensional rekonstruiert werden, sodass ein volumetrisches Bild der Probe entsteht [28,29]. Die Auswertung der Messdaten erfolgt anhand der Grauwertunterschiede der einzelnen Pixel der Schnittbilder des tomographierten Messobjektes.

---

#### **Teile dieses Kapitels wurden bereits veröffentlicht in:**

Benz, N.; Krull, F.; Nikolaus, K.; Antonyuk, S. Membrane–Fabric Composite Filter Media for Continuous Cake Filtration without Gas Throughput Using Paste Dot Coating with Adhesive. *Membranes* 2023, 13, 801. <https://doi.org/10.3390/membranes13090801>

Die Helligkeit der Grauwerte korreliert direkt mit der am Detektor gemessenen Abschwächung der Röntgenstrahlung, die durch die Wechselwirkung mit dem Probenmaterial verursacht wird. Diese Korrelation kann durch das Lambert Beersche Gesetz beschrieben werden. Es beschreibt die Abschwächung der Strahlungsintensität  $I(x)$  von der Ausgangsintensität  $I_0$  durch eine exponentielle Abnahme mit der Dicke der Probe  $x$  und dem Abschwächungskoeffizienten  $\mu$  [27,30].

$$I(x) = I_0 e^{-\mu x}$$

Somit bestehen die  $\mu$ CT-Schnittbilder aus Grauwerten, die den jeweils lokal vorherrschenden Abschwächungskoeffizienten  $\mu$  darstellen, welcher direkt proportional zur Materialdichte ist. Dieser Zusammenhang wird bei der anschließenden Auswertung der Schnittbilder zur Segmentierung der unterschiedlichen Materialien genutzt. Alle  $\mu$ CT-Aufnahmen der Komposit-Filtermedien wurden mit einem TomoScope® L 300 (Werth Messtechnik GmbH, Gießen, Deutschland) mit einer Transmissionsröntgenröhre und einem 4K-Detektor mit 100  $\mu$ m Pixeln aufgenommen. Die  $\mu$ CT-Messungen wurden bei Röntgenröhrenparametern von 90 kV und 40 W durchgeführt. Die Integrationszeit betrug 134 ms. Zur Mittelung des Signals wurden drei Messungen pro Rotationsschritt wiederholt. Das gescannte Volumen betrug  $1971 \times 1971 \times 1282$  Voxel mit einer Voxelgröße von 12,32  $\mu$ m. Die Integrationszeit betrug 134 ms. Zur Mittelung des Signals wurden drei Messungen pro Rotationsschritt wiederholt.

Die Messproben der tomographierten Membran-Gewebe-Komposite hatten eine Größe von 50 x 70 mm, welches die maximale Probengröße für diese Art von Material darstellt, die mit dem verwendeten  $\mu$ CT noch gut gemessen werden kann, ohne dass es zu Auflösungsverlusten kommt. Ein möglichst großer Messbereich war notwendig, um eine statistisch belastbare Aussage über die innere Struktur der Komposite zu gewährleisten.

### 2.2.2. Verifizierung der Messauflösung

Um die Eignung der verwendeten Voxelgröße von 12,32  $\mu$ m bei einer Probengröße von 50 x 70 mm zu verifizieren, wurden zusätzlich  $\mu$ CT-Aufnahmen einer kleinen Membranprobe mit Klebepunkten auf der Oberfläche, die aus einem durchgeführten Delaminationstest nach Kapitel 4.3 stammte, mit zwei unterschiedlichen Voxelgrößen (2,45  $\mu$ m und 12,32  $\mu$ m) durchgeführt. Die beiden Auflösungen und die daraus resultierenden Schnittbilder wurden dann hinsichtlich der mit MATLAB berechneten Gesamtfestkörperflächenanteile verglichen. Außerdem wurde ein REM-Bild eines einzelnen Klebepunkts aufgenommen und mit der Projektionsfläche desselben Klebepunkts aus den  $\mu$ CT-Bildern verglichen, um die eingestellte Voxelgröße erneut zu überprüfen.

In Abbildung 17 sind die Querschnittsbilder der  $\mu$ CT-Messungen dargestellt, wobei der jeweilige Festkörperflächenanteil durch Definition von Grauwert-Schwellenwerten weiß markiert wurde. Dabei zeigt Abbildung 17 (1a) das Querschnittsbild der Probe, welche mit einer Voxelgröße von 2,45  $\mu$ m aufgenommen wurde, Abbildung 17 (1b) zeigt den zugehörigen markierten Festkörperflächenanteil, Abbildung 17 (2a) zeigt die gleiche Probe, die mit einer Voxelgröße von 12,32  $\mu$ m gemessen wurde, und Abbildung 17 (2b) zeigt wiederum den zugehörigen markierten Festkörperflächenanteil.

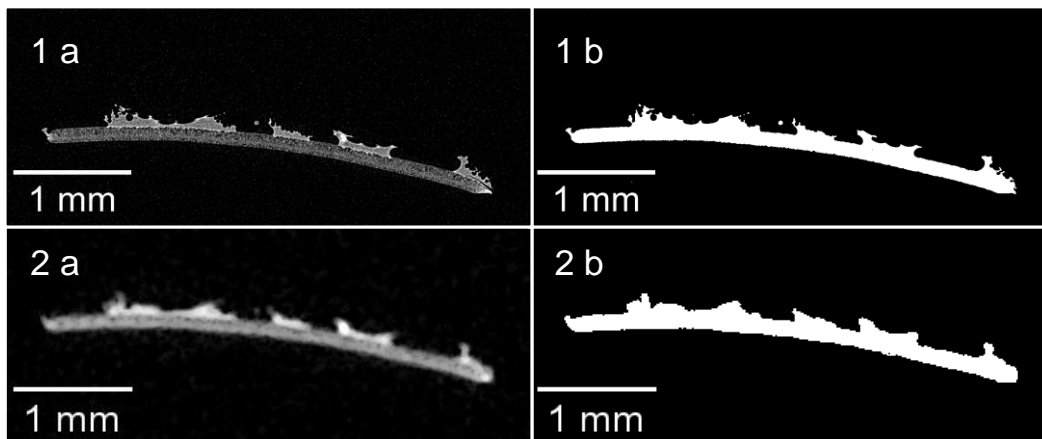


Abbildung 17: Schnittbilder der Membran mit Klebepunkten auf der Oberfläche, aufgenommen bei verschiedenen Auflösungen (1a - Voxelgröße: 2,45 µm; 2a - Voxelgröße: 12,32 µm) mit den markierten Festkörperflächenanteilen mittels Treshholds (1b,2b).

Anhand von Abbildung 17 wird deutlich, dass mit einer kleineren Voxelgröße ein höherer Detaillierungsgrad erreicht werden kann. Ausgehend von den weiß markierten Festkörperflächenanteilen in Abbildung 17 wurde zur Vergleichbarkeit die Gesamtfläche berechnet. Bei einer eingestellten Voxelgröße von 2,45 µm (Abbildung 17 (1b)) beträgt die Fläche 0,5870 mm<sup>2</sup> und 0,6031 mm<sup>2</sup> bei einer eingestellten Voxelgröße von 12,32 µm (Abbildung 17 (2b)). Daraus ergibt sich eine Abweichung von 2,67 %. Darüber hinaus wurde die Länge eines einzelnen Klebepunktes anhand eines REM-Bildes mit den zuvor aufgenommenen µCT-Bildern verglichen. Die REM-Aufnahme eines Klebepunktes ist in Abbildung 18 dargestellt.

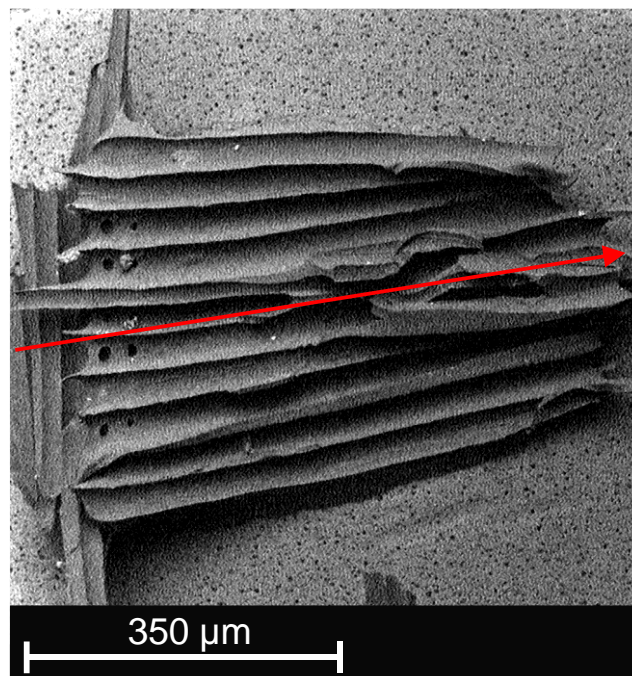


Abbildung 18: Einzelner Klebepunkt auf der Membranoberfläche, aufgenommen mit SEM (roter Pfeil: Länge des Klebepunkts).

Die aus den µCT-Bildern rekonstruierte Oberfläche der Membran mit den Klebepunkten darauf ist in Abbildung 19 dargestellt (a: Voxelgröße 12,32 µm; b: Voxelgröße 2,45 µm).

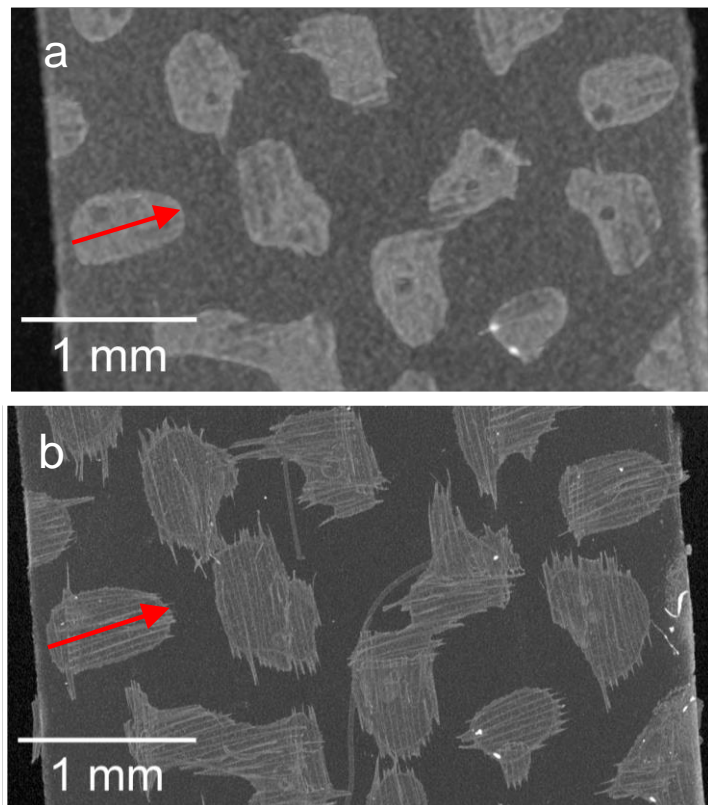


Abbildung 19: Rekonstruierte Oberfläche der Membran mit den Klebepunkten, gemessen mit einer Voxelgröße von 12,32  $\mu\text{m}$  (a) und 2,45  $\mu\text{m}$  (b)

Die Freeware-Software ImageJ (Version 1.53t) wurde verwendet, um die Länge der Klebepunkte in Abbildung 19 (rote Pfeile) zu bestimmen. Die Länge des Klebepunkts betrug aufgenommen mit dem REM 0,707 mm, basierend auf der  $\mu\text{CT}$  Rekonstruktion 0,661 mm für eine Voxelgröße von 12,32  $\mu\text{m}$  und 0,709 mm für eine Voxelgröße von 2,45  $\mu\text{m}$ . Es wird deutlich, dass bei kleinerer Voxelgröße die Länge des Klebepunkts im Vergleich zum REM fast identisch bestimmt werden kann. Im Gegensatz dazu beträgt die zwischen den  $\mu\text{CT}$ -Messungen ermittelte Längenabweichung desselben Klebepunktes 6,77 %. Auch wenn mit kleinerer Voxelgröße höhere Auflösungen und geringere Messabweichungen erreicht werden können, so muss für eine belastbare Aussage über die innere Struktur der Membran-Gewebe-Komposite eine möglichst große Probe im  $\mu\text{CT}$  vermessen werden. Insbesondere für die spätere Bestimmung der Klebepunktverteilung in (Kapitel 4.2) ist dies von entscheidender Bedeutung, was nur bei einer Probengröße von 50 x 70 mm mit einer eingestellten Voxelgröße von 12,32  $\mu\text{m}$  möglich ist. Daher kann der durch die geringere Auflösung verursachte Fehler zugunsten einer höheren statistischen Absicherung in Kauf genommen werden. Generell ist zu berücksichtigen, dass die Abweichung zwischen den Messungen auch durch die Auswertemethode, bei der die Grenze zwischen Klebstoff und Membran bestimmt wird, erklärt werden kann. Eine allgemeingültige Definition von Grauwerten für den Klebstoff und die Membran ist aufgrund der unterschiedlichen Messprinzipien und Interferenzen bei optischen Messverfahren nicht möglich. Für die vorherrschenden Klebepunktgrößen im Bereich von 500 - 1500  $\mu\text{m}$  wird der aus der geringeren Auflösung resultierende Fehler jedoch als vernachlässigbar angesehen, da die statistische Belastbarkeit der Klebepunktverteilung von primärer Bedeutung ist.

### 3. Herstellung von Membran-Gewebe-Kompositen

Bei der Herstellung der Membran-Gewebe-Komposite wurden parallel verschiedene Herangehensweisen und Lösungsmöglichkeiten auf ihre Eignung hin untersucht. Diese lassen sich übergeordnet in eine punktweise und in eine flächige Fügung aufteilen. Es wurden sowohl schweiß- als auch klebtechnische Verfahren näher untersucht, um die Komposite herzustellen.

#### 3.1. Herstellung mittels flächigen Fügeverfahren

##### 3.1.1. Flächenverschweißung mit Heizstempel

Der Vorteil einer flächigen Verschweißung besteht darin, dass die Komposite möglicherweise schneller in größeren Mengen hergestellt werden können, da die Kalandrierung, bei welcher zwei oder mehrere Materialien zwischen Heißwalzen thermisch miteinander verbunden werden, bereits großindustriell eingesetzt wird. Die Untersuchungen, ob sich prinzipiell eine flächige Verschweißung für die Komposit-Herstellung eignet, sind nachfolgend beschrieben.

Für die Herstellung der Membran-Gewebe-Kompositen mittels thermischer Fügung wurde ein Heizstempel für die Montage in der Temperaturkammer des Gerätes Texture Analyser® (Stable Micro Systems) entwickelt, konstruiert und gefertigt, welcher einen Durchmesser von 60 mm aufweist, sodass ausreichend große Proben für die Filtrationsmesszelle nach VDI 2762 hergestellt werden können (Abbildung 20).



Abbildung 20: Großer Flächenheizstempel für die thermische Fügung

Beim Texture Analyser handelt es sich um eine Zug-Druckprüfmaschine mit einer Wegauflösung von 1  $\mu\text{m}$  und einer Kraftauflösung von 1 mN. Die Temperaturkammer kann zusätzlich zur Aufheizung des Probenmaterials bis 160  $^{\circ}\text{C}$  verwendet werden. Hierbei hat sich jedoch gezeigt,

dass die einstellbaren Temperaturen nicht zum Erreichen der Schmelz- und Glasübergangstemperaturen der verwendeten thermoplastischen Werkstoffe ausreichen. Bei Polypropylen (PP) liegt der Schmelzbereich zwischen 160 und 165 °C und bei Polyethersulfone (PES) über 230 °C. Ebenfalls geht durch die globale Aufheizung der Temperaturkammer die in der Kammer vorherrschende Temperatur durch das Öffnen der Tür verloren.

Die Aufheizung des Stempels erfolgt mittels einer Heizmatte, welche an ein standardmäßiges Labornetzteil angeschlossen werden kann oder an die parallel dazu entwickelte Heizelementsteuerung. Der Aufbau des Heizstempels mit der zum Einsatz kommenden Heizmatte ist in Abbildung 21 gezeigt.

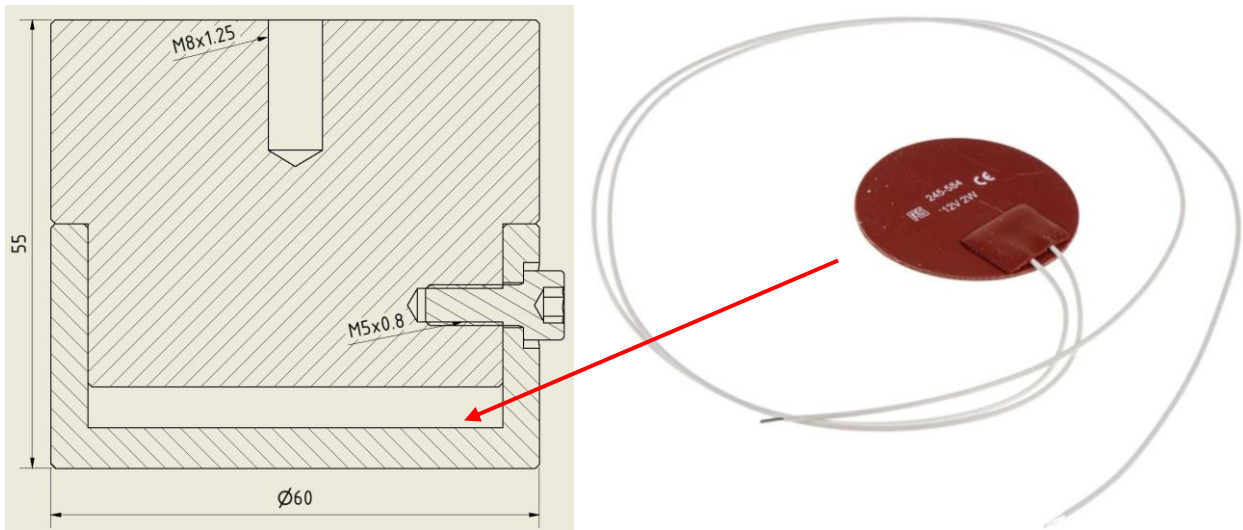


Abbildung 21: Querschnitt des großen Flächenheizstempels mit verbautem Heizelement

Zur präzisen Temperatursteuerung dieser wurde in Zusammenarbeit mit der Elektronikwerkstatt eine Heizelementsteuerung in Auftrag gegeben und mit den Heizstempeln zusammen in Betrieb genommen. Die entwickelte Heizelementsteuerung ist in Abbildung 22 gezeigt.



Abbildung 22: Entwickelte Heizelementsteuerung

Bei der Heizelementsteuerung handelt es sich um eine Leistungssteuerung, welche stufenweise in Prozent der Maximalleistung des Netzteils eingestellt werden kann. Im Gegensatz zur

Ansteuerung mit einem standardmäßigen Labornetzteil ist die Abstufung der einzelnen Leistungsstufen zueinander feingliedriger und somit die daraus resultierende Temperatureinstellung präziser. Ebenfalls können mithilfe von drei Preset-Funktionen gewünschte Einstellungen abgespeichert und bei einem Neustart des Geräts direkt wieder angefahren werden. Diese erleichtern zusätzlich das Umschalten zwischen verschiedenen Temperaturstufen, welche für die Fügung unterschiedlichster Materialien benötigt werden. Für die ersten flächigen Fügeversuche wurden Monofilament-Gewebe der Firma Sefar AG verwendet, welche ebenfalls im projektbegleitenden Ausschuss des Projekts vertreten ist, und Membrane der Firma 3M™. Die Membran besteht aus Polyethersulfone (PES) und die Gewebe aus Polypropylen (PP). Hierbei sollten die verschiedenen Materialien und die daraus resultierenden Schmelz- bzw. Glasübergangstemperaturunterschiede zum Vorteil des Komposits ausgenutzt werden. Für die Filtration ist es unbedingt notwendig, dass die Poren der Membran durch die thermische Fügung nicht verschlossen werden. Dies soll durch die höhere Glasübergangstemperatur der PES-Membran im Vergleich zum darunter liegenden PP-Stützgewebe sichergestellt werden. Bei den Fügeversuchen ist jedoch deutlich geworden, dass die Schrumpfung von PP-Monofilament-Geweben, welche als Stützgewebe zum Einsatz kamen, der Herstellung der Komposite im Wege steht. Allein die Wärmeabstrahlung des Heizstempels bzw. die Hitze innerhalb der Temperaturkammer waren ausreichend, um eine sichtbare makroskopische Verformung, wie in Abbildung 23 erkennbar ist, herbeizuführen.

