

# Sol-Gel-basierte nanoskalige Faserbeschichtung für Filtermedien

Nanoskalige Faserausrüstungen auf  $\text{SiO}_2$ -Basis zur Verbesserung des Abreinigungsverhaltens von Filtermedien werden immer wichtiger, da konventionelle Fluorcarbon-Ausrüstungen nicht temperaturbeständig sind ( $>$  ca.  $150^\circ\text{C}$ ). Gleichzeitig können sie Fasereigenschaften verbessern und Anforderungen hinsichtlich chemischer Beständigkeit und mechanischer Abrieb besser erfüllen.

## Ralf Jürgens

nanopool GmbH, Hülzweiler

Seit einigen Jahren finden Innovationen im Fasersektor fast nur noch auf dem Gebiet der Faserausrüstungen statt. Es gibt kaum neue Fasern, gleich ob Natur- oder Kunstfasern. Der Schwerpunkt der Innovationen liegt heute auf der Entwicklung intelligenter oder "smarter" Faserausrüstungen mit eingebauten High-Tech-Funktionen, die einen wahrnehmbaren Nutzen für den Anwender bieten. So können neue technische Anwendungen erschlossen werden und Filtrationsmedien in erweiterten Anwendungsspektren eingesetzt werden [1].

Hinzu kommt der Trend, dass die Produktion von Fasern und Filtermedien sich immer weiter in Richtung Fernost bewegt und dass der Wettbewerbsdruck durch Billigproduktionen immer weiter verschärft wird. Ein Weg für europäische Hersteller kann in der innovativen Ausrüstung von Fasern und Filtermedien liegen.

## Was ist "Nano"?

Mit Entdeckung der Zugriffsmöglichkeiten auf die einzelnen Bausteine der Materie sowie dem damit zunehmenden Verständnis der Selbstorganisation dieser Bausteine hat weltweit die industrielle Eroberung nanoskaliger Dimensionen eingesetzt.

Rein geometrisch bezeichnet die Vorsilbe "Nano" (griech: Zwerg) einen Größenbereich, der 1000-fach kleiner als derjenige derzeitiger Bauelemente des Mikrometerbereiches ist (1 nm entspricht dem millionsten Teil eines mm). Dieser Bereich wird sowohl durch Einsatz neuer physikalischer Instrumente und Verfahren auf dem Wege einer weiteren Verkleinerung derzeitiger Mikrosysteme erreicht, als auch durch die Nutzung von Bauplänen der belebten und unbelebten Natur zum selbstorganisierenden Aufbau von Materie [2]. Ein Nanometer entspricht  $10^{-9}$  Meter oder anders ausgedrückt: Ein Nanometer

entspricht gerade einmal 10 Wasserstoffatome in einer Reihe nebeneinander gelegt. Ein Bakterium, immerhin eines der kleinsten Lebewesen auf der Erde, ist bereits hundertmal größer. Und eine Nadelspitze ist im Vergleich geradezu gigantisch groß: sie umfasst bereits eine Million Nanometer [3]. Der Durchmesser eines menschlichen Haares ist ungefähr 50.000 nm, das Verhältnis eines Nanometers zu einem Meter entspricht dem Verhältnis eines Fußballs zum Planeten Erde. In der Nanotechnologie respektive Nanobeschichtungen befassen wir uns mit Grenzbereichen, in denen die Oberflächeneigenschaften gegenüber den Volumeneigenschaften der Materialien eine immer größere Rolle spielen. Materialien und Werkstoffe verhalten sich völlig anders, wenn sie nanostrukturiert sind.

