

Filtermedien zur Öltreinigung

Entwicklung neuer verfahrenstechnischer Lösungen zum zielgerichteten Herstellen von Vliesstoffen zur Ölfiltration durch analytische, textiltechnologische und anwendungsrelevante Untersuchungen

Dr. rer. nat. Sabine Kaufmann¹, Dipl.-Chem. Marén Gültner¹, Prof. Dr.-Ing. Ulrich Riebel², Dipl.-Ing. Marcel Pohl², Dr. rer. nat. Astrid Drechsler³, Dr. rer. nat. Karina Grundke³, Dipl.-Ing. (FH) Oliver Kobsch³

¹Sächsisches Textilforschungsinstitut e. V., ²Lehrstuhl Mechanische Verfahrenstechnik, BTU Cottbus-Senftenberg,

³Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e. V.

Das Ziel des Forschungsvorhabens bestand in der Schaffung technologischer Grundlagen zur zielgerichteten Fertigung von Vliesstofffiltermedien durch umfassende Untersuchungen des Filtrationsprozesses von Getriebeölen. Ein wesentlicher Arbeitsschwerpunkt des Vorhabens war zunächst die textilphysikalische, chemische, optische und ölbezogene Charakterisierung traditioneller Filtermedien zur Öltreinigung. Aufbauend auf den erarbeiteten theoretischen und praktischen Erkenntnissen wurden anschließend technologische Grundlagen zum zielgerichteten Herstellen von neuen, synthetischen Ölfitermedien auf Vliesstoffbasis geschaffen. Die Ermittlung des Leistungsspektrums unterschiedlicher Filtermedienkomponenten im Zusammenhang mit modernen Getriebeölen diente außerdem als grundlegende Voraussetzung zur Sortimentserweiterung an Ölfitermedien.

Einleitung

Aktuelle Forderungen im Getriebebau sind das Erreichen von immer höheren Leistungen und Drehmomenten bei gleichzeitiger Reduzierung von Baugrößen und Massen der eingesetzten Komponenten. Zum Gewährleisten der Betriebssicherheit von neuen Getriebekonstruktionen werden folglich höhere Anforderungen bezüglich Reibungsverlustminderung sowie Oxidations- und Temperaturstabilität an die Schmierstoffe gestellt. Zur Aufrechterhaltung der Schmierfunktion müssen kritische Verunreinigungen fortlaufend aus den hierfür verwendeten Ölen entfernt werden, um ein optimales Zusammenspiel zwischen Prozess, Schmierstoff und Filtration zu gewährleisten.

Gespräche mit Industrievertretern aus unterschiedlichen Unternehmen zeigten, dass auf dem Gebiet der Ölfiltration vorwiegend empirisches Experten- bzw. firmeninternes Erfahrungswissen existiert. Mit der Weiterentwick-

lung von Anlagentechnik, neuen Zusammensetzungen der zu reinigenden Flüssigkeiten und höheren Anforderungen an deren Qualität sowie bezüglich des Schutzes von Umwelt und Ressourcen, gewinnt die Erarbeitung prozessbezogener Strategien zur Auslegung und Optimierung von Filtermedien daher zunehmend an Bedeutung.

Angesichts der großen Vielfalt an Ölen, deren Komplexität und verschiedenen Anforderungen sowie des bisher begrenzten Wissensstandes haben sich die beteiligten Forschungsstellen nach Absprache mit dem Projektbegleitenden Ausschuss bewusst auf Filter für vergleichsweise hochviskose Industriegetriebeöle beschränkt.

Durchführung und Ergebnisse

Zu Projektbeginn erfolgte eine Zusammenstellung und Wichtung möglicher Transport- und Abscheidemechanismen bei der Tiefenfiltration von Flüssigkeiten. Es wurde betrachtet, inwieweit sich die komplexe Zusammensetzung der Schmieröle und alterungsbedingte Verunreinigungen sowie der Aufbau und die Oberflächeneigenschaften von Filtermedien auf diese Mechanismen auswirken. Neben einer Ist-Stands-Analyse zurzeit gebräuchlicher Ölfitermedien wurden wichtige Eigenschaften von Filtermedien für die Filtration von Neu- und Gebrauchttölen in Abhängigkeit von der Anwendung, der Filterfunktion, dem Verschmutzungsgrad bzw. der erforderlichen Schmutzaufnahmekapazität sowie von Anforderungen an die chemische bzw. physikalische Beständigkeit der Filter abgeleitet.