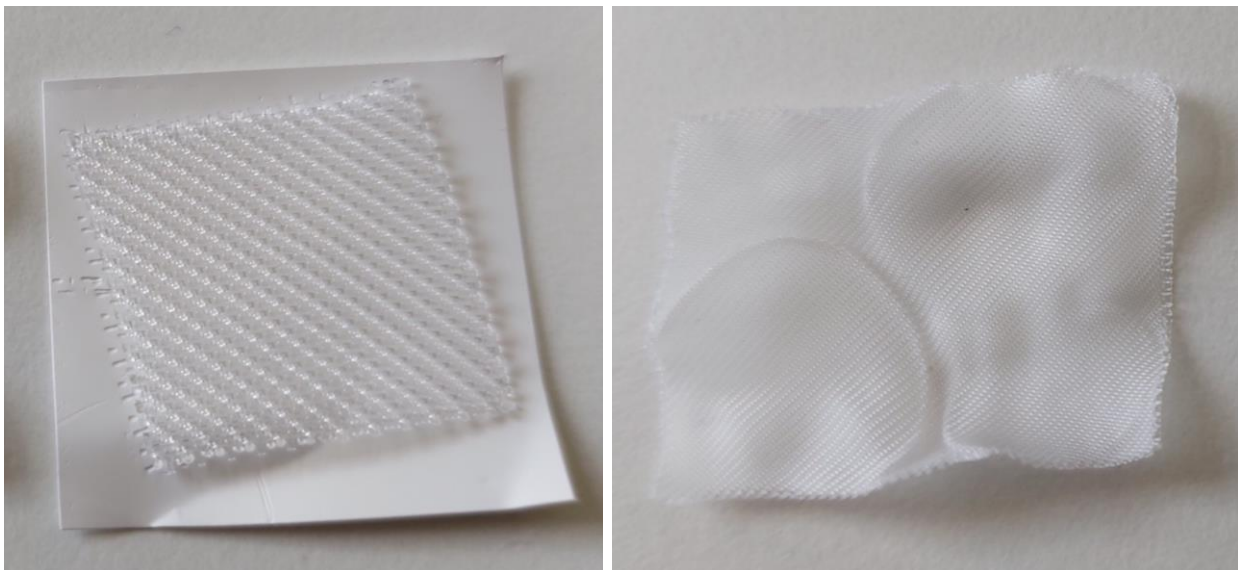


Abbildung 23: Makroskopische Schrumpfung von Monofilament-Geweben

In Abbildung 23 links ist die PES Membran (weiß – untenliegend) mit darauf liegendem Gewebe abgebildet. Beide Materialzuschnitte hatten vor der thermischen Beaufschlagung (160 °C) die gleichen Abmaße (5 x 5 cm). Anhand der Verformung ist deutlich der Einfluss der Wärmezufuhr zu erkennen, welche sich ebenfalls bei dem feinmaschigeren Gewebe in Abbildung 23 rechts darstellt. Diese hitzeinduzierte Deformation lässt sich nicht nur makroskopisch beobachten, sondern zeigt sich auch mikroskopisch nach Vermessung der Maschenweite vor und nach der Schrumpfung, wie in Abbildung 24 dargestellt. Anhand der Maschenweitenvermessung mittels

Lichtmikroskopie wird deutlich, dass das Gewebe mehr als 50 % seiner ursprünglichen Maschengröße durch die thermische Schrumpfung verloren hat.

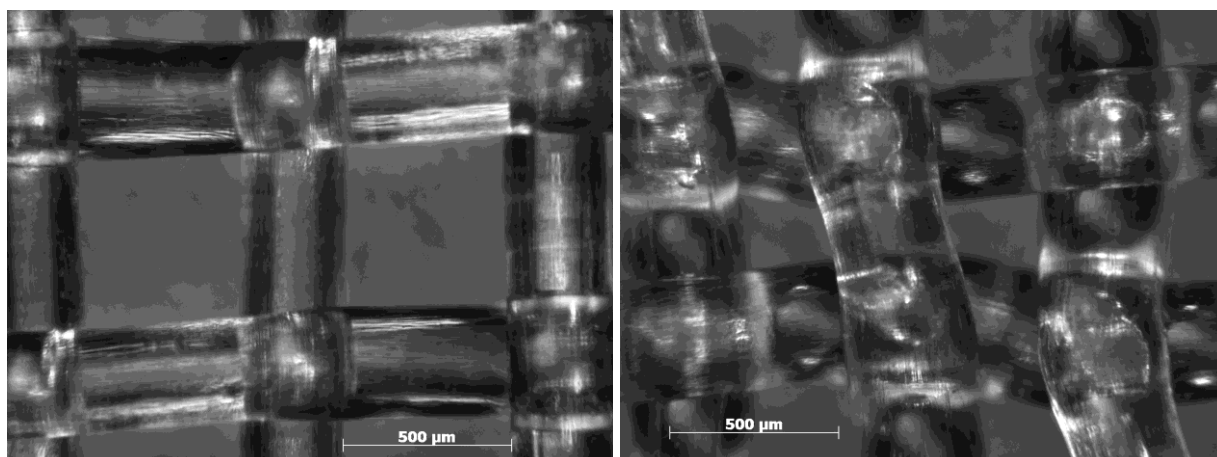


Abbildung 24: Mikroskopische Schrumpfung von Monofilament-Geweben unter Wärmeeinfluss

Da ein solches Schrumpfverhalten für die Herstellung der Komposite nicht tolerierbar war, wurden neben Monofilamenten ebenfalls Multifilamente hinsichtlich ihrer thermischen Schrumpfung untersucht. Es wurde vermutet, dass diese Gewebe durch die Webstruktur insgesamt weniger anfällig für Verformungen sind. Makroskopisch ließ sich diese Vermutung auch bestätigen, da nach identischer Wärmebeaufschlagung in der Temperaturkammer des Texture Analysers (160 °C) keine Änderung der Probengröße, wie im Fall der Monofilamente, erkennbar war. Da durch die Webart eine mikroskopische Porengrößenvermessung nicht möglich war, wurden Durchströmungsversuche mit vollentsalztem Wasser (VE-Wasser) durchgeführt. Anhand der Filtermittelerwiderstände konnten im Anschluss Aussagen über die Veränderung der Porengrößen getroffen werden. Eine Rondenprobe des Multifilaments mit den dazugehörigen Widerstandswerten im temperierten und nicht temperierten Zustand ist in Abbildung 25 dargestellt.

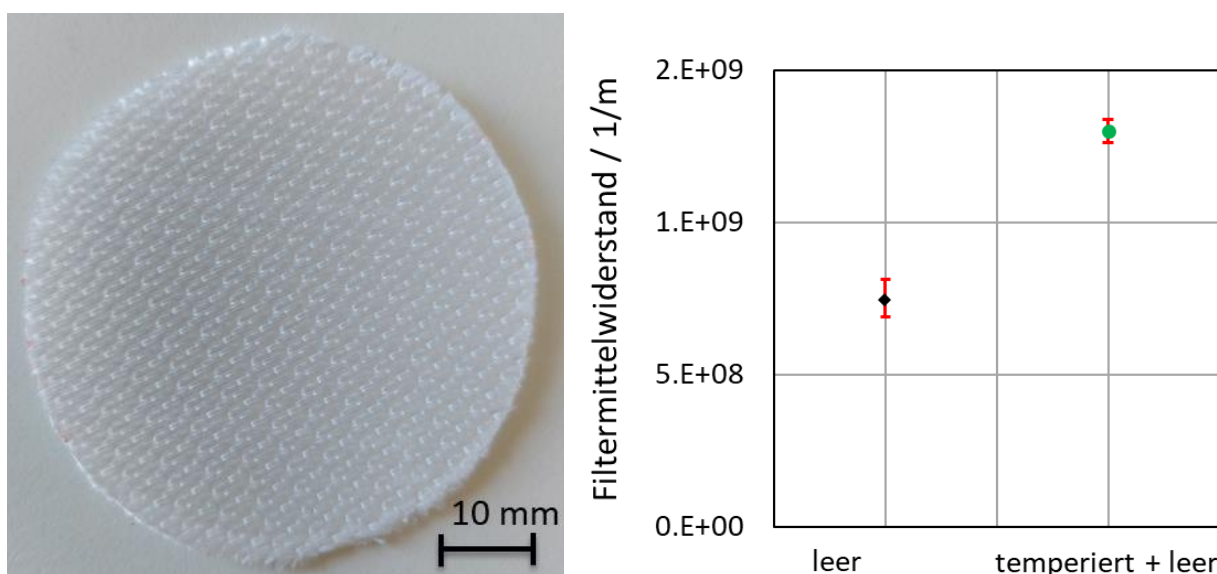


Abbildung 25: Auswirkungen der thermischen Schrumpfung auf den Filtermittelerwiderstand

Wie aus den Durchströmungsversuchen anhand der Filtermittelwiderstände deutlich wurde, führt auch die Temperaturbeaufschlagung des Multifilaments zu einer Verringerung der Porengrößen, obwohl makroskopisch keine Veränderungen sichtbar waren. Dies lässt sich aus dem erhöhten Filtermittelwiderstand ableiten, da eine verringerte Porengröße zwangsläufig zu einem erhöhten Durchströmungswiderstand führt. Anhand der erläuterten Laborversuche wurde somit deutlich, dass aufgrund der Maschenweitenverengung der Gewebe unter Hitzeeinwirkung eine Herstellung von Membran-Gewebe-Kompositen mittels des großen Heizstempels nicht sinnvoll ist. Eine Berücksichtigung des jeweiligen individuellen Schrumpfverhaltens würde die Einfachheit des Prozesses beeinträchtigen, welche jedoch für einen Übergang in den Technikums- und Industriemaßstab unbedingt notwendig ist.

Ebenso problematisch bei einer flächigen Verschweißung ist, dass durch die Art der Herstellung mittels Hitze und Druck zwangsläufig Poren der Membran bzw. des Gewebes verschlossen werden. Nur bei Temperaturen um den Schmelzpunkt des jeweiligen Materials ist eine dauerhafte Verbindung möglich. Ein Aufschmelzen hat jedoch zum Nachteil, dass die Porengeometrie nicht aufrechterhalten werden kann. Aus den gewonnenen Versuchsergebnissen wurde daher geschlossen, dass für weitere Fügeversuche eine punktweise Verbindung vorteilhafter erscheint, um eine Gesamtschrumpfung des Komposits zu vermeiden und offene Poren zu gewährleisten. Darüber hinaus wurden Materialien recherchiert und organisiert, welche durch eine thermische Vorbehandlung nur einen minimalen Restschrumpf aufweisen. Diese fanden bei der nachfolgenden Herstellung der Membran-Gewebe-Kompositen mittels Punktschweißung Verwendung.

### **3.2. Herstellung mittels punktuellen Fügeverfahren**

Ein Vorteil von punktuellen Fügeverfahren wurde allgemein in der Tatsache gesehen, dass die gesamte Restfläche außerhalb der Fügung als freie Durchströmungsfläche zur Verfügung steht, wodurch die prozentual abgedeckte Fläche der Anströmseite des Komposit-Materials variabel einstellbar ist. Ebenfalls ist zu erwarten, dass durch ein vollständiges punktuell Verschweißen die Verbindung lokal belastbarer sein wird als nur durch ein partielles Anschmelzen einzelner Lagen. Diese Annahmen wurden in den darauffolgenden Laborversuchen untersucht. Um punktweise Verbindungen zwischen Membran und Geweben herzustellen, wurden drei verschiedene Verfahren auf ihre Tauglichkeit hin untersucht und getestet. Die Ultraschallschweißung, die Kaschierung bzw. Punktverklebung und ein neu konstruierter Punktheizstempel. Die zwei zuerst genannten Verfahren bieten den Vorteil, dass sie bereits großindustriell eingesetzt werden und somit bei festgestellter Eignung für die Herstellung der Membran-Gewebe Komposite ein Übergang zum Technikums- und Industriemaßstab unproblematisch erscheint.

#### **3.2.1. Ultraschallschweißung**

Die zum Einsatz kommenden Sonotroden bei der Ultraschallschweißung sind hinsichtlich der möglichen Schweißgeometrien nahezu beliebig wählbar und bieten somit ausreichend Flexibilität hinsichtlich einer möglichen Punktverbindung. Die Versuche zur Ultraschallschweißung wurden von der Firma Weber Ultrasonic AG, Karlsbad, durchgeführt und die während der Versuche zum Einsatz gekommenen Ultraschall-Sonotroden sind in der nachfolgenden Abbildung 26 dargestellt.



Abbildung 26: Sonotroden der Firma Weber Ultrasonic AG

Für die Herstellung der ersten ultraschallgeschweißten Membran-Gewebe-Komposit Prototypen wurde eine Abdeckung der Anströmseite durch die Schweißpunkte von etwa 10 % angestrebt. Dies sollte einen Kompromiss zwischen der zur Verfügung stehender Restdurchströmungsfläche und der Festigkeit der Verbindung darstellen. Um die Geometrie möglichst einfach zu gestalten und eventuell mit der später durchgeführten Punktverklebung (Kapitel 3.2.3) vergleichen zu können, wurde eine Sonotrode mit einem kreisförmigen Spitzendurchmesser von 2 mm gewählt. Durch die Wahl der Schweißpunktabstände zueinander könnte dann die prozentual abgedeckte Fläche wie gewünscht eingestellt werden. In Abbildung 27 sind die ersten mittels Ultraschallschweißung hergestellten Muster erkennbar.

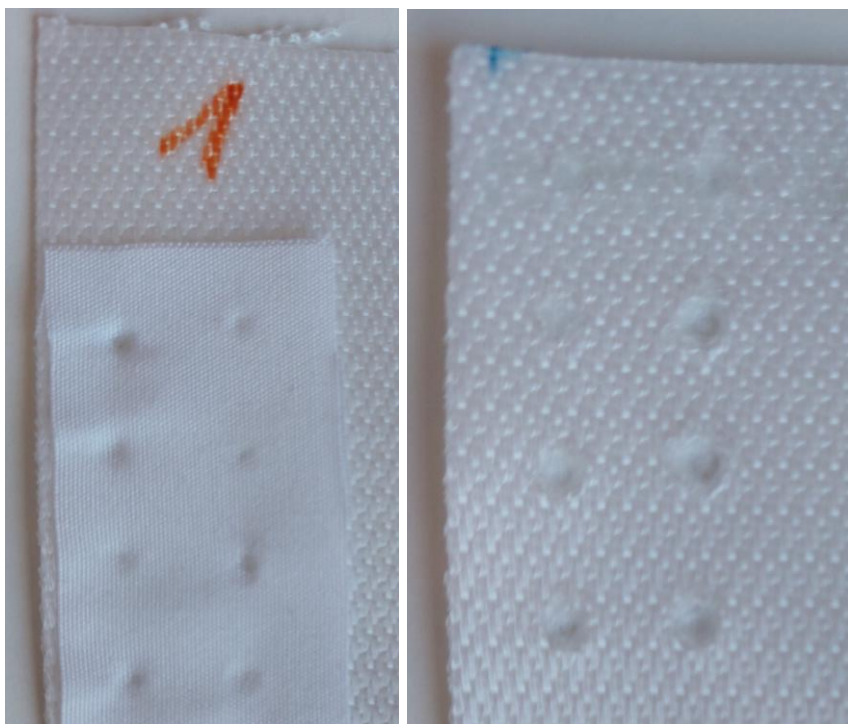


Abbildung 27: Ultraschallgeschweißte Muster der Firma Weber Ultrasonic AG

Bei den Schweißversuchen wurde ein PP-Gewebe (Abbildung 27 links untenliegend) und ein feines PE-Gewebe (Abbildung 27 links obenliegend) verwendet, um die generelle Ultraschallschweißbarkeit unterschiedlicher Polymermaterialien miteinander untersuchen zu können. Bei nachgewiesener Tauglichkeit des Verfahrens könnte dieses auf ein Membran-Gewebe-Komposit bestehend aus den gleichen Materialien übertragen werden. Bei den Ultraschallschweißversuchen wurde jedoch festgestellt, dass die Verbindung dieser unterschiedlichen Materialien miteinander nicht trivial ist. Wie in Abbildung 27 deutlich zu erkennen ist, führen die unterschiedlichen Schmelz- bzw. Glasübergangstemperaturen dazu, dass es zu mangelnder bzw. übermäßiger Wärmeeinwirkung auf das jeweilige Material kommt. Bei dem PP-Gewebe mit der niedrigeren Schmelztemperatur führt dies zu einer Lochbildung an den Schweißstellen, während das Material aus PE nur oberflächlich angeschmolzen wurde. Der beschriebene Vorteil für die Filtration durch die Verwendung zweier Materialien unterschiedlicher Schmelztemperaturen zur Aufrechterhaltung der Membranporen erwies sich fertigungstechnisch als Nachteil. Aus dieser Erkenntnis wurde geschlossen, dass nachfolgend für die thermischen Fügeversuche nur noch Gewebe und Membrankombinationen aus dem gleichen Material verwendet werden, da eine Lochbildung im Stützgewebe unbedingt vermieden werden sollte. Diese Defekte im Gewebe stellen Schwachstellen dar, an welche es voraussichtlich im großindustriellen Einsatz zuerst zu Beschädigungen wie Aufreißen des gesamten Gewebes etc. kommen würde. Um jedoch weiterhin auch die Verbindung zweier unterschiedlicher Materialien miteinander realisieren zu können, kam hierfür das Verfahren der Kaschierung/Punktklebung zum Einsatz (Kapitel 3.2.3).

### 3.2.2. Punktverschweißung mit Heizstempel

Da sich eine weitere systematische Untersuchung der Schweißbarkeit von verschiedenen Gewebe- und Membrankombinationen durch die Firma Weber Ultrasonic AG zeit- und kostenintensiv gestaltet hätte, wurde beschlossen, die punktuelle Verschweißung am Lehrstuhl selbst mit materialgleichen Geweben und Membran selbst durchzuführen. Hierzu wurde ein weiterer Heizstempel gefertigt (Abbildung 28).



Abbildung 28: Punktheizstempel mit 2 mm Spitzendurchmesser

Der neue Punktheizstempel weist, wie auch schon die Ultraschallsonotrode, einen Spitzendurchmesser von 2 mm auf. Mittels einer Heizpatrone mit einer Maximalleistung von 50 W wird dieser aufgeheizt. Für die präzise Temperatureinstellung kam wiederum die entwickelte Leistungssteuerung für Heizelemente zum Einsatz. Um eine exakte Positionierung der Schweißpunkte zueinander zu gewährleisten, wurde darüber hinaus eine Vorrichtung entwickelt und gefertigt, mit der die Membran-Gewebe-Komponenten fixiert und anschließend verschweißt werden können. Die genannte Apparatur ist in Abbildung 29 dargestellt.

