

# **Entwicklung eines Meltblow-Verfahrens zur Herstellung thermoplastischer Feinstfaser-Vliesstoffe**

Von der Fakultät Energie-, Verfahrens- und Biotechnik der Universität  
Stuttgart zur Erlangung der Würde eines Doktors der  
Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

genehmigte Abhandlung

Vorgelegt von

**Till Batt (MSc.)**

aus Riedlingen

Hauptberichter: Prof. Dr.-Ing. H. Planck

Mitberichter: Prof. Dr.-Ing. C. Bonten

Tag der mündlichen Prüfung: 15.04.2015

Institut für Textil- und Verfahrenstechnik (ITV) der Deutschen Institute für  
Textil- und Faserforschung (DITF) Denkendorf,

Wissenschaftliche Institute in Verbindung mit der Universität Stuttgart



*„Auch die Logik beruht auf Voraussetzungen, denen nichts in der wirklichen Welt entspricht...“ - „Wahre Erkenntnis gibt es nicht.“*

*Friedrich Nietzsche, „Menschliches, Allzumenschliches“, 1878*

*Für Lola*

# Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand in der Zeit von 2008 bis 2013 parallel zu meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am *Institut für Textil- und Verfahrenstechnik (ITV)* Denkendorf unter der Leitung von Herrn Prof. Dr.-Ing. Heinrich Planck.

Meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. Heinrich Planck, danke ich für die Schaffung optimaler Arbeitsbedingungen und für die Möglichkeit meine Arbeit in Auszügen auf verschiedenen Fachtagungen und Konferenzen präsentieren zu können.

Herrn Prof. Dr.-Ing. C. Bonten danke ich für die freundliche Übernahme des Koreferats.

Dem Leiter der Vliesstofftechnik am *ITV*, Herrn Dr.-Ing. Martin Dauner, möchte ich für die weitreichende Unterstützung sowie seine konstruktive Kritik im Umfeld dieser Arbeit danken.

Ferner gilt mein Dank Herrn Dr. rer. nat. Dietmar Hietel und seinem Team des *Fraunhofer Instituts für Techno- und Wirtschaftsmathematik (ITWM)* für die Bereitstellung von Simulationsergebnissen sowie die fachliche Unterstützung.

Weiterhin möchte ich mich herzlich bei der gesamten Arbeitsgruppe der Vliesstofftechnik des *ITV* Denkendorf für ihren praktischen Beitrag an dieser Arbeit bedanken. Insbesondere danke ich den Herren Dipl.-Ing. Martin Hoss und Lothar Rufeis für die Unterstützung bei maschinenbaulichen Aufgaben. Herrn Christoph Rieger (M.Sc.) und Frau Lisa Wagner (B.Eng.) danke ich ebenfalls für ihre wichtigen Beiträge.

Den Projektpartnern *Freudenberg Filtration Technologies* und *Oerlikon Neumag* danke ich für die fruchtbare Zusammenarbeit und die Freigabe von Prüfergebnissen. Bei Herrn Dr. Joachim Sunder der *Göttfert Werkstoffprüfmaschinen GmbH* möchte ich mich für die Überlassung von Messergebnissen zur Dehnviskosität bedanken.

Ermöglicht wurde diese Arbeit durch die Förderung des *Bundesministeriums für Bildung und Forschung* im Verbundprojekt NaBlo.

Meiner Familie und meinen Freunden danke ich für ihre Geduld und Unterstützung, ohne die diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Reutlingen im Dezember 2013,

Till Batt

# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzfassung</b>	<b>XIV</b>
<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Stand der Technik</b>	<b>4</b>
2.1    Feinstaubabscheidung	4
2.1.1    Oberflächenfiltration	8
2.1.2    Tiefenfiltration	11
2.2    Fasertechnologie	19
2.2.1    Abgrenzung zwischen Feinst- und Nanofasern	19
2.2.2    Einfluss der spezifischen Faseroberfläche	20
2.2.3    Vliesstofftechnologie	21
2.2.4    Meltblow-Verfahren	24
2.2.5    Verfahren zur Herstellung feiner Fasern	31
2.3    Thermoplastische Polymer-Werkstoffe	39
2.3.1    Polypropylen	39
2.3.2    Polybutylenterephthalat	42
2.3.3    Molekulargewicht und Kristallisation	43
2.4    Fließeigenschaften von Polymeren (Rheologie)	47
2.4.1    Nicht-Newton'sche Fluide	50
2.4.2    Online-Kapillarrheometrie	51
2.4.3    Dehnviskosität	55
2.4.4    Strangaufweitung	59
2.5    Ansätze für ein Materialmodell	61

2.5.1	Simulation des Meltblow-Verfahrens	63
2.5.2	Simulation der Faserbildung mit Turbulenzmodell	67
<b>3.</b>	<b>Modellhafte Beschreibung der Faserbildungsphasen</b>	<b>69</b>
<b>4.</b>	<b>Ziel der Arbeit</b>	<b>73</b>
<b>5.</b>	<b>Experimentelle Untersuchungen</b>	<b>75</b>
5.1	Eingesetzte Materialien	76
5.2	Aufbau der Meltblow-Laboranlage	78
5.3	Analyseverfahren	80
5.3.1	Statistische Versuchsplanung (DoE)	80
5.3.2	Differential Scanning Calorimetry	81
5.3.3	Online-Kapillarrheometrie	82
5.3.4	Dehnviskosimetrie	82
5.3.5	Hochgeschwindigkeits-Videotechnik	83
5.3.6	Rasterelektronenmikroskopie	84
5.3.7	Manuelle Faserdurchmesseranalyse	84
5.3.8	Automatische Faserdurchmesseranalyse	86
5.3.9	Luftdurchlässigkeitsprüfung	88
5.3.10	Porometrie	89
5.4	Herstellung von Feinstfasern im Labormaßstab	91
5.4.1	Thermische Eigenschaften der Polymere	91
5.4.2	Online-Kapillarrheometrie (Scherviskosität)	96
5.4.3	Offline-Kapillarrheometrie (Dehnviskosität)	99
5.4.4	Ermittlung der Strangaufweitung an Einkapillardüsen	104
5.4.5	Einfluss der Verweilzeit auf die Faserbildung	106