## Nanoskalige Faserbeschichtungen

Herkömmliche Ausrüstungen werden fast ausschließlich an der Oberfläche des Substrates appliziert, so z.B. PTFE-Emulsionen, Fluorcarbon-Harze oder PTFE-Membranen. Alle Ausrüstungen haben das Ziel, die Abreinigbarkeit zu verbessern und/oder die Abschei-

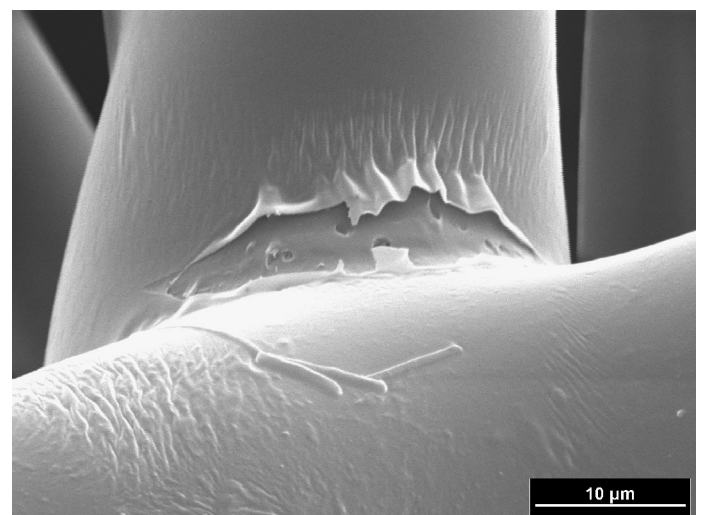
deistung zu erhöhen. Diese Ausrüstungen liegen auf der Oberfläche des Mediums. Durch nanoskalige Faserbeschichtungen, bei denen jede einzelne Faser mit einer individuellen Nanobeschichtung umhüllt wird, erhalten Fasern, Garne, Vliesstoffe und Filze und natürlich die daraus produzierten Gewirke völlig neue Eigenschaften, die zu neuen industriellen Applikationen führen können. Dabei behalten die veredelten Fasern und Garne ihre mechanischen Eigenschaften hinsichtlich Elastizität und Flexibilität, können jedoch zusätzliche Attribute wie Hydrophobie, Oleophobie, Säure- und Laugenschutz, Hydrolyseschutz, Oxidationsschutz oder UV-Beständigkeit bekommen.

Die Faserausrüstungen aus dem Hause nanopool GmbH basieren auf einem modifizierten und optimierten Sol-Gel-Prozess, mit dem eine nanoskalige Beschichtung der einzelnen Fasern erreicht wird, die Schichtdicken zwischen 50 und 150 nm aufweist. Die bevorzugte Schichtdicke für Fasern liegt bei ca. 100 nm (Bild 1).

## Der Sol-Gel-Prozess

Die Forschung auf dem Gebiet des Sol-Gel-Prozesses begann bereits Mitte des 19. Jahrhunderts, als Ebelman und Graham  $\text{SiO}_2$ -Gele untersuchten. Roy et al. nutzten ab 1955 das Potenzial des Sol-Gel-Prozesses zum Erreichen sehr hoher chemischer Homogenitäten und synthetisierten in der Folge eine Reihe neuer keramischer Oxide, die mit den traditionellen Pulvermethoden nicht herzustellen

**Bild 1**  
 $\text{SiO}_2$ -Beschichtung auf einer PPS-Faser



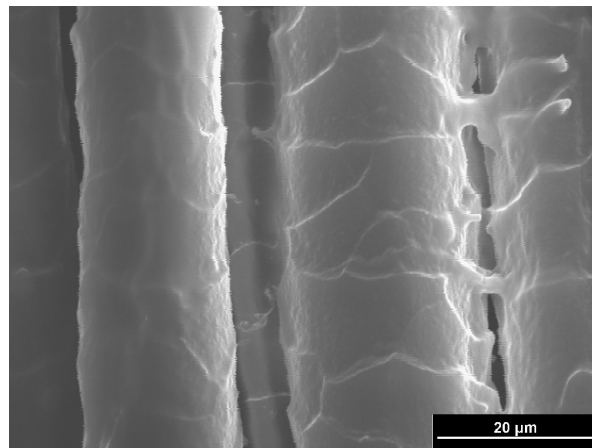
len waren. 1968 führten die Untersuchungen von Stöber et al. über den Einfluss des pH-Wertes auf die Sol-Gel-Reaktion zur Möglichkeit der Kontrolle von Morphologie und Größe der Partikel. Eine weitere bedeutende Entwicklung erfuhr der Sol-Gel-Prozess durch die Anwendung zur Herstellung kugelförmiger Kernbrennstoffe. Anfang der 80er Jahre wurde der oxidische Sol-Gel-Prozess auf weitere Bereiche wie dünne Schichten, Fasern und elektronische Anwendungen übertragen [4].