Mit Hilfe der durchgeführten textil-physikalischen und physiko-chemischen Untersuchungen konnten von den Mitgliedern des Projektbegleitenden Ausschusses zur Verfügung gestellte Filtermedien hinsichtlich filtrationsrelevanter Eigenschaften miteinander verglichen werden. Es zeigten sich deutliche

Unterschiede bezüglich der Dicke, Luftdurchlässigkeit und Porengröße der einzelnen Filtermedien. Ebenso erlaubten die gemessenen Stabilitätskenngrößen Höchstzugkraft, Höchstzugkraft-Dehnung und benötigte Biegekraft bei 15° eine Differenzierung zwischen den Vliesstoffklassen: Wirbelvliesstoffe (H), Filament- (SV) und Feinfaser-spinnvliesstoffe (MB), Nadelvliesstoffe (NV), thermisch (TV) bzw. chemisch verfestigte (CHV) Faservliesstoffe, Nassvliesstoffe (WL) sowie Verbundstrukturen. Rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen der Filtermedien zeigten große Variationen in der Faserstruktur der verschiedenen Vliesstoffe (Abbildung 1). Die Faserdurchmesser variierten zwischen 0,5 µm bis 7 µm für feinere Vliesstoffe bis hin zu 30 µm für einige Nadelvliesstoffe. Deutliche Unterschiede waren auch in der Porengröße und der Verbindung der Fasern untereinander zu erkennen. Ein Benetzungsscreening ergab, dass der Großteil der Filtermedien hydrophob und oleophil war, d. h. Wasser abwies und Öl aufsaugte. Einige Proben wiesen jedoch auch beide Flüssigkeiten ab, andere saugten Wasser und Öle auf. Der Wasserkontaktwinkel der hydrophoben Proben lag aufgrund der porösen Struktur in der Regel um 120°; auf ölabweisenden Proben wurden Kontaktwinkel von Hexadecan zwischen 50° und 120° gemessen. Zetapotentialmessungen zeigten, dass der Betrag des Oberflächenpotentials der meisten Vliesstoffe in Kontakt mit Wasser zunächst sinkt. Dies kann ein Quellungseffekt sein, aber auch auf die Ablösung von Bindern oder Oberflächenmodifikationen hinweisen. Unabhängig von diesem Effekt lagen die isoelektrischen Punkte fast aller Vliesstoffe im sauren Bereich, d. h. sie sind in neutralen Lösungen negativ geladen.

Die Tests auf Hydrolysebeständigkeit der untersuchten Filtermedien ließen erkennen, dass es bei den betrachteten Vliesstoffen durch die 72-stündige Einwirkung von Was-