5.4.6	Polymermodifikation durch fließverbessernde Additive	111
5.4.7	Meltblow Einkapillardüsen-System	113
5.4.8	Simulation der Luftströmung	116
5.4.9	Turbulenzmodell	118
5.4.10	High-Speed-Videoaufnahmen und Digitalphotographie	124
5.4.11	Einfluss der Luftschneidengeometrie	126
5.4.12	Untersuchungen mittels statistischer Versuchsplanung	131
5.4.13	Optimierung der Kapillargeometrie	144
5.5	Übertragung der Erkenntnisse auf die Herstellung von Feinstfasern mittels Mehrlochdüsen	146
5.5.1	Düsenoptimierung an Mehrlochdüsen	148
5.5.2	Untersuchung mittels statistischer Versuchsplanung an Mehrlochdüsen	153
5.6	Untersuchung zur Temperierung der Sekundärluft	156
5.6.1	Erkenntnisse aus der Simulation	157
5.6.2	Verifizierung mit Polypropylen	162
5.6.3	Verifizierung mit Polybutylenterephthalat	180
<b>6.</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>184</b>
6.1	Ergebnisse der Untersuchungen der Polymereigenschaften	185
6.2	Zusammenfassende Beschreibungen des Verstreckvorgangs	187
6.3	Ergebnisse der statistischen Versuchsplanung	190
6.4	Ergebnisse der Düsenoptimierung	191
6.5	Ergebnisse zur Sekundärluftherhitzung	193
6.6	Ergebnisse der Filterprüfung	198



<b>7. Fazit und Ausblick</b>	<b>203</b>
<b>Publikationen / Präsentationen</b>	<b>209</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>211</b>

## Abkürzungsverzeichnis / Formelzeichen

<b>Abkürzung</b>	<b>Bedeutung</b>
<i>(e)PTFE</i>	<i>(expanded) Polytetrafluorethylen</i>
<i>(i)PP</i>	<i>(isotaktisches) Polypropylen</i>
ARMA	<i>Engl.: Auto-Regressive-Moving-Average - Differentialgleichungssystem</i>
BMBF	<i>Bundesministerium für Bildung und Forschung</i>
CFD	<i>Engl.: Computational Fluid Dynamics - Numerische Strömungsmechanik</i>
CRPP	<i>Engl.: Controlled-Rheology Polypropylene - Polypropylen mit kontrollierter Rheologie</i>
DCD	<i>Engl.: Die Collector Distance - Abstand zwischen Düse und Ablage</i>
DIN	<i>Deutschen Institut für Normung</i>
DITF	<i>Deutsche Institute für Textil- und Faserforschung</i>
DoE	<i>Engl.: Design of Experiment - statistische Versuchsplanung</i>
DSC	<i>Engl.: Differential Scanning Calorimetry - Dynamische Differenzkalorimetrie</i>
Dtex	<i>Dezitex; Einheit für Faser- und Filamentfeinheit [g/10.000 m]</i>
EN	<i>Europäische Normen</i>
ETA1	<i>Scherviskosität</i>
EtaCo1	<i>Dehnviskosität</i>
FEM	<i>Finite-Elemente-Methode</i>
FIDYST	<i>Fiber Dynamics Simulation Tool</i>
fps	<i>Engl.: Frames per second - Bilder pro Sekunde</i>
F-Wert	<i>Prüfwert des F-Tests in der Statistik</i>
GAMI	<i>Schergeschwindigkeit</i>

<b>Abkürzung</b>	<b>Bedeutung</b>
<i>GamCo1</i>	<i>Dehngeschwindigkeit</i>
<i>hpi</i>	<i>Engl.: holes per inch - Kapillaranzahl pro 2,54 cm</i>
<i>HS-Video</i>	<i>Engl.: High-Speed-Video - Hochgeschwindigkeits-Video</i>
<i>IR</i>	<i>Infrarot</i>
<i>ISO</i>	<i>Internationale Organisation für Normung</i>
<i>ITV</i>	<i>Institut für Textil- und Verfahrenstechnik</i>
<i>ITWM</i>	<i>Institut für Techno- und Wirtschaftsmathematik</i>
<i>JEFF</i>	<i>Journal of Engineered Fibers and Fabrics</i>
<i>KI</i>	<i>Konfidenzintervall</i>
<i>L/d</i>	<i>Längen- Durchmesserverhältnis</i>
<i>MB</i>	<i>Meltblow</i>
<i>MC</i>	<i>Metalloccen Katalysator</i>
<i>MFR</i>	<i>Engl.: Melt-Mass-Flow Rate - massenbezogene Schmelzflussrate [g/10 min]</i>
<i>Mn</i>	<i>Molekulargewicht - Zahlenmittel der Molmasse eines Stoffes</i>
<i>MPPS</i>	<i>Engl.: Most Penetrating Particle Size - kritischer Partikelgrößenbereich</i>
<i>MVR</i>	<i>Engl.: Melt Volume-Flow Rate - volumenbezogene Schmelzflussrate [cm<sup>3</sup>/10min]</i>
<i>M<sub>w</sub></i>	<i>Molekulargewicht - Gewichtmittel der Molmasse eines Stoffes</i>
<i>NMR</i>	<i>Engl.: Nuclear Magnetic Resonance - Kernspinnresonanzspektroskopie</i>
<i>NOR</i>	<i>Nitroxide</i>
<i>PA6</i>	<i>Polyamid 6</i>
<i>PBT</i>	<i>Polybutylenterephthalat</i>
<i>PD</i>	<i>Polydispersität: Maß für die Breite einer Molmassenverteilung</i>

<b>Abkürzung</b>	<b>Bedeutung</b>
PE	Polyethylen
PEEK	Polyetheretherketon
PET	Polyethylenterephthalat
PLA	Poly lactide (Polymilchsäuren)
PTT	Phan-Thien-Tanner - Differentialgleichungssystem
PPS	Polyphenylsulfid
PS	Polystyrol
P-Wert	Überschreitungswahrscheinlichkeit, Signifikanzwert
$R^2$	Bestimmtheitsmaß in der Statistik
REM	Rasterelektronenmikroskop
RMSE	Engl.: Root Mean Square Error - mittleres <u>Q</u> adrat des Vorhersagefehlers
ROI	Engl.: Region of Interest - Bereich von Interesse (bei bildgebenden Verfahren)
SI	Franz.: Système international d'unités - Internationales Einheitensystem
Stabw.	Standardabweichung
TA	Technische Anweisung
TS	Technische Spezifikation
T-Wert	Die Testprüfgröße des t-Tests
UCM	Engl.: Upper Convected Maxwell - Differentialgleichungssystem
UV	Ultraviolett
VDI	Verein Deutscher Ingenieure
$X_1 \dots X_n$	Einflussgrößen in der statistischen Versuchsplanung
$Y_1 \dots Y_n$	Zielgrößen in der statistischen Versuchsplanung
ZN	Ziegler-Natta-Katalysator