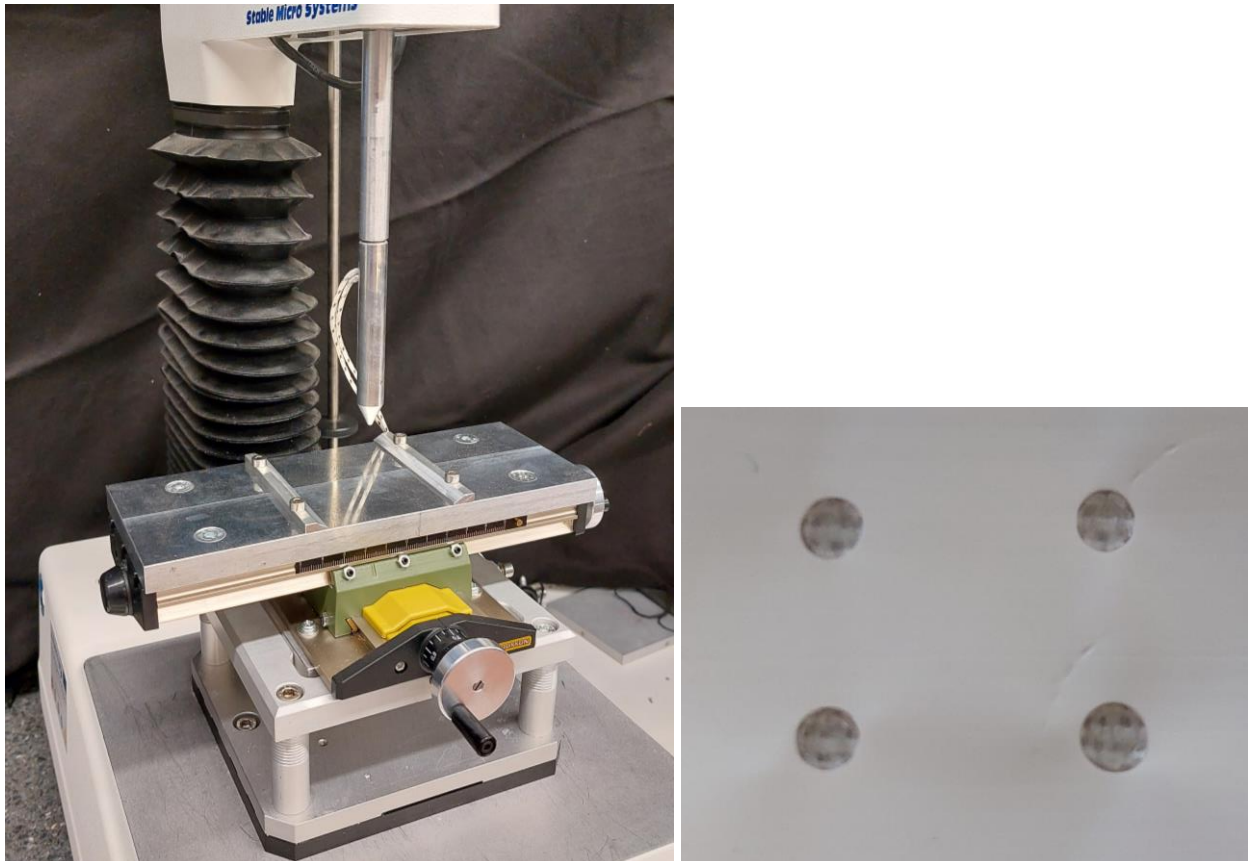


Abbildung 29: Vorrichtung zur Punktschweißung (links), einzelne Schweißpunkte (rechts)

Die Schweißapparatur basiert auf einem x-y-Tisch mit Feineinstellung von Proxxon, auf welchem eine Aluminiumplatte mit entsprechenden Haltevorrichtungen für die zu verschweißenden Materialien angebracht ist. Das gewünschte Punktraster lässt sich durch Verfahren der gesamten Platte mit den darauf befindlichen Materialien und anschließendem Verschweißen mittels des Heizstempels herstellen. Mit dieser Vorrichtung wurden Membran-Gewebe-Komposite hergestellt, welche aus dem Gewebe Sefar Tetex Multi 05-6-342 K und der Membran 3M™ Accurel® PP 2E bestehen. Da bei der flächigen Verschweißung (Kapitel 3.1) eine Schrumpfung von PP-Geweben festgestellt wurde, kam das kalandrierte Gewebe (05-6-342 K) zum Einsatz. Kalandriert bedeutet zum einen, dass mittels Heizwalzen die Oberflächen geglättet wurden, zum anderen bewirkt die Hitzeeinwirkung aber auch, dass das Gewebe hinsichtlich seines Restschrumpfs minimiert wird und somit von einer Porengrößenverengung während des Punktschweißens nicht ausgegangen werden kann. Die verwendete Membran (Accurel® PP 2E) weist für die großindustrielle Kuchenfiltration zwar eine zu geringe Porengröße auf (nominelle Porengröße: 0,2 µm) und damit einen unwirtschaftlich geringen Filtratdurchsatz

( $11,4 \text{ ml} \cdot (\text{min cm}^2 \text{ bar})^{-1}$ ), sie wurde dennoch für die punktuelle Verschweißung verwendet, um die prinzipielle Umsetzbarkeit zu überprüfen. Die für die gasdurchsatzfreie Kuchenfiltration optimale nominelle Porengröße von  $1 \mu\text{m}$  wird aktuell nicht in Form von kommerziell erhältlichen PP-Membranen auf dem Markt angeboten. Bei Nachweis einer generellen Eignung des Verfahrens können die während der Versuche bestimmten Fügeparameter auf eine verfügbare Membran geeigneterer Porengröße übertragen werden.

Die geschweißten Membran-Gewebe-Kompositen aus den zuvor beschriebenen Materialien wurden bei einer Füge­temperatur von  $195 \text{ }^\circ\text{C}$  mit einer Haltezeit von 5 s hergestellt (Abbildung 30) und anschließend auf ihre mechanische Belastbarkeit und ihre filtrationstechnischen Eigenschaften hin untersucht (Kapitel 4).

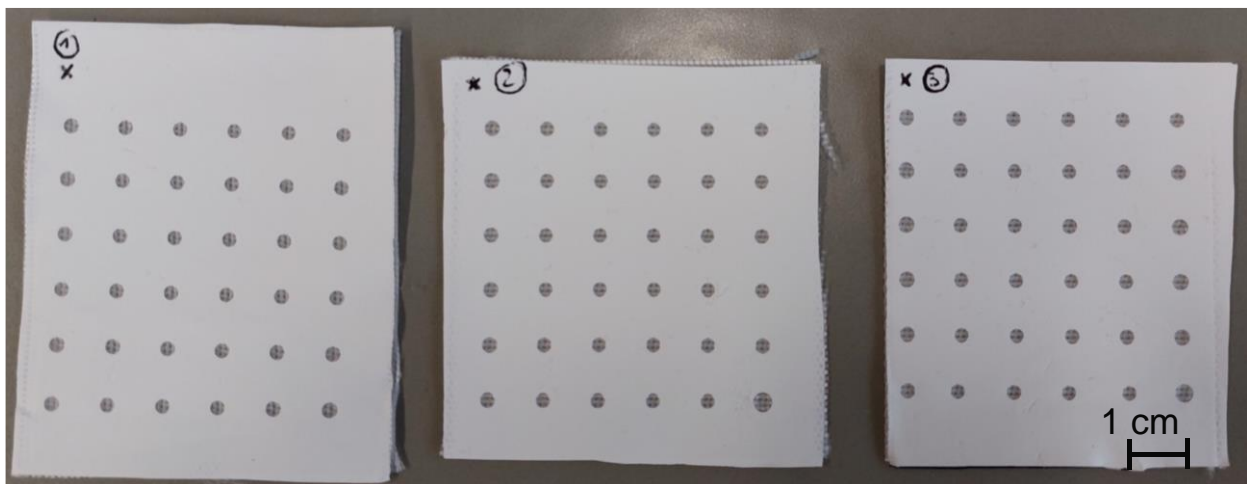


Abbildung 30: Punktgeschweißtes Membran-Gewebe-Komposite Filterelement

### 3.2.3. Herstellung von Membran-Gewebe-Kompositen mittels Punktverklebung

Um eine Fügung zweier unterschiedlicher Ausgangsmaterialien von Gewebe und Membran realisieren zu können, welche mittels Flächen- und Ultraschallschweißung nicht erfolgreich war, wurden die Membran-Gewebe-Komposite durch eine Punktverklebung hergestellt.

Im Allgemeinen ist die Punktverklebung mit Hotmelt-Klebstoffen ein Herstellungsverfahren, das in der Textilindustrie weit verbreitet ist und daher bereits in großem Umfang industriell angewendet wird [31–35]. Bei diesem Verfahren werden zwei oder mehr Lagen textiler Materialien durch das Aufbringen von Klebepunkten miteinander verbunden. Die Klebepunkte werden mit Hilfe einer rotierenden Walze auf die eine Seite des Textils aufgetragen, während die zu verbindende Textillage anschließend hinzugefügt und angedrückt wird [36]. Die Klebstoffmenge kann durch die Lochgröße der Schablone, den Anpressdruck, die Rotationsgeschwindigkeit der Schablone und mit Hilfe der Viskosität des Klebstoffes eingestellt werden [32]. Die Punktverklebung wird insbesondere bei der Herstellung von atmungsaktiven Textilien und Sportbekleidung eingesetzt, da der Vorteil dieser darin besteht, dass die Menge des Klebstoffauftrags gleichzeitig das Verhältnis von Verbindungsfestigkeit und freier Fläche beeinflusst [37]. Ob dieser Zusammenhang auch uneingeschränkt auf die Herstellung der Membran-Gewebe-Komposite übertragen werden kann, wurde im Projekt untersucht. Neben den Haftungseigenschaften von Membran und Gewebe ist vor allem der Durchströmungswiderstand

für den Einsatz in der Filtration entscheidend. Da der Durchflusswiderstand in direktem Zusammenhang mit der freien Fläche und der Menge des Klebstoffs steht, der die Poren von Membran und Gewebe verstopft, muss das bestmögliche Gleichgewicht zwischen diesen Parametern gefunden werden. Ein Schema der hergestellten Membran-Gewebe-Verbundstoffe ist in Abbildung 31 dargestellt. Für die Verklebung wurde ein Polyurethan-Hotmelt-Klebstoff verwendet.

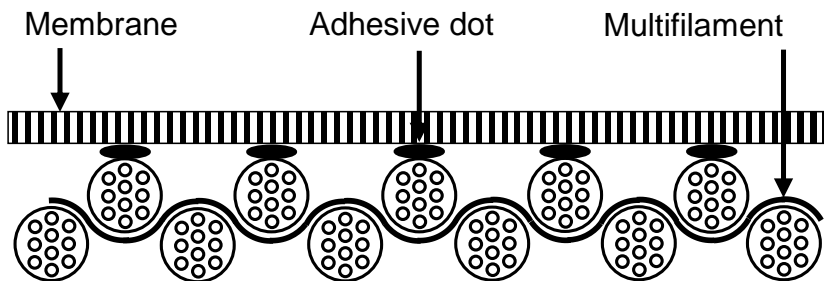


Abbildung 31: Schematischer Aufbau des durch Punktverklebung hergestellten Membran-Gewebe-Komposits

Die eigentliche Herstellung der Verbundwerkstoffe erfolgte durch und in enger Absprache mit der Firma Trans-Textil GmbH, Freilassing, Deutschland, die dieses Verfahren zur Herstellung von Textilien und Bekleidung einsetzt. Die Komposit Filtermaterialien wurde aus DIN-A4 großen Stücken der Gewebe 05-4-660 K PHARMA, 05-130-200 W und 07-170-360 W der Firma Sefar sowie der Membran MicroPES™ 12F der Firma 3M hergestellt. Der erste Prototyp der hergestellten Membran-Gewebe-Komposite ist in Abbildung 32 dargestellt.

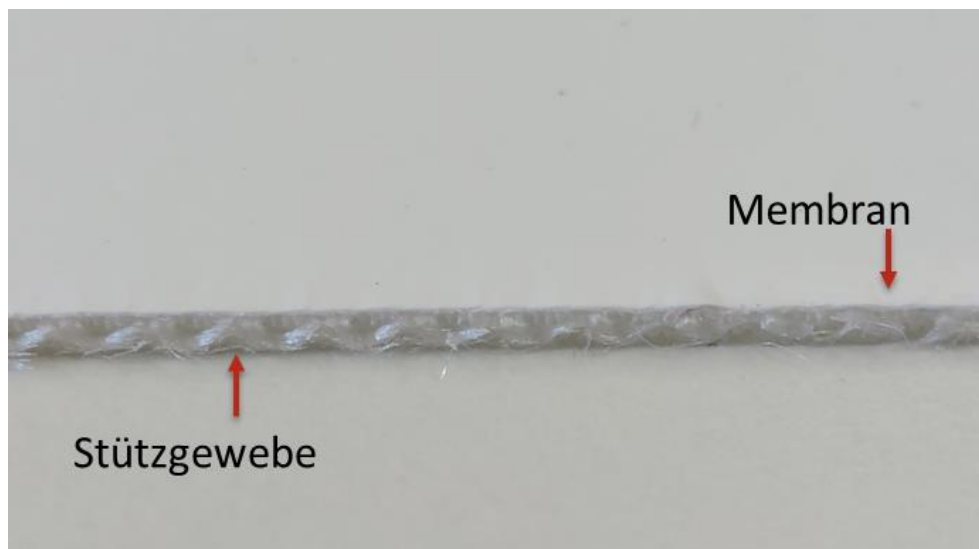


Abbildung 32: Punktverklebtes Membran-Gewebe-Komposit bestehend aus PP-Gewebe 05-4-660 K PHARMA und PES-Membran MicroPES™ 12F

---

**Teile dieses Kapitels wurden bereits veröffentlicht in:**

Benz, N.; Krull, F.; Nikolaus, K.; Antonyuk, S. Membrane–Fabric Composite Filter Media for Continuous Cake Filtration without Gas Throughput Using Paste Dot Coating with Adhesive. *Membranes* 2023, 13, 801. <https://doi.org/10.3390/membranes13090801>

Bei der Herstellung der geklebten Membran-Gewebe-Komposite hat sich gezeigt, dass Unterschiede in der Oberflächenbeschaffenheit Auswirkung auf den Klebeauftrag haben. Daher sind innerhalb des Projektzeitraums insgesamt drei geklebte Kompositvarianten entstanden. In der nachfolgenden Abbildung 33 sind die Versionen 1 und 2 dargestellt.



Abbildung 33: Punktverklebte Membran-Gewebe-Komposite Version 1 (links) und Version 2 (rechts)

Aus welchen Materialien die einzelnen Komposite bestehen, ist in Tabelle 2 näher spezifiziert.

Tabelle 2: Übersicht der geklebten Komposite

<b>Version</b>	1	2	3
<b>Gewebe</b>	05-4-660 K PHARMA	05-130-200 W	07-170-360 W
<b>Membran</b>	MicroPES™ 12F	MicroPES™ 12F	MicroPES™ 12F

## 4. Untersuchung der entwickelten und hergestellten Membran-Gewebe-Komposite

### 4.1. Bestimmung der Filterwiderstände

Für die Auslegung von Filtrationsanwendungen und den Vergleich von Filtermedien untereinander werden vor allem die Filterwiderstände herangezogen, welche nach der VDI 2762 bestimmt werden können (Kapitel 2.1). Dies erfolgte im Projektzeitraum für verschiedenste Referenzfiltermedien und die hergestellten Membran-Gewebe-Komposite.

#### 4.1.1. Bestimmung der Filterwiderstände von Referenzfilterelementen

Um die Tauglichkeit der hergestellten Membran-Gewebe-Komposite für den industriellen Anwendungsfall prüfen zu können, war es notwendig, Referenzfiltermedien als Benchmark heranzuziehen. Um diese auszuwählen, wurden die in den projektbegleitenden Ausschüssen vertretenen Filtermedienhersteller gebeten, ein für die Filtration des in Abbildung 3 dargestellten Partikelsystems geeignetes Filtermedium zur Verfügung zu stellen. So war gewährleistet, dass die Membran-Gewebe-Komposite mit realen bereits kommerziell eingesetzten Filtermedien für Vakuumtrommelfilter verglichen werden konnten. Bei den Referenzmedien handelte es sich um die bereits bei den Voruntersuchungen zur Messauflösung (Kapitel 2.1.1) eingesetzten Medien, genauer ein Nonwoven (858.980 000 S/5) von Kayser Filtech, ein Multifilamentgewebe von Junker-Filter (JF 4161) und zusätzlich noch ein Multifilament von Sefar (05-4-660 K PHARMA). Die Filtermittel- und Filterkuchenwiderstände wurden mit einer Suspension von 100 ml bestimmt deren Konzentration 25 m-% PCC betrug. Die Filtermittelwiderstände der Referenzfiltermedien sind in Abbildung 34 dargestellt. Die Widerstände wurden mit der standardmäßigen Auswertemethode nach VDI 2762 bestimmt, welche in Kapitel 2.1.4 erläutert wurde.

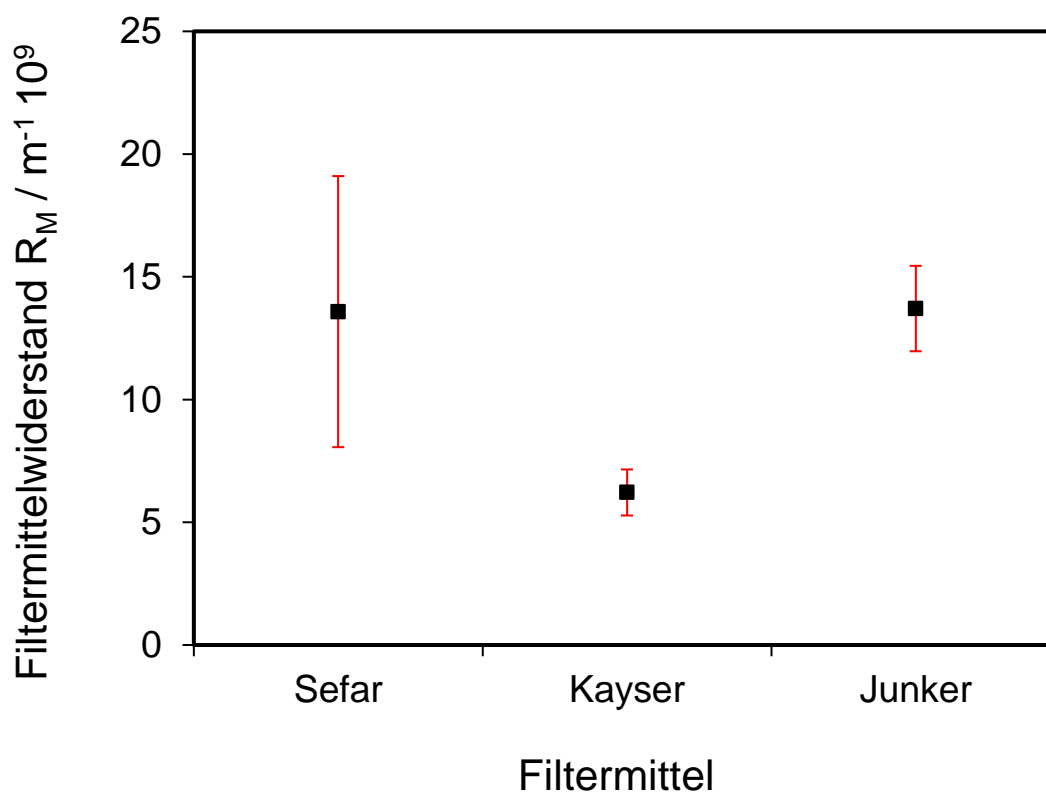


Abbildung 34: Filtermittelwiderstände Referenzfiltermedien

#### 4.1.2. Bestimmung des Filtermittlerwiderstands und des Bubble-Points der punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposite

Für die Bestimmung ob und inwieweit sich die Punktschweißung auf den Filtermittlerwiderstand der Membran-Gewebe-Komposite auswirkt, wurden Leermessungen mit 250 ml VE-Wasser durchgeführt. Dies hatte den Vorteil, dass durch den neuen hinsichtlich seiner Messauflösung verbesserten Filtrationsaufbau (Kapitel 2.1.3) schnell Erkenntnisse darüber erlangt werden konnten. Das Messergebnis des Filtermittlerwiderstandes ist in Abbildung 35 dargestellt.