In den letzten zwei Jahrzehnten hat man gelernt, mit kolloid-chemischen Methoden Nanoteilchen in Lösung unter präziser Größenkontrolle zu synthetisieren. Diese Partikel bestehen aus nur einigen hundert oder tausend Atomen, und es zeigte sich schnell, dass sich ihre Materialeigenschaften sehr drastisch von denen der makroskopischen Festkörper unterscheiden. In vielen Fällen kann man deren physikalisches und chemisches Verhalten allein durch Einstellen der Größe maßschneidern [5].

Als Sole werden kolloidale Lösungen bezeichnet, bei denen ein fester oder flüssiger Stoff in feinsten Verteilung in einem flüssigen oder gasförmigen Stoff dispergiert ist. Ein Sol entsteht z.B. bei der Kondensation von Metallalkoxiden in wässrigem Medium.

Zur Funktionalisierung werden dem Sol aus Tetraethoxysilan, Trimethoxymethylsilan, oder Dimethoxydimethylsilan zum einen aliphatische und aromatische Aldehyde, Carbonsäuren oder Aminocarbonsäuren zugesetzt. Alternativ wird durch veränderte Substituenten am Precursor ( $R'Si(OC_2H_5)_3$ ) das  $SiO_2$ -Netzwerk organisch modifiziert. Ebenfalls wird dafür die Synthese verschiedener Alkyltriethoxysilane mit Azomethinbindung durch die Umsetzung von Aminopropyltriethoxysilan mit Benzaldehydderivaten bzw. Acetylaceton genutzt. Dieser modifizierte Sol-Gel-Prozess baut durch Substitutions-

**Bild 3**  
 **$SiO_2$ -beschichtete Wollfaser**

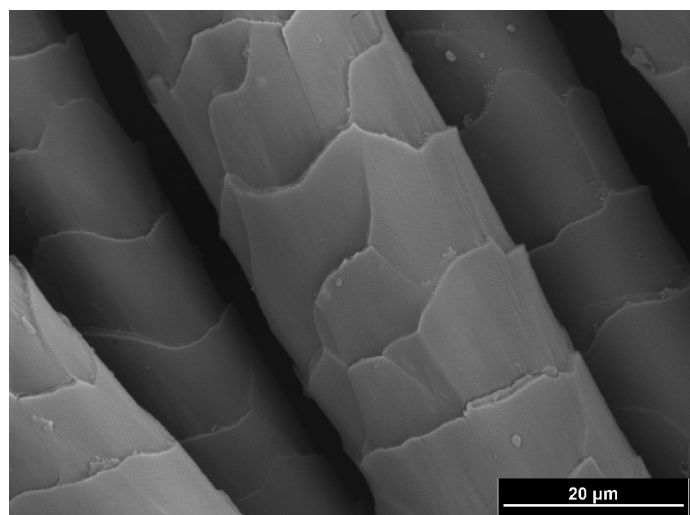


Hydrolysereaktionen und Kondensationsreaktionen von Siliziumalkoxiden ultradünne  $SiO_2$ -Netzwerke auf, in dem die Moleküle auf Grund der während des Prozesses stattfindenden Polymerisation miteinander verbunden sind. Dabei wird das gesamte Volumen der Sole polymerisiert.

Die spezifisch sehr große Oberfläche des  $SiO_2$ -Gels lässt die Komplexierung zusätzlicher organischer und anorganischer Komponenten zu. Dabei werden z.B. antibakteriell wirkende Substanzen nanoskalig in die Matrix eingebaut und dort zuverlässig, d.h., nicht eluierbar verankert. Die Permanenz der Faserausrüstung ist sehr groß. Tests haben gezeigt, dass auch nach über 50 Wäschen die Faserbeschichtung noch vorhanden ist und ihre antibakterielle Wirkung nachweisbar ist. Wird allerdings die Trägerfaser degradiert, so wird auch die Ausrüstung davon betroffen [6].