<b>Zeichen</b>	<b>Einheit</b>	<b>Bedeutung</b>
$A$	$[m^2]$	Fläche
$A_{Ges}$	$[m^2]$	Strömungsquerschnitt ohne Körper
$\alpha$	$[-]$	Packungsdichte
$B$	$[m]$	Breite
$\beta$	$[-]$	Lückenvolumen bzw. die Porosität
$\cos \varphi$	$[-]$	Benetzungswinkel
$c_p$	$[kJ/kg K]$	spezifische Wärmekapazität
$c_{rein}$	$[\%]$	Partikelkonzentration nach der Abscheidung
$c_{roh}$	$[\%]$	Partikelkonzentration vor der Abscheidung
$\dot{\gamma}_w$	$[s^{-1}]$	Wand-Schergeschwindigkeit
$\gamma$	$[-]$	einheitenlose Deformation
$\dot{\gamma}$	$[s^{-1}]$	Schergeschwindigkeit
$\dot{\gamma}_a$	$[s^{-1}]$	scheinbare Schergeschwindigkeit
$D$	$[Pa]$	Tensor der Deformation (Spannung)
$DS$	$[-]$	Engl.: Die swell - Schwellwert des Extrudats
$d$	$[mm]$	Kapillardurchmesser
$d_F$	$[\mu m]$	kreisförmiger Faserdurchmesser
$d_{Ex}$	$[mm]$	Extrudatdurchmesser

<b>Zeichen</b>	<b>Einheit</b>	<b>Bedeutung</b>
$d_x$	[m]	„scheinbarer“ Porendurchmesser
$\Delta p$	[Pa]	wirksame Druckdifferenz
$\Delta T$	[K]	Temperaturdifferenz innen/außen
$\Delta y$	[m]	Distanz in y-Richtung
$\Delta x$	[m]	Distanz in x-Richtung
$\delta$	[N/m]	Oberflächenspannung
$E$	[Pa]	Elastizitätsmodul
$E(d)$	[-]	Abscheideeffizienz (Trenngrad)
$e(d, v)$	[-]	Abscheideeffizienz der Einzelfaser (für jeden Mechanismus und alle Partikelgrößen)
$\dot{\epsilon}$	[s <sup>-1</sup> ]	Dehngeschwindigkeit
$F$	[N]	Kraft
$h_o$	[-]	Anzahl Kapillarbohrungen
$\eta$	[Pa s]	dynamische Viskosität
$\eta_0$	[Pa s]	Viskosität (in einseitiger Scherung)
$\eta_D$	[Pa s]	Dehnaviskosität
$Kn$	[-]	Knudsen-Zahl
$K$	[m <sup>-2</sup> ]	spez. Durchströmungswiderstand
$L$	[mm]	Kapillarlänge
$L_F$	[m]	Faserlänge

<b>Zeichen</b>	<b>Einheit</b>	<b>Bedeutung</b>
$\lambda$	[nm]	mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle
$\overline{M}_w$	[kg/mol]	Gewichtsmittel der Molmasse
$\overline{M}_n$	[kg/mol]	Zahlenmittel der Molmasse
$\dot{m}_{h^o}$	[g/min]	Massendurchsatz pro Kapillare (Kapillardurchsatz)
$\dot{m}_P$	[g/min]	Gesamt-Massendurchsatz (Polymer)
$m_V$	[g/m <sup>2</sup> ]	Flächenmasse
$m_F$	[g]	Fasermasse
$\mu$	[Pa s]	Gasviskosität
$n$	[-]	Fließexponent: Tangentensteigung der wahren Scherbelastung als Funktion der scheinbaren Schergeschwindigkeit in doppeltlogarithmischer Auftragung
$P_{ent}$	[Pa]	Eingangsdruck vor der Kapillare
$Q$	[-]	Polydispersität
$\dot{Q}$	[kW]	Wärmeleistung
$r$	[mm]	Radius
$r_F$	[ $\mu$ m]	Radius der Faser
$\rho$	[g/cm <sup>3</sup> ]	Dichte
$S_O$	[m <sup>2</sup> /g]	spezifische Faseroberfläche
$\sigma$	[Pa]	Zugspannung

<b>Zeichen</b>	<b>Einheit</b>	<b>Bedeutung</b>
$\dot{\sigma}$	[Pa]	zeitabhängige Spannungsänderung
$T$	[Pa]	Spannungstensor
$\nabla$		
$\dot{T}$	[-]	Zeitderivat des Spannungstensors
$Tt$	[dtex = g/10.000 m]	textiler Titer (Feinheitsangabe von Fasern)
$\tau$	[Pa]	Schubspannung
$\tau_a$	[Pa]	scheinbare Schubspannung
$\dot{V}$	[m <sup>3</sup> /h]	Fluid-Volumen pro Zeiteinheit (Volumenstrom)
$V_K$	[m <sup>3</sup> ]	Volumen der Körper
$V_{Ges}$	[m <sup>3</sup> ]	Gesamtvolumen
$v_f$	[m/min]	theoretische Fasergeschwindigkeit
$V$	[m/min]	Strömungsgeschwindigkeit
$z$	[m]	Filterdicke



## **Kurzfassung**

Das Meltblow-Verfahren wird seit vielen Jahren zur Erzeugung von Mikrofaservliesstoffen im Bereich von  $1,0\ \mu\text{m}$  -  $20\ \mu\text{m}$  eingesetzt. Aus verfahrenstechnischen Gründen sind damit jedoch Faserdurchmesser unterhalb  $1,0\ \mu\text{m}$  bislang nur sehr begrenzt herstellbar. Dies schränkt die Effizienz und Einsatzmöglichkeiten der Meltblow-Vliesstoffmedien beispielsweise in Filtrationsanwendungen erheblich ein.

Ziel dieser Arbeit ist daher die Entwicklung eines über den Stand der Technik hinausgehenden Meltblow-Verfahrens zur ökonomisch sinnvollen Herstellung von Feinstfasern im Durchmesserbereich zwischen  $0,1\ \mu\text{m}$  und  $1,0\ \mu\text{m}$  mit dem thermoplastischen Werkstoff Polypropylen. Dazu erfolgt erstmalig in dieser Arbeit eine umfassende Untersuchung von Modifikationen des Meltblow-Verfahrens, die zur Herstellung von Feinstfasern eingesetzt werden können. Die Experimente und Studien wurden dabei durch aktuelle Erkenntnisse der numerischen Strömungssimulation unterstützt.