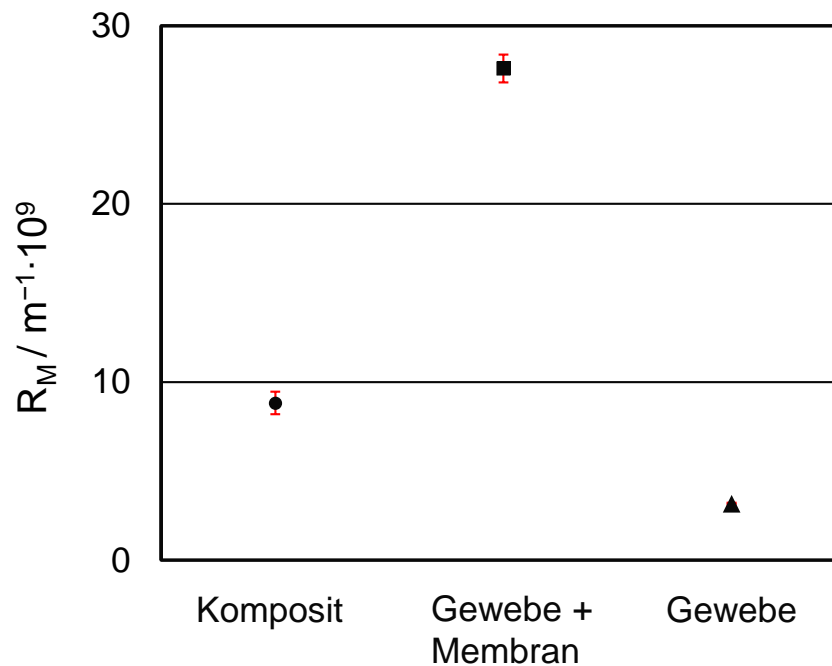


Abbildung 35: Filtermittlerwiderstand der punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposite

Hierbei steht „Komposit“ für das in Abbildung 30 dargestellte Membran-Gewebe-Komposit, „Gewebe + Membran“ für das beim Kompositwerkstoff eingesetzte Gewebe (Sefar Tetex Multi 05-6-342 K) und die Membran (3M™ Accurel PP 2E), jedoch in nicht verschweißter Form und „Gewebe“ für das Gewebe (Sefar Tetex Multi 05-6-342 K) allein. Anhand des Vergleichs zwischen dem punktgeschweißten Komposit und den Materialien in unverbundener Form sollte der Einfluss der Schweißpunkte auf den Filtermittlerwiderstand ermittelt werden. Wie in Abbildung 35 deutlich wird, war keine Erhöhung des Filtermittlerwiderstands ersichtlich, obwohl dies bei einer prozentual abgedeckten Fläche durch die Schweißpunkte von ca. 10 % zu erwarten gewesen wäre. Da die Filtermittlerwiderstände des Komposits nur marginal höher als die des Gewebes allein lagen, ließ dies den Schluss zu, dass bei der Verschweißung der Membran mit dem Gewebe Defekte entstanden sein mussten. Um dieser Hypothese auf den Grund zu gehen und die möglichen Defekte genauer lokalisieren zu können, wurden Messungen des Bubble-Points mit dem Porometer und der Prüfflüssigkeit Topor (Dichte: 1,9 g/ml, Oberflächenspannung: 16 mN/m) durchgeführt. Bei dieser Messmethode wird der unterhalb des Filterelements anliegende Druck langsam erhöht, bis der Kapillardruck der größten Poren erreicht ist. Den Differenzdruck, welcher für dieses Entleeren der ersten mit Flüssigkeit gefüllten Poren

aufgewendet werden muss und durch Blasenbildung am Filterelement ersichtlich wird, nennt man Bubble-Point. Die Ergebnisse der Porometer-Messungen sind in Abbildung 36 dargestellt.

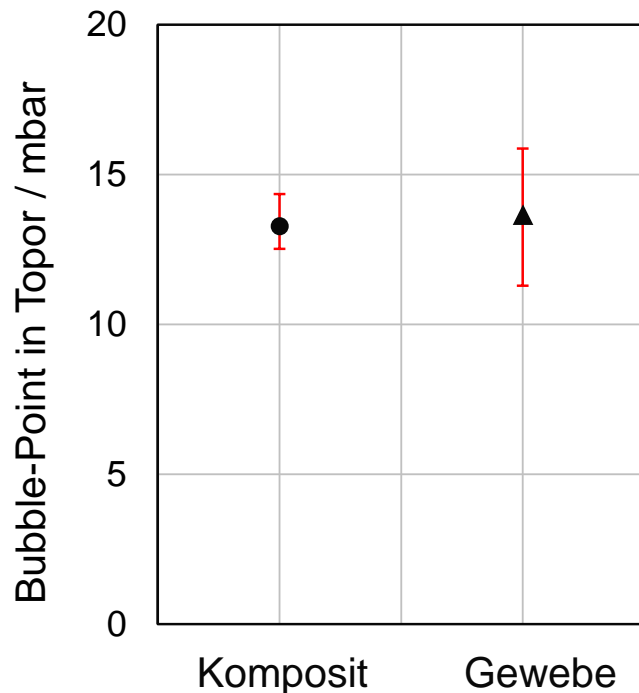


Abbildung 36: Bubble-Point des punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposits und des Gewebes (Sefar Tetex Multi 05-6-342 K)

Anhand der Messungen ist ersichtlich, dass der Bubble-Point des punktgeschweißten Komposits im Wertebereich des Gewebes liegt. Dadurch konnte die Annahme bestätigt werden, dass es beim Verschweißen der beiden Lagen zu Defekten in der Membran kam, sodass einzelne offene Gewebeporen den Gasdurchsatz erneut ermöglichten. Die entstehenden Gasblasen beim Erreichen des Kapillardrucks der entsprechenden Poren können visuell dem jeweiligen Schweißpunkt zugeordnet werden (Abbildung 37).



Abbildung 37: Blasenbildung beim Erreichen des Eintrittskapillardrucks

Um Defekte beim Verschweißen der Membran mit dem Gewebe möglichst zu vermeiden, wurden die Fügeparameter erneut variiert und anschließend die Schweißpunkte im Porometer auf ihre Gasdichtigkeit hin geprüft. Es war nicht möglich, allein durch Variation von Temperatur, Haltezeit und Anpressdruck eine gasdichte und feste Verbindung zwischen der Membran und dem Gewebe herzustellen. Um die offenen Poren zu verschließen, wurde darüber hinaus das Ergänzen von Zusatzmaterial bei der Schweißung untersucht. Hierfür wurde eine 500 µm dicke PP-Folie lokal auf die zu schweißende Stelle aufgelegt und zusammen mit der Membran mit dem Gewebe verschmolzen. Mit dieser Herstellungsmethode war es möglich, gasdichte Schweißpunkte herzustellen. Ein solcher Schweißpunkt mit Zusatzmaterial (roter Pfeil) ist in Abbildung 38 dargestellt, wobei die sichtbaren kreisförmigen Abdrücke auf der Membranoberfläche von der Einspannung des Porometers während der Dichtigkeitsprüfung resultieren.

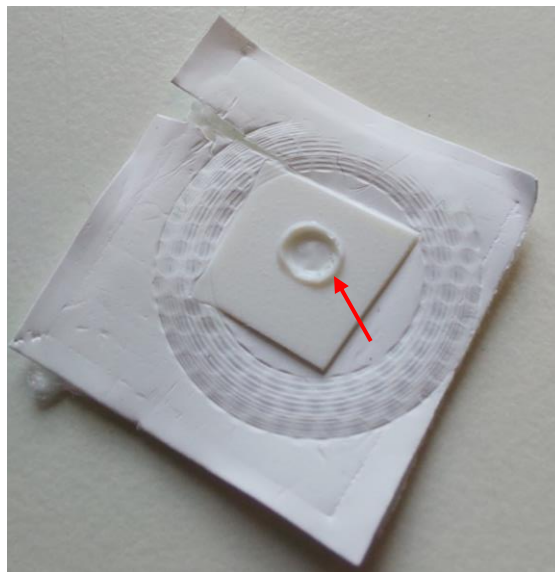


Abbildung 38: Schweißpunkt mit Zusatzmaterial nach der Dichtigkeitsprüfung im Porometer

Aufgrund des manuellen Schweißaufbaus (Abbildung 29) und dem manuellen Hinzufügen des Zusatzmaterials war eine reproduzierbare Schweißung mehrerer Punkte hintereinander jedoch nicht umsetzbar. Aus diesem Grund und der darüber hinaus fraglichen Abnahme des überstehenden Zusatzmaterials wurde auf eine weitere Verfolgung dieses Ansatzes zur Herstellung von punktgeschweißten Membran-Gewebe-Kompositen verzichtet.

#### 4.1.3. Bestimmung der Filtermittelwiderstände der punktgeklebten Membran-Gewebe-Komposite

Die Durchströmungsversuche und Filtrationsmessungen wurden zunächst für die aus dem Multifilament TetexMulti 05-4-660 K der Firma Sefar und der Membran MicroPES 12F der Firma 3M™ hergestellten Komposite durchgeführt (Version 1). Ziel war es, wie bei den geschweißten Kompositen anhand der erwarteten Zunahme der Durchströmungswiderstände den Einfluss der Punktklebung bestimmen zu können. Ebenfalls sollte durch Filtrationsmessungen untersucht werden, ob eine stellenweise Abdeckung durch die Klebung Inhomogenitäten im Filterkuchen verursacht. Die Filtermittelwiderstände der einzelnen Filtermedien sind in Abbildung 39 dargestellt. Hierbei wurde ein Vergleich zwischen den Kompositmaterialien im geklebten und

nicht geklebten Zustand gezogen. Die Bezeichnungen in der Abbildung 39 stehen für die verschiedenen Materialien: Hierbei bezeichnet „Komposit verklebt“ das hergestellte Kompositmaterial. „Komposit nicht verklebt“ bedeutet, dass die gleichen für die Punktklebung verwendeten Materialien aufeinandergelegt wurden, ohne diese jedoch durch eine Klebung miteinander zu verbinden. „Sefar“ ist die Abkürzung für das Referenzfiltermaterial der Firma Sefar AG, „Kayser“ steht für ein Referenzfiltermaterial der Firma Kayser Filtertech GmbH und „Junker“ für das Referenzfiltermaterial der Firma Junker-Filter GmbH. Die Referenzmedien dienen dazu, einen Vergleichswert bereitzustellen. Wie in Abbildung 39 deutlich wird, ließ sich der Einfluss der Klebepunkte nicht so deutlich darstellen wie erwartet. Dies lag vor allem an fertigungstechnischen Toleranzen und Chargenunterschieden, da sowohl bei der Produktion des Multifilament-Gewebes als auch bei der Herstellung der Membran und der Punktklebeverbindung Abweichungen entstehen. Das verklebte Kompositmaterial wies die geringsten Abweichungen hinsichtlich des Filtermittelwiderstands auf. Dies kann mit der feineren und gleichmäßigeren Verteilung der Membranporen erklärt werden.

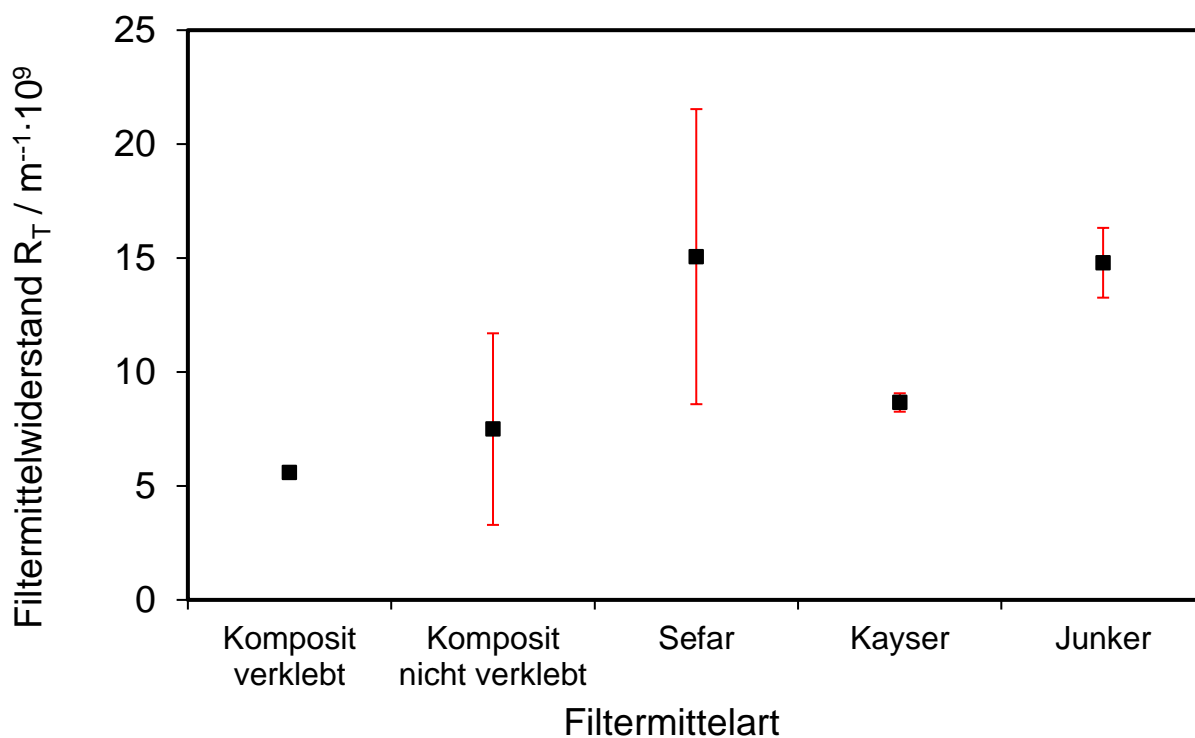


Abbildung 39: Filtermittelwiderstände des punktgeklebten Komposits Version 1 gemessen mit 25 m% PCC bei 0,8 bar

Im Gegensatz dazu ergeben sich beim Multifilament aufgrund der Webart und des Faserdurchmessers größere Unterschiede in der angestrebten Porengrößenverteilung. Da für die notwendigen Versuche Probenmaterial aus verschiedenen Chargen zum Einsatz kam, konnte ein aussagekräftiger Vergleich nur bedingt gezogen werden. Bei zukünftigen Versuchsreihen wurde daher darauf geachtet, nur Materialien ein und derselben Charge zu verwenden. Bei der verbesserten zweiten Version des geklebten Komposites bestehend aus der Membran MicroPES™ 12F und dem Stützgewebe 05-130-200 W wurde zudem die Vorgehensweise geändert. Wie sich anhand der später im Kapitel 4.3 erläuterten Delaminationsversuche gezeigt hat, lösen sich die Klebepunkte ausschließlich auf der Gewebeoberseite, nicht jedoch von der

Membran. Somit ist es möglich, erst Durchströmungsversuche des geklebten Komposits durchzuführen, anschließend die Membran inklusive der Klebepunkte abzulösen und daraufhin mit dem ursprünglichen Gewebe und einem neuen Stück der chargengleichen Membran erneut einen Versuch durchzuführen. Durch dieses Vorgehen ist davon auszugehen, dass der Einfluss der Klebepunktdeckung auf den Filtermittelwiderstand gezeigt werden kann.

Für die nachfolgenden Messungen wurde ausschließlich VE-Wasser verwendet, da sich bei den zuvor filtrierten Suspensionen kein negativer Einfluss der Punktklebung auf die Kuchenbildung bzw. -form gezeigt hat und für die Bestimmung des Einflusses auf den Filtermittelwiderstand Leermessungen ausreichend sind. Die gemessenen Filtermittelleerwiderstände der zweiten Version sind in Abbildung 40 dargestellt. Dabei steht die Abkürzung "Gewebe" für das Gewebe 05-130-200 W, "Gewebe + Membran" für das Gewebe 05-130-200 W mit der darüber liegenden, nicht verbundenen Membran (MicroPES 12F), "Membran" für die Membran MicroPES™ 12F und "Komposit" für das punktgeklebte Kompositfiltermedium aus dem Gewebe 05-130-200 W und der Membran MicroPES™ 12F.

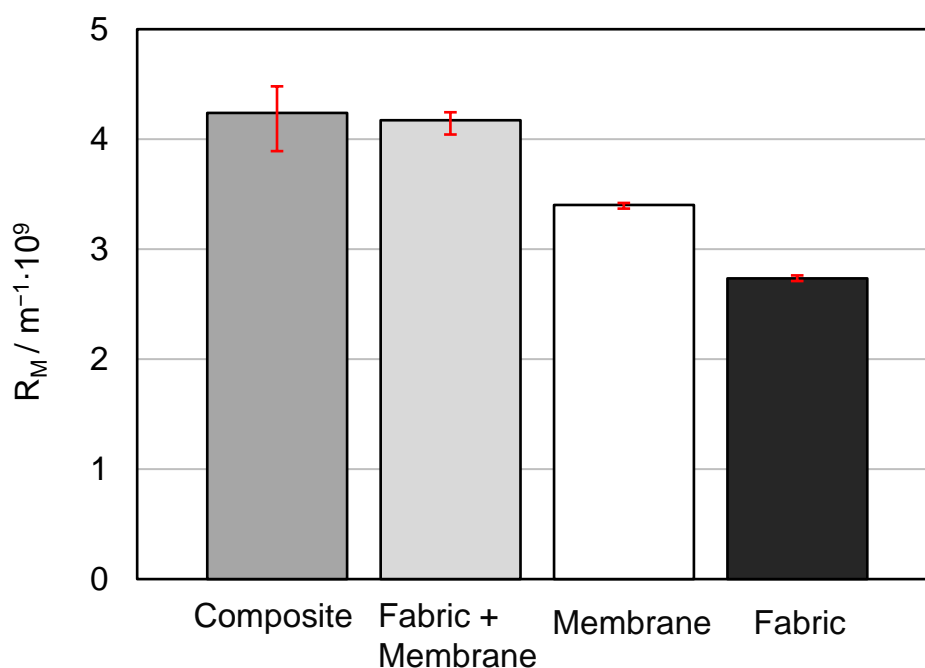


Abbildung 40: Filtermittelleerwiderstände des punktgeklebten Komposits Version 2 gemessen ohne Partikeln bei 0,8 bar

Wie aus den Messergebnissen hervorgeht, ist der Filtermittelleerwiderstand der punktverklebten Membran-Gewebe-Komposite nur geringfügig höher als der Filtermittelleerwiderstand der nur auf dem Gewebe aufliegenden Membran. Da bei der Auswahl der Prüfmaterialien identische Produktionschargen verwendet und die Versuche unter identischen Laborbedingungen durchgeführt wurden, sind die Unterschiede zwischen diesen beiden Messwerten ausschließlich auf die Punktverklebung zurückzuführen. Es kann demnach festgestellt werden, dass die Punktverklebung insgesamt einen vernachlässigbaren Einfluss auf den Filterwiderstand hat. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass bei der Herstellung des Kompositmaterials die Klebepunkte in Bereichen platziert wurden, die für die Strömung nicht bzw. nur wenig relevant sind. So wurden die Klebepunkte eventuell überwiegend auf der Oberseite der Fasern platziert.