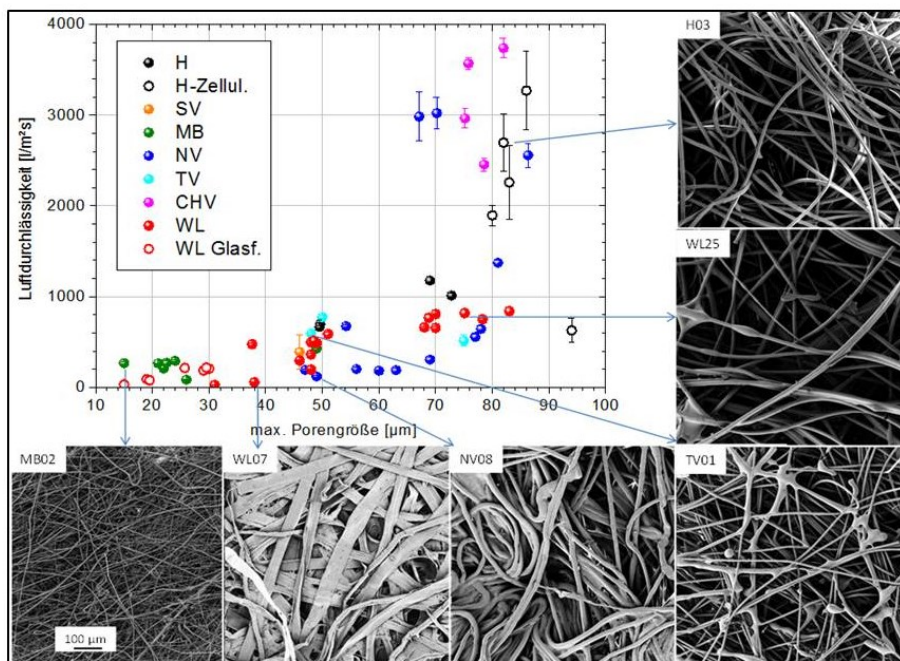


Abb. 1: Visualisierung des Verhältnisses von maximaler Porengröße und Luftdurchlässigkeit für die untersuchten Vliesstofftypen; REM-Bilder von ausgewählten Vliesstoffen (gleicher Maßstab für alle Bilder)

serdampf unter Druck jeweils zu deutlichen Stabilitäts- und Steifigkeitsverlusten kam. Elektronenmikroskopische Bilder zeigen eine deutliche Veränderung der Faserstruktur und des Binders. Teilweise änderten sich die Benetzungseigenschaften der Filtermedien. Das Zetapotential konnte nicht bestimmt werden. Einige der Proben wurden durch die Wasserdampfbehandlung zudem so stark angegriffen, dass eine textilphysikalische Prüfung nach dieser nicht mehr möglich war.

Für die Untersuchung der Temperatur- und Ölbeständigkeit der Filtermedien wurden diese für 72 h bei 110 °C im Wärmeschrank in Frischöl (Mobilgear SHC XMP 320) und dem entsprechendem Gebrauchöl nach 3 Jahren Laufzeit in einer Windkraftanlage eingelagert und mittels REM/EDXS (energie-dispersive Röntgenspektroskopie) analysiert. Die meisten Proben wiesen nach der Einlagerung keine mit bloßem Auge auffälligen Veränderungen in Aussehen und Stabilität auf. Die REM/EDXS-Analysen zeigten, dass die Faseroberflächen bzw. Bindemittel einiger Filtermedien durch die Einlagerung der Proben im Öl angegriffen werden. Der Ursprung der in den Proben vorhandenen Partikel liegt vor allem im Herstellungsprozess der Filtermedien; die verwendeten Öle sind als Quelle zusätzlicher Teilchen jedoch nicht auszuschließen. In einigen Fällen konnte allerdings eine tendenzielle Zunahme des Verschmutzungsgrads bzw. das Auftauchen einer bestimmten Art von Verunreinigungen durch die Einlagerung der Proben in Öl beobachtet werden. Ein Benetzungsscreening der ölbehandelten Vliesstoffe ergab, dass die

Vliesstoffe, die vor der Ölbehandlung hydrophob und oleophil waren, dieses Verhalten ohne Ausnahme beibehielten und eine Reihe hydrophiler Vliesstoffe durch die Ölbehandlung hydrophober wurde.

Mit dem Ziel, den Einfluss von einzelnen Eigenschaften wie Struktur, Benetzbarkeit, Ladung und Porosität auf die Filterwirkung und die Stabilität der Filtermedien systematisch zu untersuchen, wurden im folgenden Projektabschnitt Modellfiltermedien unter gezielter Variation der genannten Parameter entwickelt. Angestrebt waren dabei Wirbelvliesstoffe, Meltblownmedien sowie Nadelvliesstoffe aus Polypropylen (PP) und Polyester (PES) unter der Verwendung von feinen Fasern. Neben den Einzelschichten wurden durch direktes Aufspinnen bzw. durch die nachfolgende Behandlung mittels Hochdruckwasserstrahlen außerdem Verbundstrukturen aus Meltblownmedien und Wirbel- bzw. Nadelvliesstoffen erzeugt. Anschließend wurden die textilphysikalischen Eigenschaften

ten der hergestellten Filtermedien analysiert und sowohl miteinander als auch mit denen der untersuchten handelsüblichen Filtermedien verglichen. Bei mittleren Porengrößen zwischen 45 µm bis 50 µm (Wirbelvliesstoffe) bzw. 25 µm (Meltblownmedien) sowie 60 µm (Nadelvliesstoffe) besaßen die Wirbel- und Nadelvliesstoffe hohe Luftdurchlässigkeiten von ca. 2900 l/m²s bis 3500 l/m²s und die Meltblownmedien in Abhängigkeit der Flächenmassen 900 l/m²s bzw. 1800 l/m²s. Im Vergleich dazu hatten die meisten Verbundstrukturen geringere mittlere Porengrößen und Luftdurchlässigkeiten, die von der Luftdurchlässigkeit der jeweils eingesetzten Meltblownschicht dominiert bzw. dem Verbundaufbau beeinflusst wurden.