Die rheologische Charakterisierung ist notwendig, um die niederviskosen Polymer-Typen hinsichtlich prozessinhärenter Viskosität und Spinnstabilität zu bewerten und bildet damit die Grundlage für ein tieferes Verständnis des Materialverhaltens unter hoher Dehnung. Online-Rheometer-Messungen wurden durchgeführt, um die Viskositätsabnahme durch thermische Degradation und unter Zugabe reaktiver Additive zu kontrollieren. Die Ergebnisse unterstreichen die hohe Bedeutung einer geringen Polymer-Viskosität auf die Ausbildung von Feinstfasern, zeigen jedoch auch Grenzen des Verfahrens auf.

Optimierte Prozessparameter und Parameterkombinationen, die zur Bildung von Feinstfasern führen, wurden durch die Nutzung statistischer Versuchsplanung an einem Einkapillardüsen-System erreicht. Erstmals konnte hier auch eine systematische Untersuchung der Kapillar- und Luftschneidengeometrie erfolgen.

Nähere Betrachtungen der Faserbildung unter Zuhilfenahme von Hochgeschwindigkeits-Videoaufnahmen und Simulationen führten schließlich zum Aufbau eines optimierten Verfahrens mit temperierter Sekundärluft an einer 500 mm breiten Technikum-Anlage. Die Temperierung der Sekundärluft ermöglicht die Herstellung von Feinstfasern bei hoher Produktivität und bildet somit die Grundlage für das hier entwickelte, optimierte Verfahren.

Erste Filtertests zeigen das hohe Potenzial dieser Feinstfaser-Vliesstoffe in der Feinstaubabscheidung.

## **Abstract**

Since many years the meltblow process is used for the production of nonwovens in a typical micro fiber range between 1.0  $\mu\text{m}$  - 20  $\mu\text{m}$ . Because of technology limitations fiber diameters below 1.0  $\mu\text{m}$  have not been produced in an efficient way so far. This constrains the application area and the material efficiency, for example in filtration industry.

Consequently the aim of this work is the development of a meltblow process that goes beyond state of the art; a process that allows the economic production of ultrafine fibers in a range between 0.1  $\mu\text{m}$  and 1.0  $\mu\text{m}$  with the thermoplastic material polypropylene. For the first time an extensive research on modifications of the meltblow process in terms of ultrafine fiber production will be shown in this thesis. The present experiments and studies were supported by CFD simulations.

Rheological characterization of the low viscous polymers is necessary for the evaluation of the viscosity and spinning stability during the process. This leads to a deeper understanding of the material behavior under high tension. Online rheometry was used to control viscosity during thermal degradation and adding of reactive additives. The results underlined the importance of a low viscosity for the formation of ultrafine fibers but also identified limitations of the process.

Optimized process parameters and parameter combinations for the formation of ultrafine fibers were achieved on a single-capillary nozzle-system using a 'design of experiment' approach. For the first time, a systematical study of meltblow nozzle geometries was accomplished therein.

Examination of the fiber drag procedure using high-speed videos and simulations led to the construction of an optimized process including temperature control of the secondary process-air on a 500 mm wide meltblow line. Controlled temperature of the secondary air allows the production of finest fibers with high productivity and therefore builds the basis for an optimized process developed in this work.

First tests are showing high potential of these ultrafine fiber webs for fine dust filtration.

## 1. Einleitung

Neben vielen anderen Wirtschaftszweigen (Medizintechnik, Mikromechanik etc.) beschäftigt sich auch die Textilindustrie in den letzten Jahren verstärkt mit der gezielten Herstellung möglichst feiner Strukturen. Dabei steht die Funktionalisierung von Oberflächen, wie beispielsweise beim sog. „Lotuseffekt“, aber auch die Schaffung völlig neuer Materialeigenschaften im Fokus. Erfolgreiche Beispiele aus diesem Segment sind synthetische Mikrofaserprodukte, die sowohl im Haushalts- und Bekleidungsbereich als auch im technischen Sektor breiten Einsatz finden. Die nächste Entwicklungsstufe sind nun Faserdurchmesser im Submikrometerbereich auf Basis thermoplastischer Polymere.

Eine ökonomische Methode Mikrofaservliesstoffe aus thermoplastischen Polymeren zu erzeugen, bietet das Schmelzblasverfahren (engl.: Meltblowing). Das Meltblow-Verfahren besitzt ein großes Potenzial zur Herstellung neuartiger Vliesstoffe über die Generierung feinsten Fasern. Vorteil dieser Fasern ist ihre enorm große spezifische Oberfläche und die sehr kleinen Porengrößen der daraus generierten Vliesstoffmedien.

Neben Unternehmen der Hygiene-, Medizin- und Funktionstextilbranche ist vor allem die Filterindustrie an der Verwertung dieser fein- und feinstfasrigen Medien zu neuen Produkten interessiert. Hier erfordern neue Vorschriften der Luftreinhaltung und der Feinstaubabscheidung innovative Ansätze zur wirtschaftlichen Erzeugung von Filtermedien aus Submikrometerfasern.

Die Einsatzfähigkeit von Meltblow-Vliesstoffen in Filtern ist im Wesentlichen vom Faserdurchmesser und dessen Verteilung sowie der

Ablage der Fasern im Flächengebilde und deren Verdichtung abhängig. Im Wettbewerb mit anderen Filtermedien, besonders im Vergleich zu Mikroglasfaserpapieren und elektrogesponnenen Vliesen sind Effizienz und Wirtschaftlichkeit der Meltblow-Materialien entscheidende Kriterien. Ebenfalls sprechen Umwelt- und Gesundheitsaspekte für den Einsatz dieser Medien. Die geringe mechanische Belastbarkeit von feinen Fasern hat dazu geführt, dass diese meist im Verbund mit mechanisch stabileren Trägermaterialien aufgebaut werden müssen. Ein Vorteil von rein synthetischen Filtermedien ist deren einfache Entsorgung durch Veraschung.