Auch wenn es sich bei dem Gewebe um ein Multifilament handelt, bei dem die Gewebefasern selbst aus Einzelfasern bestehen, ist davon auszugehen, dass die Multifilamentfaser selbst nicht durchströmt wird bzw. die Strömungsgeschwindigkeit durch die Faser im Vergleich zur Strömungsgeschwindigkeit um die Faser vernachlässigbar ist. Solange die Klebepunkte folglich nicht die Durchflussbereiche zwischen den einzelnen Multifilamentfasern blockieren, ist eine signifikante Erhöhung des Filtermedium-Widerstands nicht zu erwarten. Da es sich bei der verwendeten Membran um eine mikroporöse Membran handelt, bei der die Strömung nicht auf die Hauptströmungsrichtung beschränkt ist, können die Klebepunkte auch innerhalb der Membran umströmt werden. Dies könnte eine weitere Erklärung dafür sein, weshalb der Durchflusswiderstand nicht signifikant erhöht ist.

Diese Erklärung sollte erneut experimentell nachgewiesen werden. Hierfür wurde eine dritte Version des geklebten Membran-Gewebe-Komposits hergestellt. Der Unterschied bei der Herstellung im Vergleich zu den beiden vorherigen Versionen bestand darin, dass die Klebepunkte jetzt auf die Membran aufgebracht wurden und anschließend das Gewebe hinzugefügt wurde. Bei den beiden zuvor untersuchten Varianten war die Vorgehensweise umgekehrt. Durch die glatte Oberfläche der Membran würden sich, so die Annahme, mehr Klebepunkte von der Rotationswalze auf dieser ablagern und durch das anschließende Aufbringen des Gewebes könnten sich nun auch Klebepunkte zwischen den einzelnen Gewebefasern befinden. Dadurch sollte eine Erhöhung des Filtermittelleerwiderstandes ersichtlich sein, da sich nun Klebepunkte in für die Durchströmung relevanten Bereichen befinden sollten. Erneut wurden Leermessungen mit VE-Wasser durchgeführt bei einem Differenzdruck von 0,8 bar. Die Messergebnisse des geklebten Komposits der dritten Version sind in Abbildung 41 dargestellt und die Bezeichnungen der einzelnen Proben analog zu den zuvor vermessenen Komposit-Varianten.

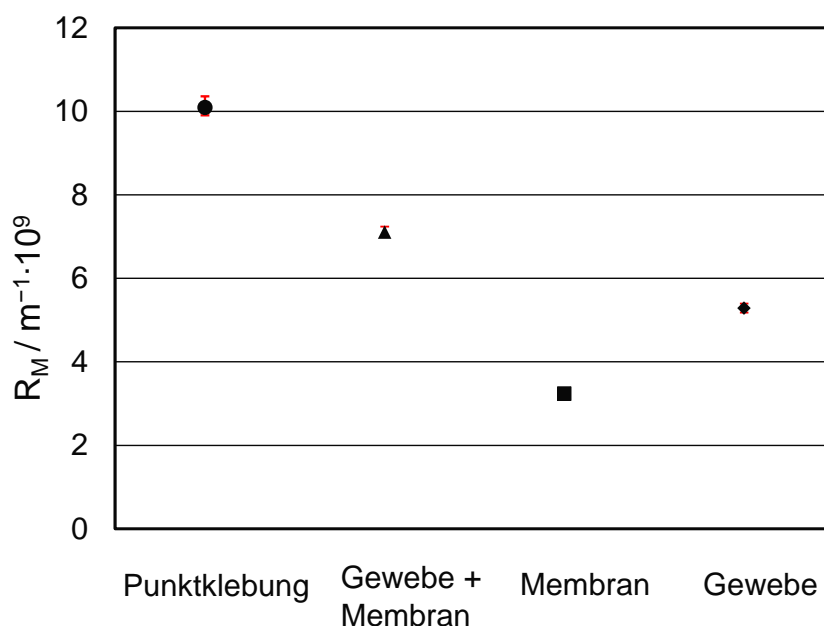


Abbildung 41: Filtermittelleerwiderstände des punktgeklebten Komposits Version 3 gemessen ohne Partikeln bei 0,8 bar

Wie in Abbildung 41 deutlich wird, kann die zuvor beschriebene Annahme bestätigt werden, da sich nun ein messbarer Unterschied zwischen dem punktverklebten Komposit und der unverbundenen Probe zeigt. Somit kann gesichert angenommen werden, dass die Klebepunkte nur in durchströmungsrelevanten Bereichen den Filtermittelwiderstand signifikant erhöhen. Bleiben sie alleinig auf der Oberseite der Gewebefasern, somit in nicht durchströmungsrelevanten Bereichen, ist dies nachweislich der Messergebnisse nicht der Fall.

## 4.2. $\mu$ CT-Aufnahmen und Bildanalyse der Membran-Gewebe-Komposite

Um die innere Struktur der hergestellten Komposite näher analysieren und die Verbindungen zwischen Membran und Gewebe besser beurteilen zu können, wurden verschiedenste  $\mu$ CT-Aufnahmen durchgeführt. Diese erfolgten sowohl für die punktgeschweißten Komposite, um den entstandenen Defekt bei der Schweißung sichtbar zu machen, als auch für die geklebten Komposite, bei welchen der im vorherigen Kapitel erläuterte und gemessene Zusammenhang zwischen Klebepunktposition im Komposit und Filtermittelwiderstand weiter verifiziert werden sollte.

### 4.2.1. Tomographie der punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposite

Ein Schnittbild der  $\mu$ CT-Tomographie des geschweißten Komposits ist in Abbildung 42 dargestellt.

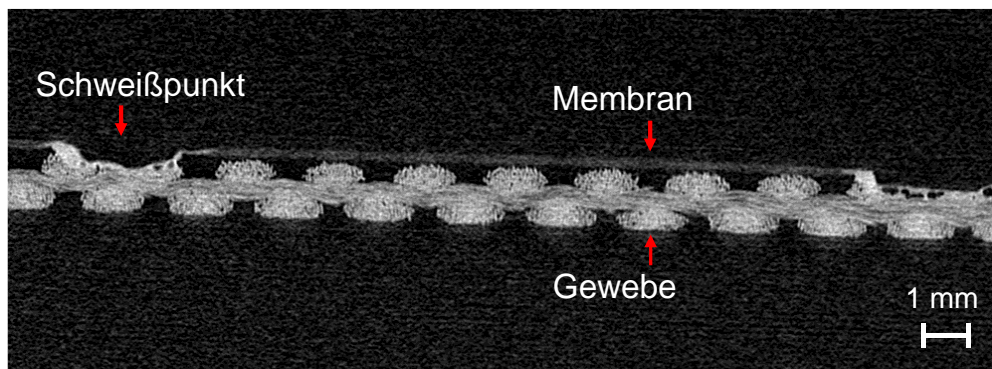


Abbildung 42: Schnittbild des punktgeschweißten Membran-Gewebe-Komposits

Anhand der  $\mu$ CT-Aufnahme wird deutlich, weshalb es sowohl bei den Durchfluss- als auch bei den Porometermessungen zu einem Gasdurchsatz an den Schweißpunkten kam. Wie bereits anhand der Messergebnisse vermutet wurde, entstand beim punktuellen Schweißen eine Beschädigung an der oberliegenden Membran. Diese ist sowohl bei dem am linken als auch am rechten Rand des Schnittbilds dargestellten Schweißpunkts deutlich erkennbar. Ohne ein geeignetes Fertigungsverfahren zum Verschließen dieser beim Schweißen entstandenen Löcher kann ein solcher Verbund, wie bereits beschrieben, nicht für die gasdurchsatzlose Kuchenfiltration eingesetzt werden.

### 4.2.2. Bestimmung der Klebepunktposition und Oberflächenabdeckung bei den geklebten Membran-Gewebe-Kompositen

Die  $\mu$ CT-Bilder der ersten beiden Versionen des punktverklebten Komposits wurden ausgewertet um zu bestätigen, dass sich die Klebepunkte überwiegend auf den aufrechtstehenden Gewebefasern befinden. Ein Schnittbild des Membran-Gewebe-Komposits der ersten Version ist in Abbildung 43 dargestellt.

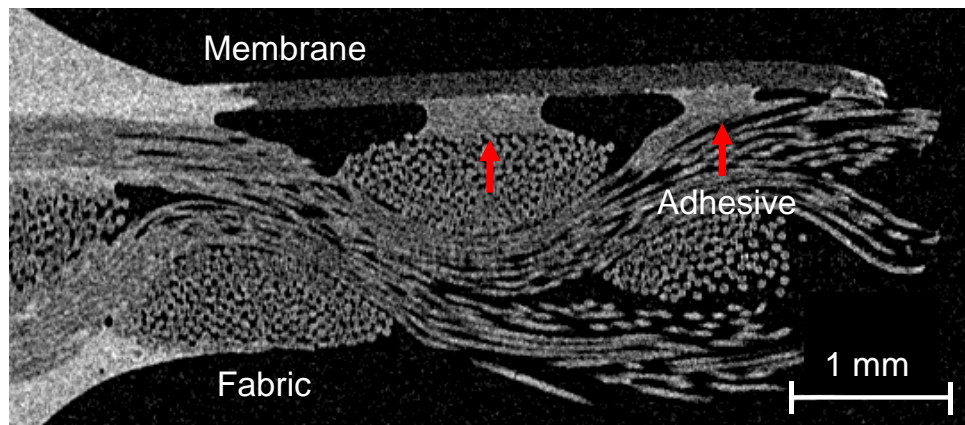


Abbildung 43: Schnittbild des geklebten Membran-Gewebe-Komposits (Version 1)  
rote Pfeile: Klebepunkte

Die einzelnen Komponenten des Komposits lassen sich im  $\mu$ CT-Scan anhand der Grauwertunterschiede gut differenzieren. Die Klebepunkte sind in Abbildung 43 mit roten Pfeilen hervorgehoben. Anhand der  $\mu$ CT-Bilder wird deutlich, dass beim Herstellungsprozess mit dem gröberen Gewebe (05-4-660 K PHARMA) die Verbindung mittels Klebepunkten mit der Membran aufgrund der stark abweichenden Oberflächenstruktur der beiden Materialien nicht immer optimal gelang. Solange die Klebepunkte direkt auf der Multifilamentfaser liegen, gibt es keine Haftungsverluste. Aufgrund der gröberen Bindung werden die Klebepunkte jedoch manchmal seitlicher auf der Multifilamentfaser platziert. Dadurch vergrößert sich der Abstand zur Unterseite der Membran, der von den Klebepunkten überbrückt werden muss, um eine ausreichende Haftung zu gewährleisten. Die Überbrückung des Abstands und damit die Sicherstellung der Verbindungsfestigkeit kann entweder durch eine Erhöhung der Klebstoffmenge pro Punkt, durch eine Erhöhung der Anzahl der Punkte pro Fläche oder durch eine Kombination aus beidem erreicht werden. Die  $\mu$ CT-Bilder zeigen auch, dass sich die Klebepunkte entlang der Faserrichtung ausbreiten, wenn die zweite Schicht aufgerollt wird. Dadurch verschmelzen mehrere kleine Klebepunkte zu größeren auf den Faseroberseiten. Beim Auftragen des Klebstoffs und Anpressen der zweiten Lage mittels einer Walze ist sichergestellt, dass der Anpressdruck bevorzugt auf die oben liegenden Gewebefasern wirkt. So wird bei der Wahl der richtigen Klebstoffmenge pro Fläche die Wahrscheinlichkeit minimiert, dass Klebstoffpunkte zwischen den Fasern den Durchfluss blockieren. Ein Blockieren mit Klebstoff tritt nur auf, wenn zu viel Klebstoff oder zu hohe Anpressdrücke vorherrschen und die Bildung einer geschlossenen Klebstoffschicht möglich ist. Dies kann auch der Fall sein, wenn aufgrund von Fertigungstoleranzen nur lokal höhere Klebstoffmengen oder höhere Anpressdrücke vorherrschen.

Die Erkenntnis der unterschiedlichen Oberflächenstrukturen wurden bei der zweiten Version berücksichtigt. Um hier eine größere Materialprobe für eine reproduzierbare Aussage über die Klebepunktverteilung im  $\mu$ CT vermessen zu können, wurde zudem eine Einspannvorrichtung entwickelt und mittels 3D-Druck hergestellt. Diese lässt die in Kapitel 2.2 erläuterten Probengeometrien von 50 x 70 mm zu und ist in Abbildung 44 dargestellt.



Abbildung 44: Micro-CT-Spannvorrichtung für Filterelemente mit geklebtem Membran-Gewebe-Komposit der zweiten Version

Ein Schnittbild der  $\mu$ CT-Aufnahme des Membran-Gewebe-Verbundes der zweiten Version ist in Abbildung 45 dargestellt.

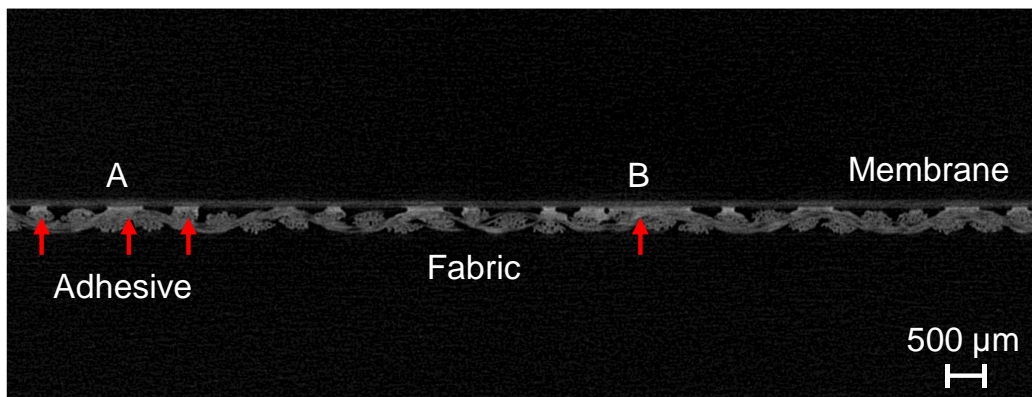


Abbildung 45: Schnittbild des Membran-Gewebe-Komposits (Version 2)  
rote Pfeile: Klebepunkte

Dabei zeigt A den Bereich, in dem die Klebepunkte idealer auf der Oberseite der Faser aufgebracht wurden, und B zeigt eine flächige Verteilung des Klebstoffs über drei Faserbündel hinweg, welche durch lokal erhöhte Anpressdrücke oder zu viel Klebstoff entstanden sein könnte. Bei der Verwendung des Gewebes 05-130-200 W hat sich gezeigt, dass im Allgemeinen eine gleichmäßigere Verteilung der Klebepunkte aufgrund der zuvor genannten Effekte möglich ist.

Wie in Kapitel 2.2 erläutert, wurden die erkennbaren Grauwertunterschiede zwischen Gewebe, Membran und Klebstoff verwendet, um die prozentuale Verteilung der einzelnen Komponenten im Verhältnis zur gesamten Probe zu berechnen. Die Berechnung erfolgte durch Festlegung der oberen und unteren Schwellenwerte für die jeweiligen Grauwerte der Kompositkomponenten.

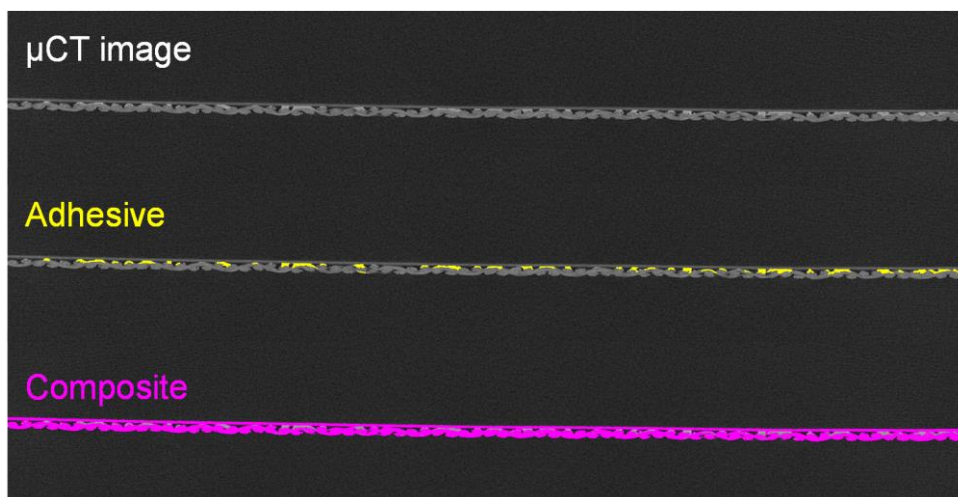


Abbildung 46: Festlegung der Schwellenwerte für die Auswertung der  $\mu$ CT-Messungen

In Abbildung 46 ist ein Originalschnittbild der  $\mu$ CT-Messung (oben) gezeigt, dasselbe Bild mit den hervorgehobenen Klebepunkten nach der Festlegung der Schwellenwerte (Mitte) und das gesamte feste Volumen der Probe (unten). Der Volumenanteil des Klebstoffs im Verbundwerkstoff, der anhand der  $\mu$ CT-Messung ermittelt wurde, ist in Abbildung 47 dargestellt.

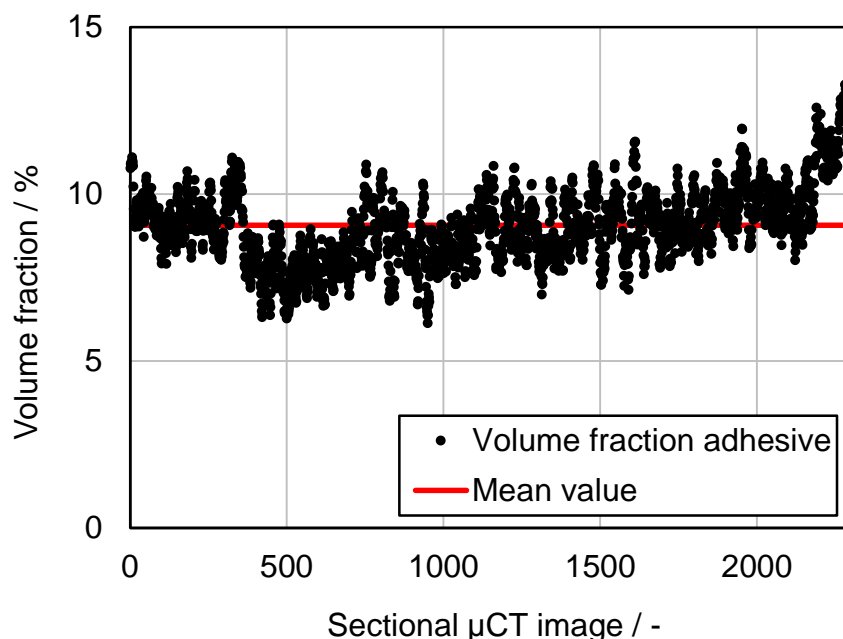


Abbildung 47: Volumenanteil des Klebstoffs pro Schnittbild über die gesamte Probe

Die Berechnung des Klebstoffanteils wurde für jedes einzelne Bild durchgeführt. Da die Querschnittsbilder der Probe den Abstand der eingestellten Voxelgröße zueinander zeigen, kann der Flächenanteil auch als Volumenanteil des Klebstoffs angesehen werden. Das Klebstoffvolumen ist demnach die Klebstofffläche multipliziert mit der Tiefe (ein Voxel). Aus den ausgewerteten Daten wird deutlich, dass bei der Herstellung des Membran-Gewebe-Komposits ein gleichmäßiger Klebstoffauftrag erreicht wurde, denn der Volumenanteil weicht über alle Querschnittsbilder der Probe nur um wenige Prozent ab. Wie in Abbildung 47 zu sehen ist, hat der aufgetragene Klebstoff einen durchschnittlichen Volumenanteil von 8 % am Gesamtvolumen

des Komposits, welches in Abbildung 46 dargestellt ist. Die berechneten Flächenanteile in den Querschnittsbildern stimmen jedoch nicht mit der abgedeckten Fläche von der Anströmseite aus betrachtet überein. In diesem Fall ist die flächige Ausbreitung der Klebepunkte entscheidend, da sie die Strömung direkt blockieren kann. Aus diesem Grund wurden die  $\mu$ CT-Bilder mit der Projektion in Richtung der Membranoberfläche neu ausgewertet. Dies führte zu der in Abbildung 48 dargestellten Oberflächenverteilung.