### **$SiO_2$ -beschichtete Substrate**

Die Faseroberflächen werden durch die Nanobeschichtung geglättet. Die in Bild 2 dargestellte Wollfaser zeigt die typische Schuppenstruktur einer nicht-veredelten Faser dar. Bild 3 zeigt eine nanobeschichtete Wollfaser.



**Bild 2**  
**Wollfaser unbehandelt**

An technische Textilien und Fasern werden naturgemäß andere Anforderungen gestellt als an Bekleidungstextilien. Unterwäsche oder Oberbekleidung muss z.B. über andere haptische Eigenschaften verfügen als industriell genutzte Textilien. Auch die physiologische Unbedenklichkeit ist von großer Bedeutung. Mit  $SiO_2$ -ausgerüstete Textilien haben ihre Unbedenklichkeit in Tests und Untersuchungen (z.B. Gutachten v. 19.02.2003 ISEGA Forschungs- und Untersuchungsgesellschaft mbH, Aschaffenburg) bewiesen.

In industriellen Anwendungen können Eigenschaften wie z.B. elektrostatische Leitfähigkeit, Hydrolysebeständigkeit oder Oleophobie von größerer Bedeutung sein. Auch hier bieten sich nanoskalige Faserausrüstungen an, die die Eigenschaften von Filzen oder Vliesstoffen nachhaltig optimieren können. So kann z.B. die  $SiO_2$ -Ausrüstung in Anwendungen mit hoher Temperatur und hohem Feuchtegehalt im Gasstrom die Hydrolyseempfindlichkeit von Polyester- oder Aramidfasern reduzieren und so zu Standzeitverlängerungen führen (Bild 4).

Eine starke hydrophobische und oleophobische Faserveredelung ist z.B. für Filtermedien von großer Bedeutung, da die Standzeit der Filterelemente damit deutlich verlängert werden kann und sich somit die Wirtschaftlichkeit verbessert. Der 3M-Test hat z.B. hinsichtlich Hydrophobie bei einer ausgerüsteten PP-Faser den Wert 9 ergeben, eine identisch ausgerüstete PES-Faser sogar den Wert 10. Der 3M-Test hat ebenfalls bei 200 °C nach über 1000 h keine Abnahme der Werte gezeigt. Konventionelle Fluor-Carbon-Ausrüstungen hingegen lösen sich ab ca. 150 °C von der Faserobfläche und verdampfen.

Das Institut Hohenstein hat einen Kontaktwinkel von 139,5° nachgewiesen, ab 90° spricht man erst von hydrophober Wirkung. Mit nanopool ausgerüstete Gewebe haben in dem ebenfalls von Hohenstein durchgeführten Spraytest (wasserabweisende Eigenschaften) die Note 4 bekommen (Zum Vergleich: Die Note 5 wird meistens nur von ei-

ner Silikonaustrüstung erreicht. Fluorcarbonaustrüstungen erreichen in der Regel die Note 4, manchmal auch 5.) Diese Eigenschaften führen zu einer besseren Abreinigbarkeit von Filtermedien und somit zu einem flacheren  $\Delta p$ -Anstieg und längerer Haltbarkeit.

Eine elektrostatische Leitfähigkeit von textilen Strukturen konnte bisher nur durch das Einarbeiten von kohlenstoffhaltigen Fasern oder Metallfasern erreicht werden, mit den üblichen chemischen und temperaturbedingten Einschränkungen. Für zahlreiche industrielle Anwendungen spielt die Leitfähigkeit eine wichtige Rolle, denn in bestimmten Prozessen können sich Stäube elektrostatisch aufladen und zu Staubexplosionen führen. Durch den Einbau von kohlenstoffhaltigen Nanopartikeln in die SiO<sub>2</sub>-Matrix lässt sich jede Faser elektrostatisch leitfähig ausrüsten, und zwar dauerhaft ohne Abnahme der Leitfähigkeit. Der Nachweis wird am DMT durchgeführt.