Sowohl im Bereich der Abscheidung von Feststoffpartikeln aus Fluiden als auch der Abscheidung von Flüssigkeiten aus Gasen oder der Flüssig/Flüssig-Trennung besteht Anwendungspotenzial. Bei der mechanischen Staubabscheidung können sie sowohl in der Oberflächen- als auch in der Tiefenfiltration zum Einsatz kommen. Eine wichtige Anwendung sind beispielsweise synthetische Reinraumfilter aus einem Verbund von Spinnvliesen und Meltblow-Vliesstoffen, ohne die der heutige Qualitätsstandard in vielen Branchen nicht möglich wäre. Aufgabe von Filtermedien ist es, neben dem klassischen Abscheiden und Separieren, energetisch optimale Verbrennungs- und Strömungsprozesse zu ermöglichen. Die optimale Auswahl des Filtermediums nimmt dadurch entscheidenden Einfluss auf Energieeinsatz und Standzeiten von Motoren, Gebläsen und Turbinen.

Weitere Einsatzmöglichkeiten für Feinstfaser-Medien erstrecken sich von Barriertextilien wie z. B. Batterieseparatoren, Hygiene- und Medizintextilien, bis hin zu speziellen Schutzbekleidungen und technischen Anwendungen. Die Oberflächen von Textilien aus synthetischen Fasern im

Submikrometerbereich können „superhydrophob“ sein. Auch für Einsatzgebiete in denen ein optimales Schallabsorptionsvermögen gefordert ist, sind diese Materialien interessant. Des Weiteren verfügen diese Produkte aufgrund ihrer Feinheit über haptische und optische Besonderheiten und können als Träger von Beschichtungs- und Ausrüstungsverfahren genutzt werden, um beispielsweise Kunstleder herzustellen. Auch die Optimierung von Mikrofaser-Reinigungstüchern ist eine mögliche Anwendung.

## 2. Stand der Technik

### 2.1 Feinstaubabscheidung

Erhöhte Umweltbelastungen durch Industrie und Verkehr und die dadurch zunehmende Emission von Fein- und Feinstäuben sowie eine zunehmende Allergieempfindlichkeit in der Bevölkerung erfordern immer leistungsfähigere Filtermedien. Seit einigen Jahren nimmt die öffentliche Wahrnehmung der dadurch entstehenden Risiken stetig zu. Ein Beispiel dafür ist die internationale Feinstaubdebatte und die daraus resultierende nationale Gesetzgebung in Deutschland.

*„Seit dem 1. Januar 2005 gelten europaweit Grenzwerte für Feinstaub. Als Grenzwerte für Feinstaub der Korngröße kleiner als 10 Mikrometer (PM10) sind ein Jahresmittelwert von 40 Mikrogramm pro Kubikmeter ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) und ein Tagesmittelwert von 50  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  festgelegt.“* [1]

Die Europäische Gemeinschaft (EG) und insbesondere die Europäische Union (EU) nehmen weltweit eine Vorreiterrolle bei der Regulierung von Emissionsgrenzwerten ein. Grundlagen liefern dabei neuere Richtlinien des Europäischen Parlaments und des Rates über Luftqualität 2008/50/EG [2] und Industrieemissionen 2010/75/EU [3].

In Deutschland führte die 17. Verordnung zur Durchführung des Bundes-Immissionsschutzgesetzes (BImSchV) zur Umsetzung immer anspruchsvollerer Rauchgasreinigungssysteme, vor allem in Kraftwerken und Müllverbrennungsanlagen.

In der Industrie- und Gebäudefiltration von feinen Stäuben wurden bislang häufig synthetische Medien mit elektrostatischer Ladung (Elektretfasern) oder Mikroglasfaserpapiere eingesetzt, da die geforderten Abscheidegrade



mit klassischen Vliesstoffen kaum erreicht werden. Elektretmedien bieten den Vorteil eines geringen Druckverlustes in Verbindung mit einer hohen Effizienz insbesondere im kritischen Partikelgrößenbereich zwischen 0,1 µm bis 0,8 µm. Der hohe Anfangswirkungsgrad dieser Elektretmedien wird aber nur im geladenen Zustand erreicht und kann je nach klimatischen Bedingungen deutlich variieren. Daher fordern aktuelle Normen den Nachweis einer hohen Effizienz im entladenen Zustand. Mit dem neuen Entwurf der prEN 779:2009 [4] „Partikel-Luftfilter für die allgemeine Raumlufttechnik – Bestimmung der Filterleistung“, liegt eine verstärkte Anforderung der rein mechanischen Filterleistung vor. Zur Bewältigung der vielfältigen Filtrationsaufgaben und zur Erfüllung der Forderung nach immer höheren Abscheidegraden ist die Entwicklung innovativer Filtermedien insbesondere für feine Partikelgrößen erforderlich. Ein besonderes Problem stellt die hochwirksame Abscheidung im Partikelgrößenbereich 0,01 µm bis 2,5 µm dar (Abbildung 1).

Die mechanische Staubabscheidung hat die Aufgabe feste oder flüssige Partikel möglichst vollständig abzuscheiden. Dies dient in erster Linie der Luftreinigung (z. B. in der Reinraumtechnik) bzw. der Luftreinhaltung (z. B. bei Abluftfiltern). Grundsätzlich dient ein Staubabscheider der Abtrennung von Partikeln (Aufgabegut), welche sich im sog. Rohgas befinden. Nach der Abscheidung spricht man vom Reingas, welches in der Regel noch mit einem gewissen Anteil restlicher Partikel belastet ist.

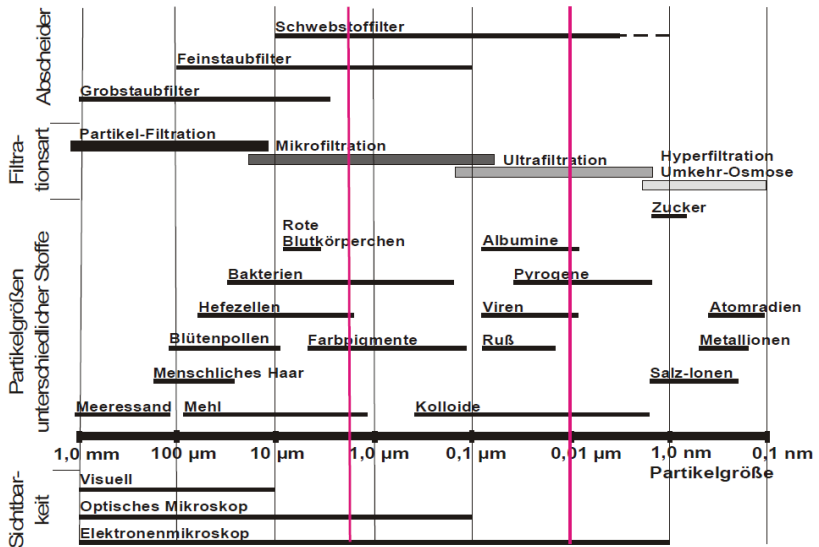
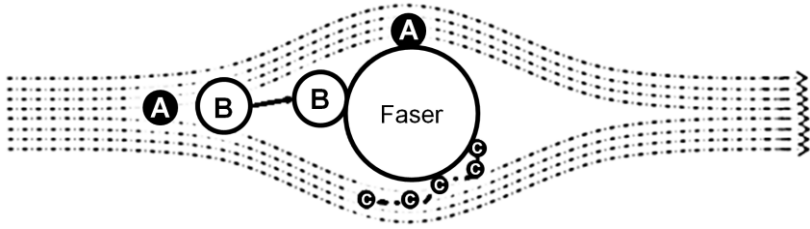