Abbildung 48: Oberflächenverteilung zwischen Klebstoff und freier Fläche  
Draufsicht von der Anströmseite

In Abbildung 48 entsprechen alle blau eingefärbten Bereiche den Klebepunkten und die schwarz eingefärbten Bereiche stellen die freie Fläche ohne Kleberauftrag dar. Die Verteilung zeigt, dass die Klebepunkte an den jeweiligen Fasern ausgerichtet sind. Die theoretische Abdeckung der Anströmseite durch die Klebepunkte beträgt fast 50 %. Wie jedoch bereits erläutert, behindert auch eine hohe Bedeckung der Anströmfläche den Strömungswiderstand nicht wesentlich, solange sich die Klebepunkte nicht überwiegend in strömungsrelevanten Bereichen befinden.

Als Vergleich wurde ebenfalls noch die dritte Version des geklebten Membran-Gewebe-Komposits tomographiert. Ein Schnittbild der  $\mu$ CT-Aufnahme ist in Abbildung 49 dargestellt.

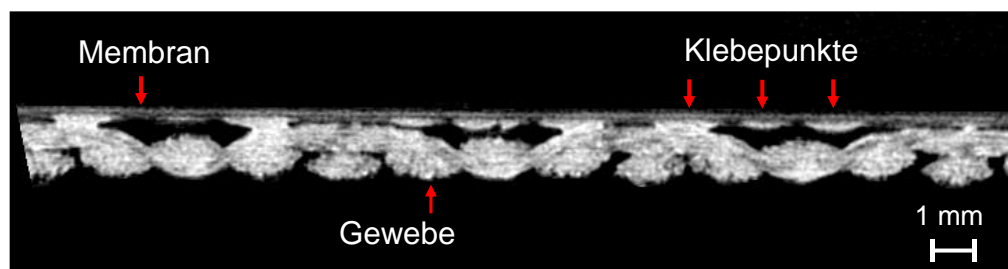


Abbildung 49: Schnittbild des Membran-Gewebe-Komposits (Version 3)

Dass die geänderte und in Kapitel 4.1.3 beschriebene Vorgehensweise zur Platzierung der Klebepunkte zwischen den Faserbündeln des Gewebes führt, kann anhand der  $\mu$ CT-Aufnahme

bestätigt werden. Im Schnittbild sind die sich auf der Membran befindlichen Klebepunkte deutlich zu erkennen und ebenfalls, dass diese teilweise keinerlei Verbindung zum Gewebe aufweisen. Somit tragen sie nicht zur Erhöhung der Verbindungsfestigkeit zwischen Membran und Gewebe bei, stellen jedoch ein Hindernis für die Durchströmung des Komposits dar, wodurch der sich in Kapitel 4.1.3 gemessene Filtermittelleerwiderstand erklärt.

### 4.3. Verbindungsfestigkeit und Delaminationsverhalten unter Scherbelastung

Neben den diversen Durchströmungs- und Filtrationsmessungen sowie  $\mu$ CT-Aufnahmen wurden, um die Verbindungsfestigkeit zwischen der Membran und dem Gewebe zu bestimmen, mit dem Texture Analyzer TA.XTplus von Stable Micro Systems, Godalming, UK, Delaminationsversuche durchgeführt. Der Versuchsaufbau für die Delaminationsversuche mit den Membran-Gewebe-Kompositen ist in Abbildung 50 a dargestellt, wobei F die aufgebrachte Kraft ist.

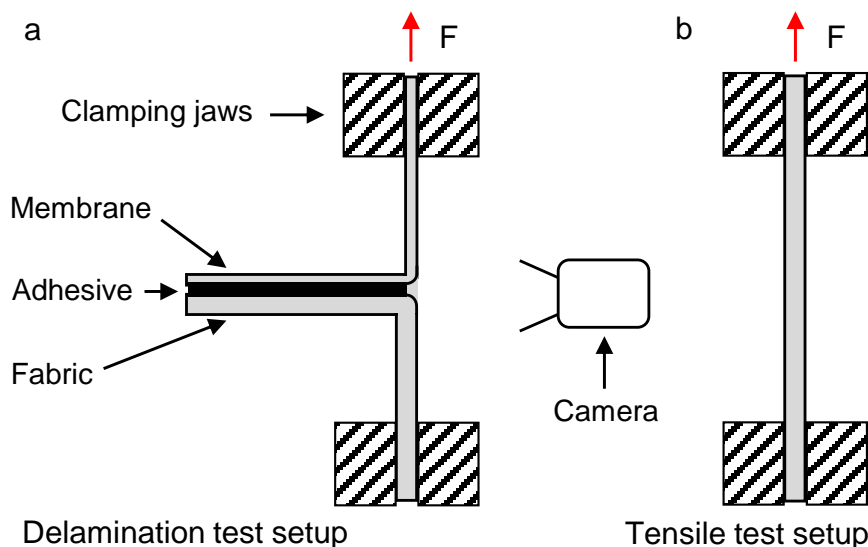


Abbildung 50: Versuchsaufbau für den Delaminations- (a) und den Zugversuch (b), wobei die aufgebrachte Kraft F mit einem roten Pfeil markiert ist.

Für die Delaminationsversuche wurden die Membranseite an der oberen Einspannvorrichtung des Texture Analyzers und die Gewebeseite an der unteren Einspannvorrichtung befestigt. Die untere Einspannung ist zudem statisch am Boden der Prüfmaschine befestigt. Anschließend wurde die so montierte Probe unter geringer Last auf Vorspannung gebracht, sodass sich ein Scherwinkel von  $180^\circ$  ergeben hat. Mit einer Hochgeschwindigkeitskamera wurde während des Versuchs die Ablösung der beiden Schichten an der Bruchfläche parallel zur Kraft- und Wegmessung aufgezeichnet. Durch anschließende optische Analyse der Belastungsversuche ließen sich zusätzliche Erkenntnisse hinsichtlich der Verbindungs- und Versagenseigenschaften gewinnen. Die ermittelte Delaminationsbruchkraft der Membran-Gewebe-Komposite wurde ebenfalls mit der Zugbruchkraft der Membran verglichen, die durch einen uniaxialen Zugversuch bestimmt wurde (Abbildung 50 b). Damit soll festgestellt werden, ob Delaminationsbruchkräfte im Bereich der maximalen Zugbruchkraft der Membran erreicht werden können. Dies ist der limitierende Faktor für die Versuchsdurchführung und die reale Anwendung, da die Verbundfestigkeit nur dann bestimmt werden kann, wenn sie unterhalb der Zugfestigkeiten der

beiden miteinander verbundenen Materialien liegt. Eine Verbindungsfestigkeit oberhalb der maximalen Zugfestigkeit der Membran wäre zwar theoretisch möglich, würde aber für reale Anwendungsfälle keine entscheidende Rolle spielen, da die Membran selbst vorher versagen würde und der Gasdurchsatz durch eine beschädigte Membranschicht nicht zuverlässig verhindert werden könnte. Alle Versuche wurden mit einer Versuchsgeschwindigkeit von 0,1 mm/s durchgeführt. Der Texture Analyzer TA.XTplus hat eine Wegauflösung von 1 µm und eine Kraftauflösung von 1 mN. Die Proben wurden an verschiedenen Stellen aus den geklebten Kompositmaterialien herausgeschnitten, um repräsentative Proben für den gesamten Laminierungsprozess zu erhalten. Die Proben hatten die Abmessungen 10 × 50 mm. Für alle Varianten der punktgeklebten Membran-Gewebe-Komposite wurden Delaminationsversuche durchgeführt. Die Probenbreite für die Zugversuche betrug ebenfalls 10 mm mit einer freien Einspannlänge von 20 mm. Die Abbildung 51 zeigt ein typisches Kraft-Weg-Diagramm der beschriebenen Delaminationsversuche.

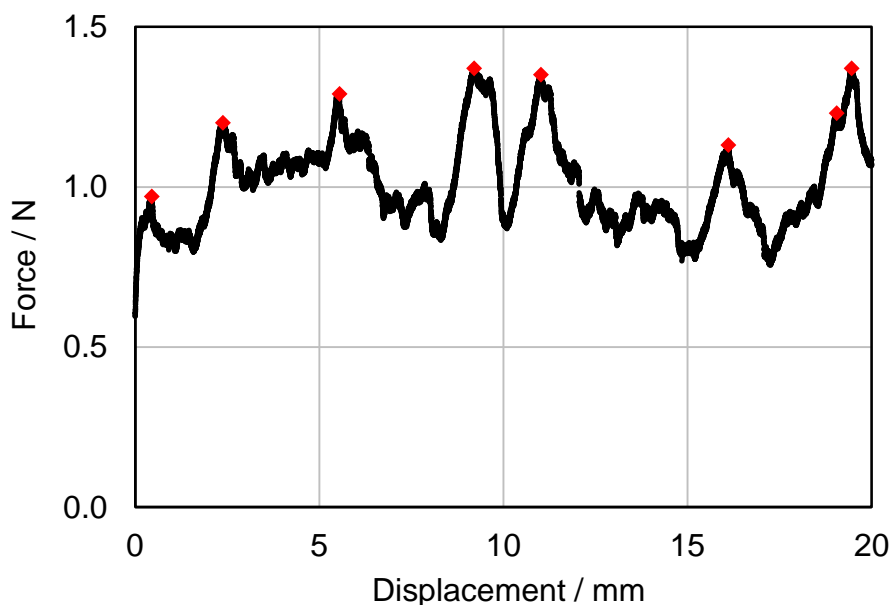


Abbildung 51: Typisches Kraft-Weg-Diagramm bei einer Delaminationsprüfung

Für die Auswertung der Einzelmessungen wurden die jeweiligen Peaks über die gesamte Messstrecke betrachtet und über die Anzahl der Messungen gemittelt. Bei den Spitzen (rote Punkte in Abbildung 51) kann davon ausgegangen werden, dass sie das Versagen einer kompletten Reihe nebeneinander liegender Klebepunkte darstellen. Eine Reihe von kleinen Kraftspitzen oder ein gleichmäßiger Kraftverlauf deuten eher darauf hin, dass einzelne Abschnitte der Klebepunkte nacheinander versagt haben oder, dass die Verbindung an der jeweiligen Stelle nicht optimal war. Die Ergebnisse aller Delaminationsversuche sind in Abbildung 52 dargestellt. Die Abkürzung "MFC 1" steht für das geklebte Komposit der Version 1 mit dem Gewebe 05-4-660 K PHARMA und der Membran MicroPES™ 12F; die Abkürzung "MFC 2" für das geklebte Komposit der Version 2 mit dem Gewebe 05-130-200 W und der Membran MicroPES™-12F; "e" für die am Rand entnommenen Proben und "c" für die in der Mitte entnommenen Proben.

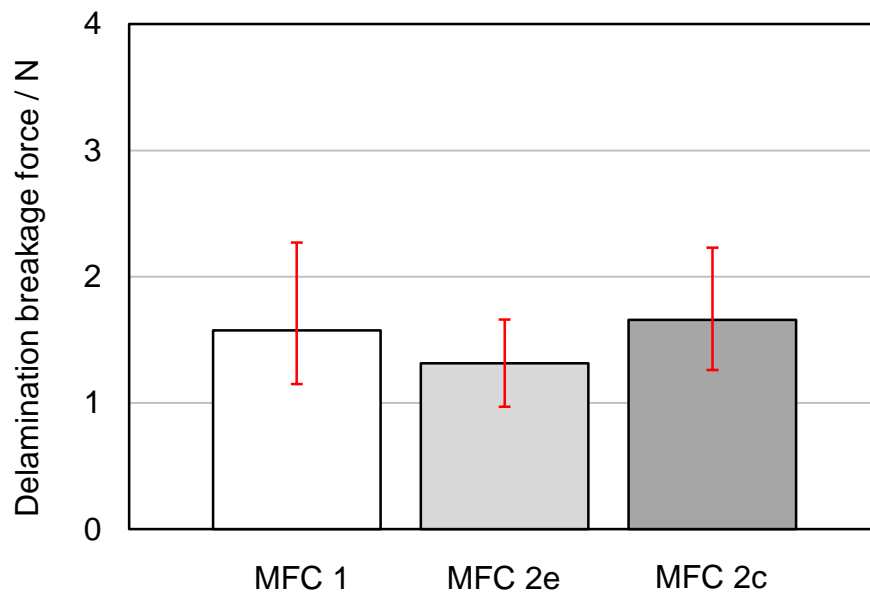


Abbildung 52: Delaminationsbruchkraft der Membran-Gewebe-Komposite, gemessen mit dem Versuchsaufbau nach Abbildung 50 a

Ein Bild der Bruchfläche mit einer REM-Nahaufnahme eines einzelnen Klebepunkts auf der Membranseite ist in Abbildung 53 zu sehen.

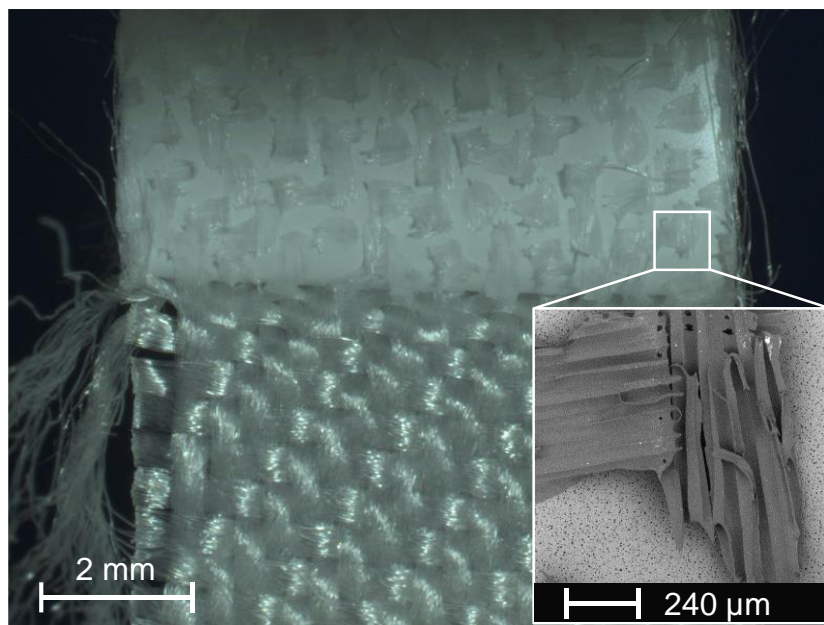


Abbildung 53: Abbildung der Bruchfläche, aufgenommen mit der Hochgeschwindigkeitskamera mit einer Detailaufnahme eines Klebepunkts, aufgenommen mittels REM

Wie anhand der Abbildung 52 zu sehen ist, bestehen nur geringe Unterschiede zwischen den Delaminationsbruchkräften, die zur Delaminierung der Membran-Gewebe-Komposite sowohl am Rand als auch und in der Mitte des Materials erforderlich sind. Dies bestätigt einen homogenen Herstellungsprozess mit einer damit verbundenen gleichmäßigen Verteilung der Klebepunkte, wie sie bereits anhand der  $\mu$ CT-Aufnahmen festgestellt werden konnte. Auch die Art des Gewebes, d. h. ob es eine grob- oder feinmaschige Oberflächenstruktur aufweist, spielt

nachweislich eine untergeordnete Rolle hinsichtlich der Adhäsionseigenschaften, solange die Klebepunkte richtig aufgebracht wurden. Die parallele Aufnahme der Bruchfläche mit der Kamera sowie die REM-Aufnahme eines einzelnen Klebepunktes lieferten erweiterte Informationen über die Hafteigenschaften. Wie in Abbildung 53 zu sehen ist, fand die Ablösung der Klebstoffpunkte ausschließlich auf der Gewebeseite statt. Die Hafteigenschaften des verwendeten Schmelzklebstoffs auf Polyurethanbasis sind also für die PES-Membran besser als für das PP-Gewebe. Dies zeigt sich auch in der REM-Aufnahme, in der deutlich ersichtlich ist, dass sich die einzelnen Faserbündel des Multifilaments vom Klebstoff gelöst haben, während der Klebstoff auf der Membran verbleibt. In Abbildung 53 ist auch deutlich zu erkennen, dass die längliche Ausrichtung der Klebepunkte auf der Unterseite der Membran auf die Richtung der Gewebefaser an der entsprechenden gegenüberliegenden Kontaktstelle zurückzuführen ist. Diese Ausrichtung wird offensichtlich durch den Herstellungsprozess hervorgerufen, bei welchem nach Auftrag des Klebstoffes die beiden zu verbindenden Lagen mittels Walzen aufeinandergepresst werden. Damit konnte die Erkenntnis, dass sich die Klebepunkte überwiegend auf der Oberseite der Multifilamentfasern befinden, erneut bestätigt werden. Die Ergebnisse der Zugversuche gemäß dem Versuchsaufbau in Abbildung 50 b sind in Abbildung 54 dargestellt.

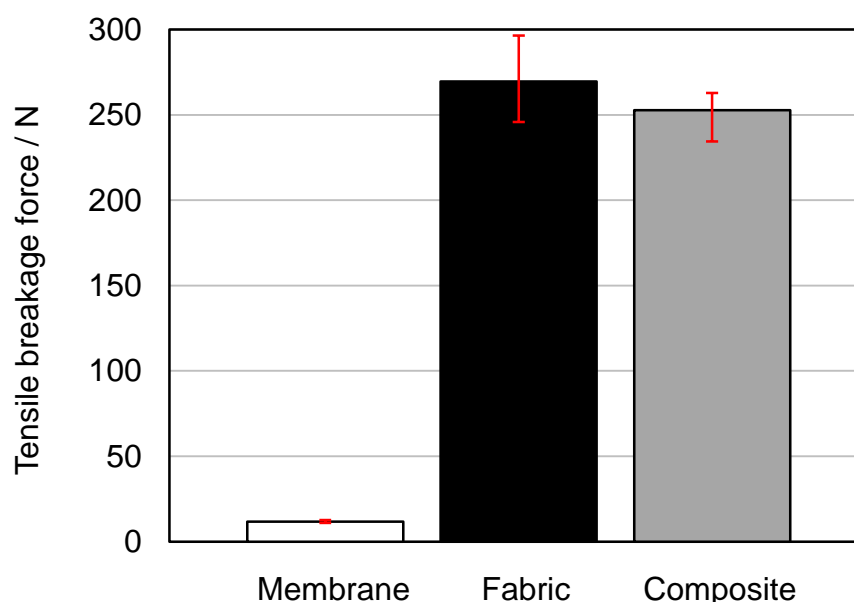


Abbildung 54: Zugbruchkräfte der Membran MicroPES 12F, des Gewebes 05-130-200 W und des Membran-Gewebe-Komposits, gemessen mit dem Versuchsaufbau gemäß *Abbildung 50 b*

Die Abkürzung "Membrane" steht für die Membran MicroPES 12F, "Fabric" für das Gewebe 05-130-200 W und "Composite" für das Kompositmaterial der geklebten zweiten Version, bestehend aus den beiden zuvor genannten Materialien. Wie in Abbildung 54 zu sehen ist, wird die Zugbruchkraft des Komposits überwiegend von der Zugbruchkraft des verwendeten Gewebes beeinflusst. Der Widerstand der Membran gegen mechanische Zugbelastung ist um ein Vielfaches geringer. Dies war auch die Grundannahme und Motivation für die Herstellung der Verbundwerkstoffe, die nun durch die Messungen erneut bestätigt wurde. Die Tatsache, dass das Kompositmaterial im Durchschnitt etwas geringere Zugbruchkräfte als das Gewebe aufweist, kann entweder auf Fertigungstoleranzen beim Weben oder auf geringfügige Abweichungen beim

Zuschnitt der Proben zurückgeführt werden. Vergleicht man die Mittelwerte der Delaminationsbruchkraft des Komposits "MFC2" in Abbildung 52 am Rand (1,31 N) und in der Mitte (1,66 N) mit der mittleren Zugbruchkraft der Membran (12,08 N), so wird deutlich, dass weiteres Optimierungspotenzial für die Verbindungsfestigkeit zwischen Membran und Gewebe besteht, da maximale Delaminationsbruchkräfte nur im Bereich der Zugbruchkräfte der schwächsten Komponente des Komposits, also der Membran, erreicht werden können.