Die Untersuchungen bezüglich der Stabilität (Höchstzugkräfte) der Filtermedien zeigte, dass die PES-basierten Faservliesstoffe im Vergleich zu den PP-basierten Faservliesstoffen signifikant höhere Höchstzugkräfte aufwiesen. Die 3-fach-Verbunde zeigten aufgrund der hohen Flächenmasse, Dicke und des hohen Verbundzusammenhalts die größten Höchstzugkräfte (Abbildung 2). Wie für PES- und PP-Fasern zu erwarten, waren die Vliesstoffe hydrophob und oleophil und zeigten einen für ungeladene Polymeroberflächen typischen isoelektrischen Punkt um pH 4.

Zu Vergleichszwecken wurden einige der am STFI entwickelten Modellfilter ausgewählt und wie die handelsüblichen Filtermedien auf Hydrolyse-, Temperatur- und Ölbeständigkeit untersucht. Nach der Wasserdampfeinlagerung konnten bei den Einzelschichten keine Veränderung von Stabilität und äußerer Erscheinung durch die Hydrolyse festgestellt werden. Fast alle Verbunde zeigten dagegen starke Verfärbungen der Meltblownschichten.

Während die Hydrolysebedingungen kaum Einfluss auf die Höchstzugkräfte der PP-basierten Vliesstoffe hatten, sanken die des PES-basierten Filtermediums erwartungsgemäß. Die meisten Modellfiltermedien blieben nach Einlagerung im Dampfsterilisator hydrophob und oleophil. Lediglich ein PES-

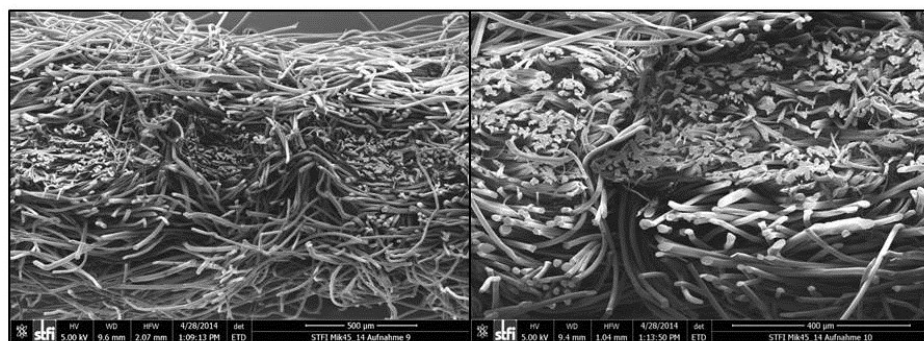


Abb. 2: REM-Aufnahmen vom Querschnitt eines 3-fach Verbundes

Vliesstoff wurde hydrophil. Nach der Öleinlagerung zeigten die Proben im Allgemeinen keine deutlich erkennbaren Veränderungen im Gesamterscheinungsbild bzw. an den Faseroberflächen. Bei der Analyse mittels EDX-Spektroskopie wurden zudem keinerlei an den Fasern anhaftende Ablagerungen oder Rückstände aus dem Öl nachgewiesen. Am Beispiel eines 3-fach-Verbundes konnte außerdem gezeigt werden, dass sich die Einlagerung der Filtermedien im Gebrauchtöl nicht negativ auf den Zusammenhalt der Verbunde auswirkt. Eine Änderung der Benetzbarkeit durch die Öleinlagerung war nicht zu verzeichnen.