Abbildung 1: Typische Partikelgrößen, Filtrationsarten und Abscheider [5].

**Kritischer Partikelgrößenbereich 0,01 µm bis 2,5 µm rot markiert**

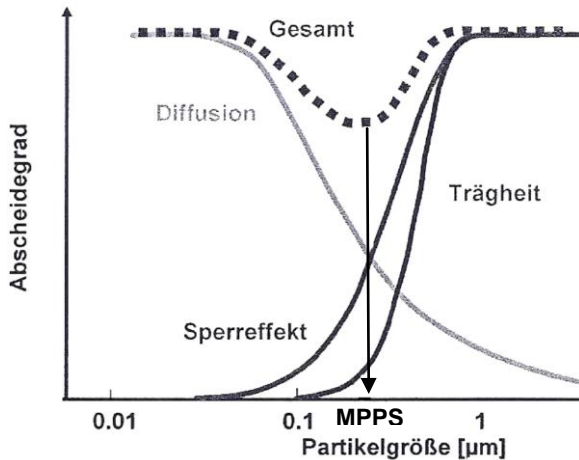
Man unterscheidet grundsätzlich zwei Arten der mechanischen Staubabscheidung: Oberflächen- und Tiefenfiltration. Während an Oberflächenfiltern die Staubabscheidung fast ausschließlich an der Oberfläche durch Ausbildung eines Filterkuchens stattfindet, erfolgt in Tiefenspeicherfiltern die Abscheidung der Teilchen im Inneren des Filtermediums an den Fasern und anderen Teilchen des Filterkuchens durch drei wesentliche Effekte (Abbildung 2): Sperrreffekt, Massenträgheits- und Diffusionseffekt.

Während der Einfluss der Diffusionsabscheidung vor allem im Submikrometerbereich der Partikel relevant ist, nehmen Sperr- und Trägheitseffekte mit zunehmender Partikelgröße zu.



**Abbildung 2: Bedeutendste Abscheidemechanismen von Partikeln an Fasern:**  
 A) Sperreffekt, B) Massenträgheitseffekt, C) Diffusionseffekt [6]

Der kritischste Bereich der Filtration wird durch die „Most Penetrating Particle Size“ (MPPS) beschrieben. Der Gesamtabscheidegrad zeigt in diesem Bereich sein Minimum, weil die Partikel bereits zu groß für die Diffusionsabscheidung sind, aber noch zu klein (leicht) für einen effektiven Massenträgheitseffekt. Eine idealisierte Fraktionsabscheidegradkurve ist in Abbildung 3 dargestellt.



**Abbildung 3: Diffusions-, Sperr- und Trägheitsabscheidung mit Gesamtabscheidekurve (gestrichelt). Das Minimum der Gesamtabscheidekurve befindet sich bei der MPPS [7]**

Viele Filtertests schreiben die Bewertung der Abscheideleistung genau im Bereich der Partikeldurchmesser zwischen  $0,1\ \mu\text{m}$  und  $0,8\ \mu\text{m}$  vor. Ergebnisse des *ITV* [42] sowie weiterer Quellen [25], die sich mit der verbesserten Filtrationseffizienz von Aerosol-Partikeln der MPPS beschäftigen, konnten deutliche Vorteile von Feinstfasern insbesondere bei einem progressiven Aufbau mit größeren Medien aufzeigen.

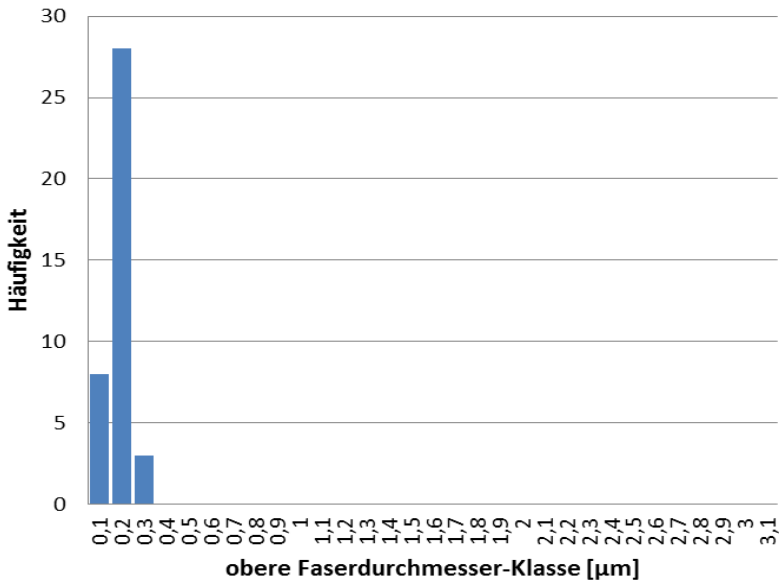
Neben diesen klassischen Abscheidemechanismen spielen, wie bereits erwähnt, elektrostatische Anziehungskräfte eine Rolle. Dieser Effekt wird bei Elektretmedien ausgenutzt, bei denen klassischen Filtermaterialien eine elektrostatische Aufladung erhalten, deren Wirkung jedoch je nach Polymer-Werkstoff und je nach Einsatzgebiet im Laufe der Lebensdauer stark variieren kann.