## 5. Aufbau eines Pilot-Trommelfilters

Um die Membran-Gewebe-Komposite nicht nur in der Überdruck Filtrationszelle prüfen zu können, sondern auch realitätsnah bei einem anliegenden Vakuum, wurde im Rahmen des Projekts ein Pilottrommelfilter aufgebaut. Von der Firma BOKELA, Karlsruhe wurde ein Demonstrator zur Verfügung gestellt, genauer gesagt, ein Precoat-Filter. Im Gegensatz zu einem klassischen Trommelfilter beinhaltet der Precoat-Filter keine in sich abgeschlossenen Filtrationskammern, sondern das gesamte Innere der Filtertrommel wird unter Vakuum gesetzt. Für den Nachweis, ob sich Membran-Gewebe-Komposite auch auf einem realen Trommelfilter anwenden lassen, waren somit Änderungen an dem Precoat-Filter Demonstrator notwendig. Für die Tests wurde beschlossen, eine einzelne Filterzelle nachzubilden, sodass die Vorgänge Kuchenaufbau und Kuchenentfeuchtung nacheinander getestet werden konnten. Um dies zu erreichen, wurde ein Großteil der Filtertrommel, wie in Abbildung 55 gezeigt, mit einem Edelstahlblech abgedeckt, sodass nur eine Durchströmung durch das 15 x 15 cm große Filterelement möglich war.

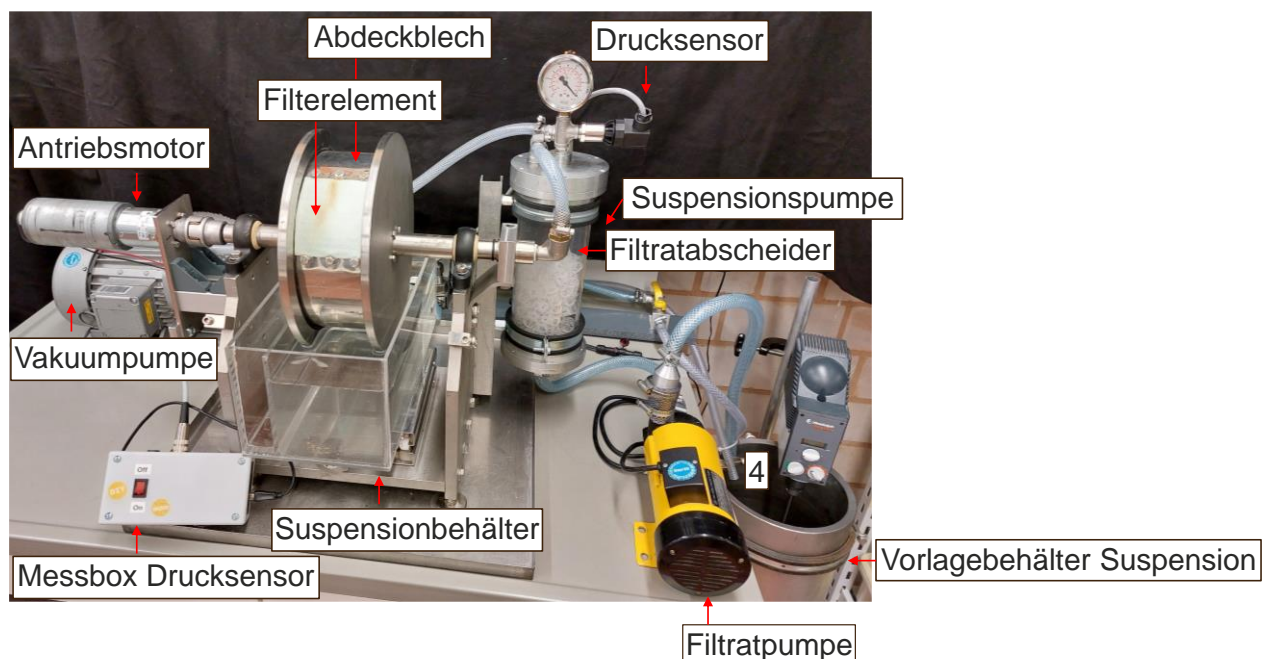


Abbildung 55: Aufbau des Pilot-Trommelfilters mit Peripheriegeräten

Somit wurde eine Filtrationskammer nachempfunden, obwohl das Vakuum innerhalb der Filtertrommel permanent anliegt. Für die eigentliche Erzeugung des Vakuums wurde ein Filtratabscheider konzipiert, an welchen eine Vakuumpumpe und eine Suspensionspumpe angeschlossen wurden. Der Filtratabscheider hat die Aufgabe dafür zu sorgen, dass die

Vakuumpumpe nicht mit Flüssigkeit beaufschlagt wird und das anfallende Filtrat gesammelt wird, sodass es mit der Filtratpumpe abgezogen werden kann. Mittels eines Drucksensors und der dazugehörigen Messbox kann der anliegende Differenzdruck innerhalb des Filtratabscheidungers bestimmt werden. Für die eigentliche zu filtrierende Suspension wurde ein transparenter Plexiglasbehälter gebaut, welcher aus einer Hauptkammer und einer Nebenkammer besteht, die durch eine Schwallwand voneinander getrennt sind. Die Suspension wird mittels der Suspensionspumpe aus dem Vorlagebehälter in die Hauptkammer gepumpt. Hierbei erfolgt der Einlass der Suspension am Boden der hinteren Wand des transparenten Suspensionsbehälters. Dadurch wird sichergestellt, dass die Suspension permanent gemischt wird und es zu keiner Sedimentablagerung am Boden des Behälters kommen kann. Wenn die Hauptkammer des Suspensionsbehälters vollständig mit Suspension gefüllt ist und einen Füllstand bis zur Oberkante der Schwallwand erreicht hat, läuft diese in die Nebenkammer und wird von dort in den Vorlagebehälter der Suspension zurückgeführt. Durch den so gewählten Aufbau und die Ein- und Ausleitung der Suspension ist zu jedem Zeitpunkt sichergestellt, dass auch ohne die Verwendung eines Rührwerks innerhalb des Behälters gleichmäßige Konzentrationen für die Filtration vorherrschen.

Bei den Versuchen auf dem Pilottrommelfilter hat sich generell gezeigt, dass die Membran-Gewebe-Komposite auch unter einer vakuumgetriebenen Druckdifferenz funktionieren. Jedoch ist das Halten eines konstanten Betriebspunktes aufgrund der manuellen Bedienung mehrerer Pumpen gleichzeitig schwierig und lässt sich daher nur bedingt realisieren. Bei einem industriell eingesetzten realen Trommelfilter würde diese Aufgabe der Steuerkopf des Filters übernehmen. Dieser regelt die notwendigen Druckdifferenzen und Filtratvolumenströme der einzelnen Filtrationskammern. Da ein vollwertiger Steuerkopf bei dem hier gezeigten und aufgebauten Pilot-Trommelfilter gänzlich fehlt, können mit diesem Versuchsaufbau lediglich qualitative Ergebnisse erzielt werden. Die Bildung eines Filterkuchens auf dem Filterelement des Trommelfilters ist in *Abbildung 56* dargestellt.

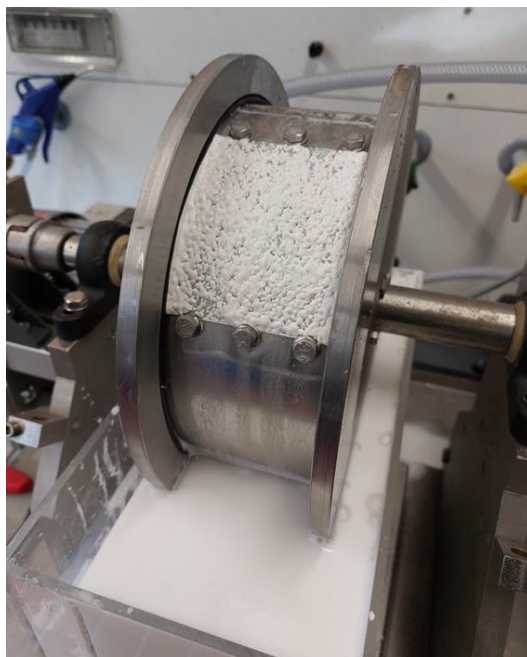


Abbildung 56: Filterkuchenaufbau auf dem Pilot-Trommelfilter – 15 m% PCC bei 0,6 bar

Für den dargestellten Versuch wurde die Filtertrommel händisch gedreht, sodass das Filterelement nach und nach vollständig in die Suspension eintaucht. Auch für die anschließende Entfeuchtung wurde das Filterelement wieder manuell aus dem Suspensionsbecken gedreht. Wie zu erkennen ist, ist die Filterkuchenhöhe auf dem Filterelement nicht sonderlich hoch. Dies liegt daran, dass während des Versuchs festgestellt wurde, dass die Funktion des Filtratabscheidungers nicht zu 100 % gegeben ist. Durch die starke Ansaugung wird das Filtrat innerhalb des Abscheidebehälters aufgewirbelt, sodass verstärkt Wassertropfen durch die Vakuumpumpe angesaugt werden und diese beschädigen. Aufgrund dieser Erkenntnis wurde darauf verzichtet, großangelegte Messreihen mit diesem Aufbau durchzuführen. Um quantitativ belastbare Aussagen über die Funktion der Membran-Gewebe-Komposite auf einem Trommelfilter treffen zu können, wäre für zukünftige Messungen ein realer Trommelfilter mit entsprechendem Steuerkopf und Peripheriegeräten notwendig. Dennoch konnte mit den hier durchgeführten qualitativen Messungen gezeigt werden, dass die Ergebnisse prinzipiell vergleichbar mit denen an der Überdrucknutsche gewonnenen sind.

## **6. Abschätzung der Energieeinsätze bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung**

Wie bereits in Kapitel 1 erläutert, kann eine gasdurchsatzlose Filterkuchenentfeuchtung zu erheblichen Energieeinsparungen führen, da die Vakuumpumpe entstehende Druckverluste durch den Gasdurchsatz bei der Entfeuchtung nicht kompensieren muss. Wie viel Energie genau eingespart werden kann ist erheblich von den zum Einsatz kommenden Filtermitteln und den zu filtrierenden Partikelkollektiven abhängig. Beispielhaft wurde für die im Projekt zum Einsatz kommenden Materialien und vorherrschenden Filtrationsparametern der notwendige Energieeinsatz abgeschätzt, um das Potential eines solchen Membran-Gewebe-Komposits noch einmal zu verdeutlichen. Um die Energieeinsparung abschätzen zu können, ist es zunächst notwendig, den Gasmengenstrom bei der Entfeuchtung zu bestimmen. Hierfür wurden in Kooperation mit der Firma Evonik, welche ebenfalls im Projektbegleitenden Ausschuss dieses Projekt beteiligt war, Messungen an dem im Werk Hanau verfügbaren BoFilTest-Prüfstand der Firma BOKELA durchgeführt. Der Prüfstand BoFilTest verfügt neben einer klassischen Filtrationszelle nach VDI 2762 zusätzlich über einen Gasstrommesser und ist daher geeignet, die während der Entfeuchtungszeit auftretende Gasmenge aufzuzeichnen. Aus der Menge des durchtretenden Gases kann anschließend die Pumpenenergie abgeschätzt werden, die für die Aufbringung bei einem industriell eingesetzten Trommelfilter nötig wäre.

Für einen Vergleich wurden das Membran-Gewebe-Komposit der zweiten Version (bestehend aus Sefar 05-130-200 W und Membran 3M™ MicroPES™ 12F) und als Referenz für ein konventionelles Filtermittel ein Gewebe (Sefar 05-4-660 K PHARMA) und ein Nonwoven (Kayser Filtech 858.980 000 S/5) gewählt. In der nachfolgenden Abbildung 57 ist das Messergebnis des Nonwoven dargestellt und in Abbildung 58 das Messergebnis des Gewebes. Die Bereiche, in welchen die Filtration und die Entfeuchtung während des Versuchs jeweils stattfanden, sind durch vertikal gestrichelte Linien und entsprechende Beschriftungen gekennzeichnet. Anhand der Messergebnisse wird deutlich, dass der höchste Gasverbrauch bei der Entfeuchtung des Filterkuchens mit dem Nonwoven von Kayser Filtech auftritt (Abbildung 57). Dieser beträgt im

Mittel 745 NI/h, wobei NI für Normliter steht, welcher die verbrauchte Gasmenge innerhalb von 1 h bezogen auf den Normzustand (Temperatur  $t = 0 = ^\circ\text{C}$ , Luftdruck  $p_A = 101325 \text{ Pa}$ ) beschreibt.

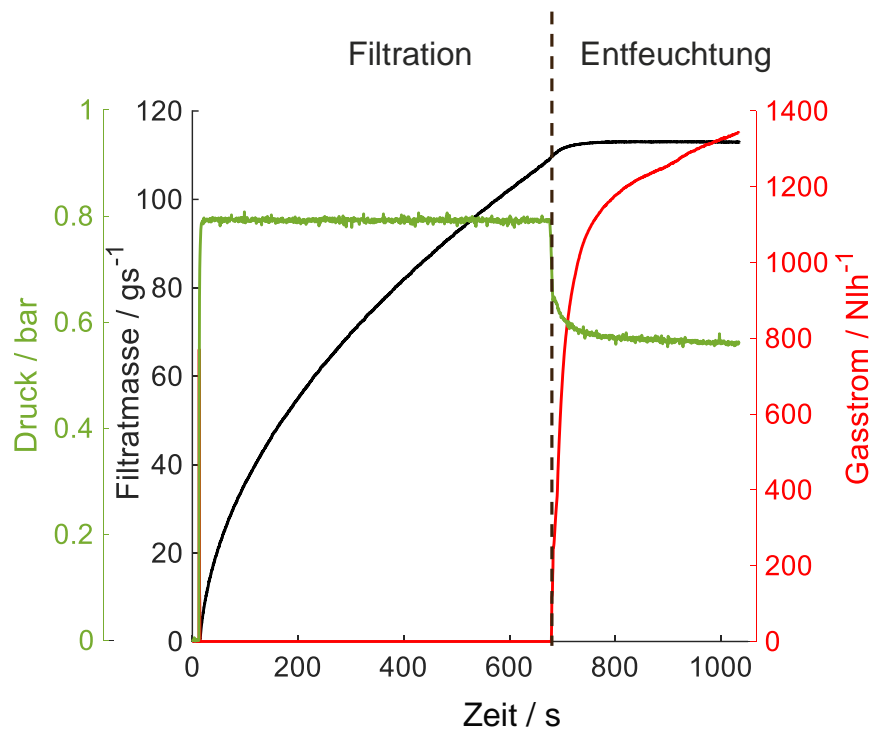


Abbildung 57: Filtrationsergebnis mit Aufzeichnung des Gasstroms (Nonwoven)

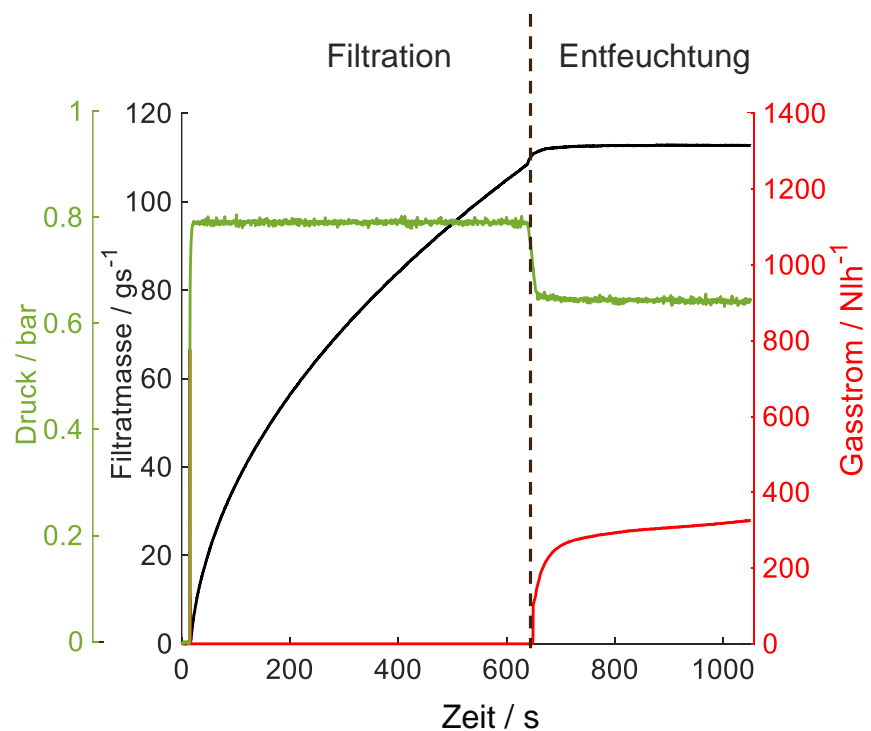


Abbildung 58: Filtrationsergebnis mit Aufzeichnung des Gasstroms (Gewebe)

Der Gasdurchsatz des untersuchten Gewebes fällt mit 214 NI/h im Mittel etwas niedriger aus.

Wie anhand des Messergebnisses des Membran-Gewebe-Komposits in Abbildung 59 zu sehen ist, kann der bei der Verwendung herkömmlicher Filtermaterialien auftretende Gasdurchsatz bei der Entfeuchtung mit dem Komposit-Material wie erwartet vollständig verhindert werden.

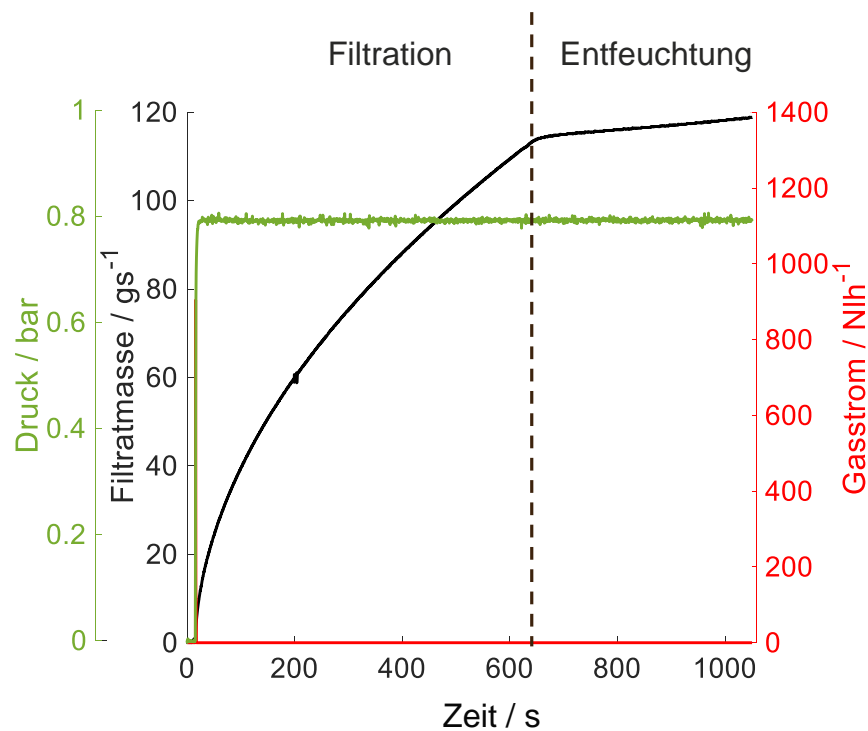


Abbildung 59: Filtrationsergebnis mit Aufzeichnung des Gasstroms (Komposit)

Um die notwendigen Energieeinsätze bzw. -einsparung abschätzen zu können, wurden folgende Annahmen für einen industriell eingesetzten Trommelfilter getroffen. Die Aufteilung in Kuchenbildungswinkel ( $\alpha_1$ ) und Entfeuchtungswinkel ( $\alpha_2$ ) ist anhand der Abbildung 60 verdeutlicht.