Fasern, die durch UV-A und/oder UV-B-Strahlung degradiert werden, können durch eine Matrix, in die nanoskaliges Titandioxid eingelagert wird, wirksam geschützt werden. Mit der gleichen Technologie können katalytisch wirksame Metalloxide wie Aluminiumoxid, Vanadiumpentaoxid oder Titandioxid auf der Faseroberfläche verankert werden.

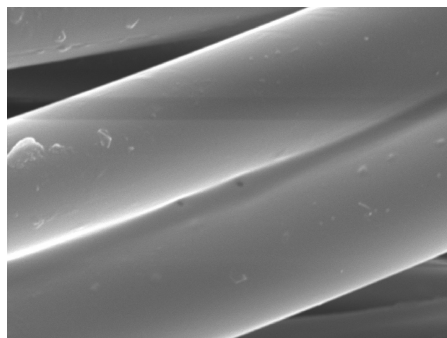
Die SiO<sub>2</sub>-Ausrüstung ist laugen- und säurebeständig, da es sich hier um reines Glas handelt. Die Temperaturbeständigkeit der Beschichtung übersteigt die der Fasern bei weitem (> 800 °C).

Doch nicht nur die thermische Beständigkeit einer Ausrüstung ist wichtig für den Anwendungsfall. Auch die mechanische, genauer: die Beständigkeit gegen Abrasion, die durch z.B. Staub auf der Filzoberfläche oder das Scheuern von Filterelement gegeneinander entsteht, ist für die Standzeit eines Filtermediums von Bedeutung. Die Durchführung von Scheuertests nach dem Martindale-Verfahren mit bis zu 10.000 Scheuertouren führte zu keinen Einschränkungen der Wasserabweisung [7].

### Ausrüstungsprozess

Die hier vorgestellten Sol-Gel-Beschichtungen sind alle wasserbasiert, d.h., dass als Lösungsmittel reines H<sub>2</sub>O verwendet wird. Es werden somit keine besonderen Anforderungen an die Ausrüstungsmethode gestellt. Die Beschichtung bzw. Oberflächenveredelung kann durch übliche Verfahren wie Sprühen (spray coating), Tauchen (dip coating), Schleudern (spin coating), Streichen, Begießen erfolgen. Ebenfalls möglich und erprobt sind industrielle Beschichtungsverfahren wie Foulardierung, Pflatschen, Filmbegeißmaschinen, Sprühbalken mit einer oder mehrerer Sprühdüsen. Die wasserbasierten Formulierungen können auch in der Flotte ei-

**Bild 4**  
SiO<sub>2</sub>-beschichtete PES-Faser



nes Foulard eingesetzt werden. Eine anschließende Trocknung auf dem Spannrahmen beschleunigt den Polymerisierungsprozess durch Verdampfen des Lösungsmittels Wasser. Minimalauftragsverfahren, wie z.B. Rotorenbefuchtung oder Walzenauftragsverfahren haben sich als besonders geeignet hinsichtlich der Auflagemengen erwiesen. Doch auch in konventionellen Anlagen lassen sich die Formulierungen gut verarbeiten [8]. In der Produktion eines Nadelfilzherstellers wurden Nadelfilze mit Flächengewichten von 500 bis 550 g/m<sup>2</sup> mittels einer Rotorenbefuchtung ausgerüstet. Unmittelbar nach der Befuchtung wurde das Substrat in die Trocknung geführt und bei ca. 200 °C getrocknet. Es wurden bei Auflagen zwischen 18 und 25 % in der Wasserabweisung durchweg Noten von 6 (DuPont-Test) und in der Ölabweisung von 5 bis 6 erreicht.

### Fallbeispiel

In einem Trocknerturm, in dem flüssiges Fett aufgetrocknet wird, scheiden 120 Polyester-Nadelfilzschläuche die getrockneten Fettkügelchen ab. Die Anlage wird im 2-Schicht-Betrieb von Montags bis Freitags betrieben. Die Durchsatzmenge von 1.800 kg/h reduzierte sich im Laufe der Woche auf weniger als 300 kg/h, da der Druckverlust der Filteranlage auf über 300 mmWs anstieg. Dann wurden die Filterschläuche durch frisch gewaschene Schläuche ersetzt. Nach der Ausrüstung der Filterschläuche mit dem Produkt "Faserprotect S2", konnte die Anlage mühelos über 4 Wochen ohne Schlauchwechsel bei einem Druckverlust von ca. 150 mmWs und einem Durchsatz von 1.800 kg/h gefahren werden.