Für die Haftung der Partikel an der Faser sind *Van-der-Waals*-Kräfte und/oder elektrostatische Kräfte verantwortlich. In der Regel können Partikel, die mit einer Faser oder mit einem anderen, an eine Faser gebundenen Partikel in Kontakt kommen, als abgeschieden bezeichnet werden. Nur bei wenigen kritischen Materialien, extrem groben oder feinen Stäuben und sehr hohen Strömungsgeschwindigkeiten kann es wieder zur Ablösung kommen [8].

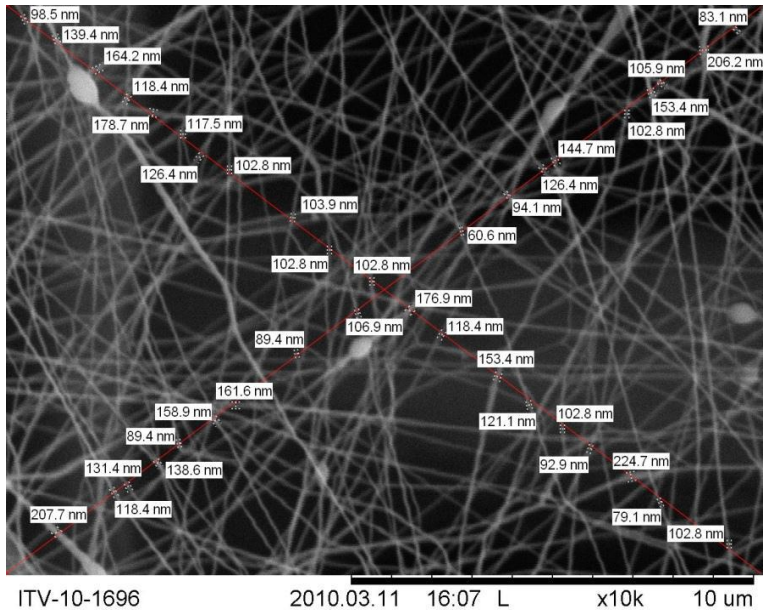
### **2.1.1 Oberflächenfiltration**

Eine zunehmende Zahl von Herstellern bieten Filterpatronen für die Gasfiltration an, bei denen ein konventionelles Filtermedium auf Basis des elektrostatischen Spinnens (Elektrospinnen) aus einer Polymerlösung heraus mit einer Feinstfaser-Auflage beschichtet wird. Die Faserbildung bzw. Verstreckung erfolgt dabei maßgeblich über elektrostatische Kräfte unter

dem Einfluss eines Hochspannungsfelds. Der nordamerikanischen Firma *Donaldson, Bloomington/Minnesota, USA* kommt mit Produkten im Bereich der Filtration dabei eine Vorreiterrolle zu [17]. Mit technischen Polymeren wie Polyamid 6 (PA6) werden mittlere Faserdurchmesser hinunter bis 50 nm mit einer engen Verteilung realisiert. Das Elektrosponnen liefert in wenigen Fällen auch mittlere Faserdurchmesser bis hinunter in den Nanometerbereich. Allerdings ist die Produktivität der Elektrosponnanlagen stark limitiert.



**Abbildung 4: Histogramm der engen Faserdurchmesserverteilung des Elektrosponn-Vlieses aus Abbildung 5. Der Median der Faserdurchmesserverteilung liegt bei ca. 0,12  $\mu\text{m}$ .**



**Abbildung 5: 10.000-fach vergrößerte REM-Aufnahme eines kommerziellen Elektrosplinn-Vlieses aus PA6**

Feinste Faserdurchmesser führen zu sehr geringen homogenen Porengrößen wie Abbildung 5 zeigt. Bei einer Staubbeaufschlagung können diese Poren sehr schnell verblocken und damit zu einer reinen Kuchenfiltration mit sehr hohem Druckverlust führen. Daher werden hier häufig nur geringe Faserauflagen  $< 1 \text{ g/m}^2$  auf einen Träger aufgetragen. Die Steifigkeit und Festigkeit derartiger Medien ist sehr gering, sodass Elektrosplinnvliese ausschließlich im Verbund mit stabileren und größeren Trägerschichten zum Einsatz kommen.

Für anspruchsvolle Filtrationsaufgaben werden heute meist Membranmaterialien verwendet. Diese haben speziell in der Flüssigfiltration zur Abscheidung feinsten Partikel und Keime eine wichtige Bedeutung. In der Oberflächenfiltration von Gasströmen werden sie meist

im Verbund mit sog. Nadelfilzen eingesetzt. Im Bereich der Polymer-Membranen sind insbesondere gereckte Folien aus dem Hochleistungskunststoff Polytetrafluorethylen (e-PTFE) bekannt. Derartige Materialien zeichnen sich durch feinste Poren im Submikrometerbereich mit homogener Verteilung aus. Membranen neigen bei bestimmten Partikelgrößen zur Verblockung, was zu einem sprunghaften Anstieg des Druckverlusts führt.

Verfestigte Feinstfasermedien haben in einigen Bereichen das Potenzial, die heute weit verbreitete Membrantechnologie zu ergänzen oder zu ersetzen. Vorteilhaft sind dabei die dreidimensionale Porenstruktur und der sortenreine Aufbau mit größeren Vliesstrukturen.

### **2.1.2 Tiefenfiltration**

Neben den Partikelgrößen des Filtrationsgutes sind Faserdurchmesser (-verteilung), Porosität (Packungsdichte) und Faserorientierung bzw. Gleichmäßigkeit des Filtermediums entscheidend für dessen Effizienz. Je feiner die Fasern werden, umso mehr Faseroberfläche steht pro Volumen zur Verfügung und desto wahrscheinlicher ist eine Kollision der Partikel mit den Fasern. Ob ein luftgetragenes Partikel an einer Faser abgeschieden wird, ist daher direkt vom Faserdurchmesser abhängig. Die Kollision kugelförmiger Partikel mit den Fasern durch Trägheit ist proportional zur sog. *Stokes-Zahl* [9]. Danach erhöht sich die Abscheideeffizienz mit zunehmender Größe und Masse der Partikel, höherer Anströmgeschwindigkeit und abnehmendem Faserdurchmesser.

Die Abscheideeffizienz feiner Partikel durch Diffusion ist proportional zum Kehrwert der sog. *Péclet-Zahl* [9]. Daraus lässt sich ableiten, dass der

Wirkungsradius der Diffusionsabscheidung mit abnehmender Partikelgröße, langsamerer Strömung und abnehmendem Faserdurchmesser zunimmt. Diese Theorien gelten zunächst nur für die Betrachtung einer Faser.