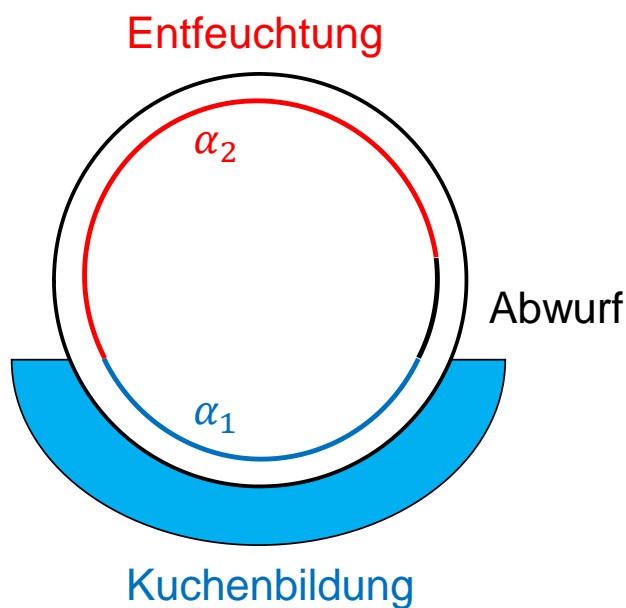


Abbildung 60: Schematische Aufteilung eines Vakuumtrommelfilters

Der Entfeuchtungswinkel des Trommelfilters wurde mit  $200^\circ$  angenommen, dies ist ein üblicher Wert für vakuumbetriebene Trommelfilter. Da die Restfeuchtebestimmungen zeigten, dass sich das Partikelsystem Calciumcarbonat allgemein gut entfeuchten lässt, wurde eine Entfeuchtungszeit von 60 s bei einer Umgebungstemperatur von  $20^\circ\text{C}$  für ausreichend erachtet. Der jeweils vorherrschende Entfeuchtungsdruck wurde aus den Messergebnissen der Abbildung 57 und Abbildung 58 entnommen und die Filterfläche der Laborfilterzelle betrug  $\approx 20\text{ mm}^2$ . Aus den mittleren Gasmengenströmen und den definierten Annahmen konnte die jeweils notwendige Menge Ansaugluft pro Quadratmeter Filterfläche und Stunde berechnet werden. Diese betrug für das Nonwoven-Material von Kayser-Filtertech  $640\text{ m}_{\text{AL}}^3/\text{m}^2\text{h}$  und für das Gewebe von Sefar  $160\text{ m}_{\text{AL}}^3/\text{m}^2\text{h}$ . Nimmt man einen durchschnittlichen Pumpenenergieverbrauch von  $35\text{ m}_{\text{AL}}^3/\text{kWh}$  als Referenz bei einem aktuellen Strompreis von 25 Cent/kWh für Nicht-Haushaltskunden, so ergeben sich Energiekosten allein für die Entfeuchtung i. H. v.  $\approx 40.000\text{ €}$  pro Quadratmeter Filterfläche und Jahr bei dem Nonwoven und  $\approx 10.000\text{ €}$  bei dem Gewebe pro Quadratmeter Filterfläche und Jahr [38]. Auch wenn diese Abschätzung nur für diesen Einzelfall gilt und für jedes weitere zu filtrierende Partikelsystem im Zusammenspiel mit den eingesetzten Filtermitteln anhand von Laborversuchen und den tatsächlich vorherrschenden Betriebsbedingungen neu berechnet werden muss, so zeigt sie dennoch das erhebliche energetische Einsparpotential der Membran-Gewebe-Komposite für den mechanischen Entfeuchtungsprozess.

Eine Gegenrechnung der tatsächlichen Produktkosten, die diese Membran-Gewebe-Komposite im freien Handel hätten, kann zu diesem Zeitpunkt noch nicht durchgeführt werden. Hierfür wäre es nötig, die voraussichtlichen Abnahmemengen des Marktes und die Kosten, die für eine großindustrielle Produktion dieses Komposits aufgewendet werden müssten, zu kennen. Ebenfalls wären in der Zukunft Langzeitbelastungsversuche auf realen Filtern sinnvoll, um die tatsächliche Einsatz- und Lebensdauer der Komposite ermitteln zu können. Erst mit all diesen Informationen lässt sich eine detailliertere Kosten- und Gegenrechnung der Produktkosten im Vergleich zu den eingesparten Energieaufwendungen vollziehen. Im Hinblick auf weiter zu erwartende Kostensteigerungen für Energie und allgemein notwendige Ressourcenschonung sind die Bemühungen, ein industriell einsetzbares Membran-Gewebe-Komposit zur gasdurchsatzfreien Kuchenfiltration zur Marktreife zu entwickeln, jedoch als lohnend anzusehen.

## **7. Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten**

Mit den Ergebnissen des abgeschlossenen Projektes ist der bearbeitenden Institutionen erstmals gelungen nachzuweisen, dass ein Membran-Gewebe-Komposit für die kontinuierliche gasdurchsatzlose Kuchenfiltration einsetzbar ist. Dieses ist hinsichtlich der Filterwiderstände vergleichbar mit kommerziell bereits erhältlichen Filtermaterialien und bietet darüber hinaus enormes Einsparpotential, da ein Gasdurchsatz vollständig verhindert wird. Die zuvor beschriebenen Untersuchungen und Forschungsergebnisse belegen die Eignung solcher Membran-Gewebe-Komposite.

## 8. Verwendung der Zuwendungen

Im Forschungsvorhaben wurden innerhalb des Berichtszeitraums insgesamt 30 Personenmonate wissenschaftlich-technisches Personal eingesetzt.

## 9. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Der Umfang und die Dauer der durchgeführten Arbeiten im Berichtszeitraum waren notwendig und angemessen.

## 10. Einschätzung der Realisierbarkeit des Transferkonzept

Das Transferkonzept wurde bis auf die Maßnahme J – Dissertation des Projektbearbeiters, bereits vollständig realisiert. Sowohl die vorgesehenen Publikationen in wissenschaftlichen Fachzeitschriften, als auch die Präsentation der Forschungsergebnisse auf Fachtagungen und während der projektbegleitenden Ausschüsse, wurden innerhalb des Projektzeitraums durchgeführt. Eine detaillierte Auflistung der geplanten und durchgeführten Transfermaßnahmen ist in den nachfolgenden Tabellen 10.1 und 10.2 dargestellt.

## 11. Ergebnistransfer in die Wirtschaft

### 11.1. Spezifische Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit

Maßnahme	Ziel	Rahmen	Stand
<b>Maßnahme A:</b> <b>Projektbegleitender Ausschuss</b>	Forschungsergebnisse werden fortlaufend im PA ausführlich diskutiert	<b>A1</b> Vorstellung des Projekts, Diskussion der geplanten Arbeiten <b>A2</b> Vorstellung der erzielten Ergebnisse, Diskussion des weiteren Vorgehens <b>A3</b> Vorstellung der erzielten Ergebnisse, Diskussion des weiteren Vorgehens <b>A4</b> Abschlusspräsentation und Diskussion aller erzielten Ergebnisse	1. PA-Sitzung an der FS (28.09.2021) 2. PA-Sitzung an der FS (21.07.2022) 3. PA-Sitzung an der FS (13.07.2023) 4. PA-Sitzung an der FS (18.01.2024)  Abstimmung mit einzelnen Projektmitgliedern im Berichtszeitraum
<b>Maßnahme B:</b> <b>Studien- und Diplomarbeiten</b>	Kennenlernen und Vermitteln von wissenschaftlichen Erkenntnissen und Methoden	<b>B1</b> Betreuung von Studien- und Diplomarbeiten	Betreuung von insgesamt drei studentischen Arbeiten
<b>Maßnahme C:</b> <b>Berichterstattung</b>	Zusammenstellung der Forschungsergebnisse	<b>C1</b> Zwischenbericht	Zwischenbericht 2021  Zwischenbericht 2022

Maßnahme	Ziel	Rahmen	Stand
<b>Maßnahme D: Veröffentlichung in Fachzeitschriften</b>	Wissenschaftliche Publikation der Ergebnisse und Darstellung der Anwendung	<b>D1</b> Erste wissenschaftliche Publikationen in einschlägigen Fachzeitschriften, Filtrieren und Separieren, Chemie Ingenieur Technik, Separation and Purification Technology	Zwei wissenschaftliche Publikation: „Influence of the Measurement Resolution on the Filtration Analysis: An Improved Test Setup According to VDI 2762 Guideline“  “Membrane–Fabric Composite Filter Media for Continuous Cake Filtration without Gas Throughput Using Paste Dot Coating with Adhesive. Membranes”
<b>Maßnahme E: Wissenschaftliche Konferenzen und Tagungen</b>	Präsentation/ Vortrag der Ergebnisse	<b>E1</b> Fachausschuss "Mechanische Flüssigkeitsabtrennung" <b>E2</b> FILTECH <b>E3</b> ProcessNet Jahrestagung	Insgesamt 9 Vorträge auf internationalen Konferenzen  Zusätzlich eine Posterpräsentation auf einer internationalen Konferenz
<b>Maßnahme F: Akademische Ausbildung</b>	Wissensvermittlung in den Lehrveranstaltungen der Mechanischen Verfahrenstechnik	<b>F1</b> Vorlesungen "Mechanische Verfahrenstechnik" und „Mehrphasenströmungen sowie Labor "Mechanische Verfahrenstechnik"	Vorbereitung des Laborversuchs „Filtration“ für das „Labor Mechanische Verfahrenstechnik II“

### 11.2. Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach Abschluss des Vorhabens

Maßnahme	Ziel	Rahmen	Quartal
<b>Maßnahme G: Berichterstattung</b>	Zusammenstellung der Forschungsergebnisse	<b>G1</b> Abschlussbericht	April 2024
<b>Maßnahme H: Veröffentlichung in Fachzeitschrift</b>	Wissenschaftliche Publikation der Ergebnisse und Darstellung der Anwendung	<b>H1</b> wissenschaftliche Publikationen in Fachzeitschriften: Filtrieren und Separieren, Chemie Ingenieur Technik, Separation and Purification Technology	Bereits während Projektzeitraum erfolgt

<p><b>Maßnahme I:</b> <b>Wissenschaftliche Konferenzen und Tagungen</b></p>	<p>Präsentation/ Vortrag der Ergebnisse</p>	<p><b>I1</b> Fachausschuss "Mechanische Flüssigkeitsabtrennung" <b>I2</b> FILTECH <b>I3</b> ProcessNet Jahrestagung <b>I4</b> PARTEC <b>I5</b> European Conference on Fluid-Particle Separation</p>	<p>Fachausschuss "Mechanische Flüssigkeitsabtrennung 2024 FILTECH 2024</p>
<p><b>Maßnahme J:</b> <b>Dissertation</b></p>	<p>Wissenschaftliche Qualifikation der Bearbeiter</p>	<p><b>J1</b> Schriftliche Ausarbeitung, Prüfung und Veröffentlichung der Arbeiten</p>	<p>Voraussichtlich 2025</p>

## 12. Literaturverzeichnis

1. Anlauf H. *Wet Cake Filtration: Fundamentals, Equipment, and Strategies*; Wiley-VCH: Weinheim, 2019, ISBN 978-3-527-34606-6.
2. Hoffner, B.; Fuchs, B.; Heuser, J. Washing Processes for Disperse Particulate Systems—Process Spectrum and Aspects for the Process Choice. *Chem. Eng. Technol.* **2004**, *27*, 1065–1071, doi:10.1002/ceat.200406142.
3. Redeker, D.; Steiner, K.-H.; Esser, U. Das mechanische Entfeuchten von Filterkuchen. *Chemie Ingenieur Technik* **1983**, *55*, 829–839, doi:10.1002/cite.330551103.
4. Huttunen, M.; Nygren, L.; Kinnarinen, T.; Häkkinen, A.; Lindh, T.; Ahola, J.; Karvonen, V. Specific energy consumption of cake dewatering with vacuum filters. *Minerals Engineering* **2017**, *100*, 144–154, doi:10.1016/j.mineng.2016.10.025.
5. Anlauf, H. Vakuum- und Druckfilter ohne Gasverbrauch. *F & S Filtrieren und Separieren* **1990**, *4*, 135–145.
6. Anlauf, H. Funktionalisierte Filtermedien zur kontinuierlichen Vakuumfiltration ohne Vakuum und Filtratpumpen. *F & S Filtrieren und Separieren* **2015**, *29*, 6–11.
7. Anlauf, H. Cake forming filtration without gas throughput - a new filtration process. *Aufbereitungs-Technik* **1987**, *28*, 711–721.
8. Löwer, E.; Leißner, T.; Peuker, U.A. Insight into filter cake structures using micro tomography: The dewatering equilibrium. *Separation and Purification Technology* **2020**, *252*, 117215, doi:10.1016/j.seppur.2020.117215.
9. Wiedemann, T.; Stahl, W. Experimental investigation of the shrinkage and cracking behaviour of fine particulate filter cakes. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* **1996**, *35*, 35–42, doi:10.1016/0255-2701(95)04105-2.
10. Wiedemann, T. *Das Schrumpfungs- und Rissbildungsverhalten von Filterkuchen*; VDI Verlag: Dusseldorf, 1996, ISBN 9783183453030.
11. Illies, S.; Anlauf, H.; Nirschl, H. Avoiding filter cake cracking: Influence of consolidation on desaturation characteristics. *Drying Technology* **2016**, *34*, 944–952, doi:10.1080/07373937.2015.1087023.
12. Illies S., Anlauf H., Nirschl H. Vibration-Enhanced Compaction Of Filter Cakes and Its Influence On Filter Cake Cracking. *Separation Science and Technology* **2017**.
13. T.H. Shah; A. Rawal. 3 - Textiles in filtration\*This chapter is an update of Chapter 13 in the 1st edition of the Handbook of Technical Textiles (2000). Whilst the chapter has been rewritten and updated, some of the figures and tables are still relevant and have been

- reproduced here.\*. In *Handbook of Technical Textiles (Second Edition)*, Second Edition; A. Richard Horrocks, Subhash C. Anand, Eds.; Woodhead Publishing, 2016; pp 57–110, ISBN 978-1-78242-465-9.
14. Bott, R. Mikroporöse Filtermedien für die Kuchenfiltration. *Chemie Ingenieur Technik* **1990**, *62*, 718–724, doi:10.1002/cite.330620905.
  15. Ehrfeld, E.; Bott, R. Continuous filtration without gas throughput — using membrane filter media. *Filtration & Separation* **1990**, *27*, 274–275, doi:10.1016/0015-1882(90)80459-X.
  16. Ekberg, B.; Woitkowitz, S. Kuchenbildende Naßfiltration ohne Gasdurchsatz mit neuen keramischen Ecosue-Scheibenfiltern. *Aufbereitungs-Technik* **1988**, *29*, 193–196.
  17. Woitkowitz, S.; Ekberg, B. Keramik füllt ein Filtervakuum – Zur Theorie und Praxis der kuchenbildenden Filtration ohne Gasdurchsatz. *Aufbereitungs-Technik* **1988**, *29*, 594–602.
  18. Stieß, M. *Mechanische Verfahrenstechnik*, 2. Aufl.; Springer: Berlin, Heidelberg, New York, 2005, ISBN 3540594132.
  19. SCHAEFER KALK. PRECARB®Calciumcarbonat. Available online: <https://www.schaeferkalk.de/de/produkte/gefaellte-calciumcarbonate-pcc>.
  20. 3M™. Datasheet MicroPES™ 12F. Available online: <https://multimedia.3m.com/mws/media/1809045O/3m-micropes-12f-data-sheet.pdf>.
  21. Verein Deutscher Ingenieure. *VDI 2762, Mechanical solid-liquid separation by cake filtration: Determination of filter cake resistance*; Beuth Verlag: Berlin, 2006.
  22. Tichy J. W. Zum Einfluss des Filtermittels und der auftretenden Interferenzen zwischen Filterkuchen und Filtermittel bei der Kuchenfiltration. Dissertation; Technische Universität Kaiserslautern, 2007.
  23. Arduino. Arduino IDE. Available online: [www.arduino.cc/en/software](http://www.arduino.cc/en/software).
  24. Kuhn M., Pergam P., Briesen H. Parameter Estimation for Incompressible Cake Filtration: Advantages of a Modified Fitting Method. *Chemical Engineering Technology* **2019**, 493–501.
  25. Buchwald T. Nonlinear Parameter Estimation of Experimental Cake Filtration Data. Dissertation; TU Bergakademie Freiberg, 2021.
  26. Uwe Hampel. 6 - X-ray computed tomography. In *Industrial Tomography (Second Edition)*, Second Edition; Mi Wang, Ed.; Woodhead Publishing, 2022; pp 207–229, ISBN 978-0-12-823015-2.
  27. Buzug, T.M. *Computed tomography. From photon statistics to modern cone-beam CT : with 10 tables*; Springer: Berlin, Heidelberg, 2008, ISBN 978-3-540-39407-5.

28. Buzug, T.M. *Einführung in Die Computertomographie: Mathematisch-Physikalische Grundlagen der Bildrekonstruktion*; Springer Berlin / Heidelberg: Berlin, Heidelberg, 2004, ISBN 9783642185939.
29. *Fundamentals of Computerized Tomography: Image Reconstruction from Projections*; Herman, G.T.; Singh, S., Eds., 2nd ed.; Springer London: London, 2009, ISBN 9781846287237.
30. Kunze, U.R.; Schwedt, G. *Grundlagen der quantitativen Analyse*, 6., aktualisierte und erg. Aufl.; Wiley-VCH: Weinheim, 2009, ISBN 9783527320752.
31. E. Shim. 10 - Bonding requirements in coating and laminating of textiles. In *Joining Textiles*; I. Jones, G.K. Stylios, Eds.; Woodhead Publishing, 2013; pp 309–351, ISBN 978-1-84569-627-6.
32. E. Shim. 2 - Coating and laminating processes and techniques for textiles. In *Smart Textile Coatings and Laminates (Second Edition)*, Second Edition; William C. Smith, Ed.; Woodhead Publishing, 2019; pp 11–45, ISBN 978-0-08-102428-7.
33. Giessmann, A. *Substrat- und Textilbeschichtung: Praxiswissen für Beschichtungs- und Kaschiertechnologien*, 2., überarbeitete und erweiterte Aufl.; Springer-Verlag Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg, 2010, ISBN 978-3-642-01417-8.
34. Limem, S.; Warner, S. Adhesive Point-Bonded Spunbond Fabrics. *Textile Research Journal* **2005**, 75, 63–72, doi:10.1177/004051750507500112.
35. Kauderer, H.J. Verfahrenstechniken der kontinuierlichen Textillaminierung. *Textilpraxis international* **1993**, 48, 895–899.
36. Goossens, F.A. Rotary screen coating. In *Coatings Technology Handbook*; Satas D & Tracton A A, Ed., 2006.
37. FUNG, W. 8 - Coated and laminated textiles in sportswear. In *Textiles in Sport*; Shishoo, R., Ed.; Woodhead Publishing, 2005; pp 134–174, ISBN 978-1-85573-922-2.
38. Statistisches Bundesamt. Pressemitteilung Nr. 388 vom 29. September 2023. Available online:  
[https://www.destatis.de/DE/Presse/Pressemitteilungen/2023/09/PD23\\_388\\_61243.html](https://www.destatis.de/DE/Presse/Pressemitteilungen/2023/09/PD23_388_61243.html).