In einem weiteren Projektabschnitt wurden ausgewählte Eigenschaften der Modellfiltermedien anwendungsbezogen optimiert. Der Schwerpunkt der Arbeiten lag dabei auf der Verbesserung des Abscheideverhaltens durch thermische Behandlung der Filtermedien, durch die Herstellung neuer, dichterer Meltblownschichten, durch die Variation technischer Anlagenparameter bei der Verbundherstellung sowie durch eine Modifizierung der Benetzbarkeit der Vliesstoffoberflächen. Neben der Untersuchung der optimierten Medien an einem Filtertest- bzw. verschiedenen Multipasstestständen, wurde vor allem die Veränderung der textil-physikalischen Eigenschaften Luftdurchlässigkeit und Porengröße verfolgt. Die thermische Behandlung resultierte in einer Abnahme der Porengrößen und Luftdurchlässigkeiten, wobei letztgenannte vor allem im Falle der Verbundstrukturen deutlich sanken. Durch die Optimierung der Meltblownherstellung konnten ebenfalls dichtere Vliesstoffeinzelschichten und -verbunde hergestellt werden. Während die Verbundbildung durch Hochdruckwasserstrahlen gleichfalls zu Modellfiltern mit verringerten Luftdurchlässigkeiten und Porengrößen führte, konnte anhand der textil-physikalischen Eigenschaften zunächst kein Einfluss der Druckänderungen an den Düsenstreifen der AquaJet-Anlage auf die Struktur der Filtermedien festgestellt werden. Vergleichende Versuche am Filter- bzw. Multipassteststand deuten dagegen darauf hin, dass die Verbundmedien zwar eine verringerte mittlere Porengröße haben, aber auch eine breitere Porengrößenverteilung mit einem höheren Anteil an groben Poren. Damit können Beta-Werte oberhalb von 70 bis 100 kaum noch erreicht werden; die Schmutzaufnahmekapazität ist dennoch leicht erhöht.

Multipasstests an ausgewählten optimierten Modellfiltermedien ergaben einen Partikelrückhalt und eine Schmutzaufnahmefähigkeit vergleichbar mit denen von dichten handelsüblichen Ölfiltern. Die Größe der zurückgehaltenen Partikel korrelierte mit der Poren-

größe der Filter. Allerdings hatten die 3- und 5-fach Verbunde auch in Hinblick auf die Schmutzaufnahmefähigkeit keinen Vorteil gegenüber einem 2-fach-Verbund. Auch das verwendete Material (PP oder PES) hatte keinen signifikanten Einfluss.

Insgesamt zeigen die Untersuchungen sowohl an den traditionellen wie an den neuartigen Filtermedien, dass der Siebeffekt der dominierende Mechanismus für die Rückhaltung von Partikeln aus den Schmierölen ist. Bei feinporigen Filtermedien ist der Siebeffekt der alleinige Mechanismus. Das Trennverhalten ist dann weitgehend unabhängig von der Art des Fasermaterials des Filtermediums, vom Partikelmaterial und vom Öl. Auch die Filteranströmgeschwindigkeit spielt keine Rolle. Die Partikel-Aufnahmekapazität der im Feinbereich gut abscheidenden Filtermedien variiert kaum. Sobald die Poren mit abgeschiedenen Partikeln belegt sind, kommt es zu einem schnellen Anstieg des Druckverlustes. Bei grobporigen Filtermedien mit Porendurchmessern $> 10 \mu\text{m}$ bis $20 \mu\text{m}$ kann unter Umständen zusätzlich noch ein Beitrag der Tiefenfiltration beobachtet werden. Dabei sind keine Einflüsse des Partikelmaterials erkennbar. Auch die elektrischen Potentiale hatten keine Korrelation mit der Abscheideleistung.

Um schließlich den Einfluss der Benetzbarkeit auf die Filterperformance zu untersuchen, wurden ausgewählte Modellfiltermedien mit handelsüblichen Textilveredlungsmitteln funktionalisiert. Durch ein Benetzungsscreening wurde nachgewiesen, dass auf PES-Vliesstoffen das gewünschte Benetzungsverhalten (hydrophil/oleophil, hydrophob/oleophil, hydrophob/oleophob) erzielt werden konnte. Auf PP-Vliesstoffen wurde nur eine teilweise Änderung der Benetzbarkeit beobachtet. Dies konnte aber durch eine Plasmabehandlung des Vliesstoffes vor der Funktionalisierung verbessert werden. Der Effekt der hydrophil/oleophoben Ausrüstung war bei beiden Vliesstoffen nicht reproduzierbar. Zetapoten-