Zur Zeit befinden sich mehrere Tausend Filterschläuche mit np-Ausrüstungen im Einsatz, so z.B. in Flugstromadsorbern in MVA, in Trocknungs- und Granulierprozessen in der Lebensmittelindustrie und in der Kalk- und Zementproduktion. Das hervorragende Abreinigungsverhalten nanobeschichteter Filtrationsfasern wurde durch Versuche eine führenden Faserherstellers bestätigt [9].

### Zusammenfassung

Die nanoskaligen Faserausrüstungen der nanopool GmbH, basierend auf einem modifizierten Sol-Gel-Prozess, bieten Funktionalitäten für technische Textilien an, die für den Temperaturbereich von > 150 °C von der klassischen Ausrüstungschemie nicht zur Verfügung gestellt werden können. Konventionelle Ausrüstungen können die mechanischen Eigenschaften textiler Flächengebilde, wie z.B. Festigkeit oder Abrasionsbeständigkeit negativ beeinflussen. Nanoskalige Faserbeschichtungen haben darauf keinen Einfluss, im Gegenteil: die Abrasionsbeständigkeit nimmt bei vielen Faserarten sogar zu. Einen ganz wesentlichen Vorteil bringen die np-Faserbeschichtungen bei der Abreinigbarkeit von Filtermedien, hier wird das Abreinigungsverhalten von PTFE-Membranen oder PTFE-Beschichtungen erreicht oder sogar noch übertroffen [10].

Die np-Ausrüstung zeichnet sich aus durch eine sehr niedrige Trockenaufgabe, wodurch keine oder nur unwesentliche Veränderungen der Luftdurchlässigkeit ergeben. Gleichzeitig wird eine hohe Reduzierung des Wasseraufnahme- und Wasserrückhaltevermögens erzielt, einhergehend mit einer deutlichen Verbesserung der Hydrophobie und Oleophobie [11]. Die np-Formulierungen sind vielfach geprüft, z.B. hinsichtlich ihrer antibakteriellen Wirkung, ihrer physiologischen Unbedenklichkeit, ihrer lebensmittelrechtlichen Zulassung und vielen anderen Vorschriften und Prüfverfahren. Sie stellen den Anfang einer neuen Generation von optimierten Fasern, Geweben, Filzen und Vliesstoffen dar, die zahllose neue und innovative technische Möglichkeiten eröffnen.

### Literatur

- [1] Jürgens, R.: "Der unsichtbare Schutz", 2005
- [2] <http://www.nanopool.biz/deutsch/infos.htm>
- [3] [http://www.g-o.de/index.php?cmd=focus\\_detail2&f\\_id=54&rang=5](http://www.g-o.de/index.php?cmd=focus_detail2&f_id=54&rang=5)
- [4] Hauser, R.: "Sol-Gel-Synthese keramischer Werkstoffe am Beispiel von SiO<sub>2</sub>"
- [5] Weller, H.: "Nanotechnologie made in Hamburg", VDI Mensch & Technik, Ausgabe 1/2006
- [6] Jürgens, R.: Nanoskalige Beschichtungen von Filtrationsfasern, Stuttgart März 2006
- [7] Schmalz, E.: Vliesstoffverbunde mit funktionaler Oberflächenbeschichtung für den Temperaturbereich von 150 °C bis 300 °C, Zwischenbericht AiF-Projekt 14416, STFI Februar 2007
- [8] ebenda
- [9] Gasparin, G.: Untersuchungen des Filtrationsverhaltens von P84 basierenden Filtermedien mit und ohne Beschichtungen in Filtrationstestständen und in Anlagen, Vortrag während 9. Symposium Textile Filter in Chemnitz März 2008
- [10] ebenda
- [11] Schmalz, E.: Vliesstoffverbunde mit funktionaler Oberflächenbeschichtung für den Temperaturbereich von 150 °C bis 300 °C, Zwischenbericht AiF-Projekt 14416, STFI Februar 2007