tialmessungen ergaben eine Verschiebung des isoelektrischen Punkts als Folge der Ionogenität einiger Ausrüstungen und waren somit ein Nachweis der Funktionalisierung. Eine Veränderung des Zetapotentials aufgrund einer möglichen Ablösung der Funktionalisierung wurde nicht festgestellt. Untersuchungen zur Beständigkeit der Funktionalisierungen gegenüber Hydrolyse sowie Temperatur- und Öleinwirkung ergaben, dass die Wasserdampfbehandlung keinen Einfluss auf die Wirksamkeit der Funktionalisierung hatte (PES-Vliesstoffe) bzw. deren Effekt sogar verstärkte (PP-Vliesstoffe).

Die Öleinlagerung mit anschließender Extraktion der Filtermedien in n-Hexan führte laut Benetzungstests und EDXS-Analysen allerdings im Falle der PES-Vliesstoffen zumindest zu einer Abschwächung, im Falle der PP-Filtermedien zum Verlust der durch die Ausrüstungen erzielten Eigenschaften. Durch eine vorgeschaltete Plasmabehandlung konnte die Haftung der Ausrüstungen jedoch verbessert werden (Abbildung 3).

Versuche am Filterteststand ergaben, dass die Ausrüstungen in der Lage sind, bei grobporigen Filtermedien die Abscheidung feiner Teilchen, vor allem im Bereich $2 \mu\text{m}$ bis $8 \mu\text{m}$, auf bis zu 60% ($T < x > = 0,6$) anzuheben.

Theoretische Überlegungen zeigten, dass dieser Effekt durch das Zusammenwirken des Sperreffekts (als Transportmechanismus) mit Kapillarkräften (als Anhaftungsmechanismus) zu erklären ist. Bei feinporigen Filtermedien konnte mit den Ausrüstungen allerdings keine Verbesserung erreicht werden. Die im Projekt verwendeten Ausrüstungen waren insgesamt geeignet, den Einfluss der Oberflächeneigenschaften auf die Filterwirkung zu untersuchen; für eine dauerhafte Erhöhung der Wirkleistung von Filtermedien zur Ölreinigung muss jedoch noch an der Verbesserung der Stabilität der Funktionalisierungen auf den Faseroberflächen gearbeitet werden.

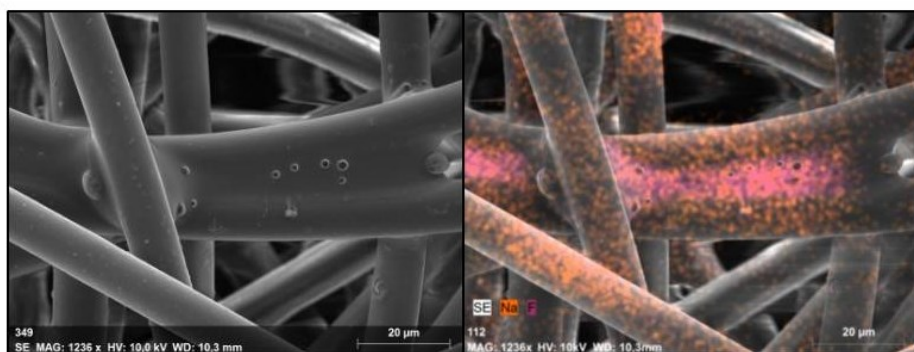


Abb. 3: REM- und EDXS- Aufnahme von einem funktionalisierten PES- Modellfiltermedium (Ausrüstungssegment aus Fluor)

Danksagung

Das IGF Vorhaben 17515 BR/1 der Forschungsvereinigung Forschungskuratorium Textil e.V. wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) gefördert. Wir danken außerdem der Forschungsvereinigung Antriebstechnik e.V., der Forschungs-Gesellschaft Verfahrens-Technik e.V. der Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V. sowie allen genannten Institutionen für die Förderung und Finanzierung des Forschungsvorhabens.

Der Abschlussbericht kann beim Sächsischen Textilforschungsinstitut e.V. ausgeliehen werden.