Es wird deutlich, dass sich eine Abnahme des Faserdurchmessers unabhängig von allen anderen Einflussfaktoren positiv auf die Abscheideeffizienz auswirkt. Der gegenläufige Zusammenhang von Partikelgröße und Strömungsgeschwindigkeit in den unterschiedlichen Abscheidemechanismen führt in der Staubabscheidung zu einem Tiefpunkt des Gesamtabscheidegrads für bestimmte Partikelfractionen (MPPS).

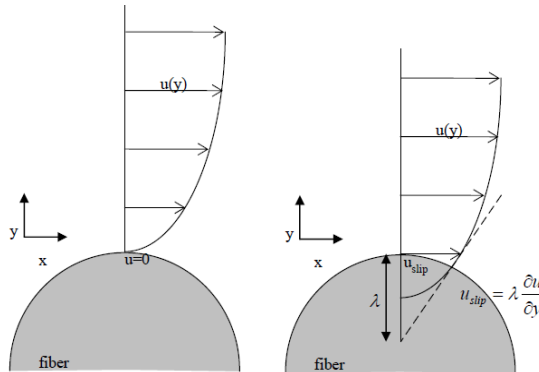
Das Faservolumen ergibt sich aus der Länge und dem Durchmesser der Faser, wobei der Durchmesser über die Faserquerschnittsfläche in zweiter Potenz eingeht. Für die Abscheidung sind viele feine Fasern sehr viel effektiver als nur wenige grobe Fasern pro Volumeneinheit. Weitere strukturelle Einflüsse wie Faserorientierung, nicht kreisförmiger Faserquerschnitt, Additivierung müssen zudem berücksichtigt werden.

Filtrationstheorien basierten bis vor wenigen Jahren auf der Annahme, dass eine kontinuierliche Strömung um die Faser herrscht, mit Haftung an der Faseroberfläche (Abbildung 6, links). Diese Theorie ist jedoch dann fehlerhaft, wenn die Faserdurchmesser klein genug werden, sodass die Bewegung der Luftmoleküle in Relation zur Fasergröße und des Strömungsfeldes signifikant werden (Abbildung 6, rechts). Der Gleiteffekt beschreibt eine reduzierte Luftreibung in der Grenzschicht zu Feinstfaserstrukturen gegenüber größerer Strukturen bei der Staubabscheidung und ist in der Literatur für seinen positiven Effekt bekannt [6, 10]. Gasbewegungen im Inneren mikroporöser Medien sind geprägt von sehr kleinen Abmessungen der sog. Transportöffnungen und dem daraus resultierenden starken Wandeinfluss. Unterschreiten die



Abmessungen der Poren oder Kanäle zudem die mittlere freie Weglänge der Moleküle, sind die konventionellen Grundgleichungen der Fluidodynamik nur noch eingeschränkt gültig. Die Gesetze der Gasbewegungen im so genannten *Knudsen-Bereich* müssen in diesem Fall für die Beschreibung der Strömung berücksichtigt werden [11].

Durch den Gleiteffekt ist die Geschwindigkeit der vorbeiströmenden Luft an der Faseroberfläche größer Null, dadurch wird Luftwiderstand an der Faser kleiner, was mit einem geringeren Differenzdruckniveau einhergeht.



**Abbildung 6: Tangentialgeschwindigkeit der Luft  $u(y)$  an der Faseroberfläche: links ohne und rechts mit Gleiteffekt [12]**

Die *Knudsen-Zahl* ( $Kn$ ) wird benutzt, um die molekularen Bewegungen der Luftmoleküle an der Faseroberfläche im Vergleich zum gesamten Strömungsfeld zu beschreiben.

$$Kn = \frac{\lambda}{r_F} \quad [-] \quad (1)$$

Dabei sind:

$\lambda$  Die mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle [nm]

$r_F$                       Radius der Faser    [nm]

Für Luft unter Normbedingungen ist  $\lambda \approx 70$  nm. Allerdings ist die freie Weglänge abhängig vom herrschenden Luftdruck, der in Filtrationsprozessen stark variieren kann. Es gibt demnach keine unmittelbare Aussage, ab welcher  $Kn$  der Gleiteffekt (engl.: „slip-flow“) relevant wird. In der Literatur [17] wurde beschrieben, dass unter Standardbedingungen ab  $Kn > 0,1$  und definitiv ab  $Kn \approx 0,25$  der Bereich der molekularen Bewegungen erreicht ist. Daher muss ab Faserdurchmessern  $\leq 0,50$   $\mu\text{m}$  mit dem signifikanten Einfluss des Effekts gerechnet werden. Aus diesem Grund sind Fasern in diesem Bereich prädestiniert für Filtrationsanwendungen [17] vor allem im Niederdruckbereich und der Vakuumtechnik.

Ein ideal homogener Filter mit zylindrischen Fasern im unbestaubten Zustand kann durch die drei Strukturparameter Faservolumenanteil  $\alpha$ , Faserdurchmesser  $d_F$  und Filterdicke  $z$  ausreichend charakterisiert werden [8].

Die Abscheideeffizienz  $E(d)$  eines Gesamtfilters kann beschrieben werden durch:

$$E(d) = 1 - \frac{c_{rein}}{c_{roh}} = 1 - \exp \left\{ - \frac{4}{\pi} \frac{\alpha}{(1-\alpha)} \frac{z}{d_F} e(d, v) \right\} \quad [-] \quad (2) \quad [9]$$

Dabei sind:

$c_{rein}$                       Partikelkonzentration nach der Abscheidung                      [-]

$c_{roh}$                       Partikelkonzentration vor der Abscheidung                      [-]

$\alpha$	Packungsdichte (Faservolumen / Filtervolumen)	[-]
$z$	charakteristische Länge, hier Filterdicke	[m]
$d_F$	kreisförmiger Faserdurchmesser	[m]
$e(d, v)$	Abscheideeffizienz der Einzelfaser (für jeden Mechanismus und alle Partikelgrößen)	[-]

Diese Formel kann zur grundsätzlichen Beschreibung der Zusammenhänge der Filtrationsmechanismen herangezogen werden. Eine exakte Berechnung realer Medien ist meist zu komplex, sodass häufig auf empirisch ermittelte Formeln und Konstanten zurückgegriffen wird. Neue Lösungsansätze bieten die Mikrostruktursimulation [6] in Verbindung mit hochauflösender Computertomografie.

Zusätzliche Betrachtungen des Druckverlusts ( $\Delta p$ ) führen zum Gesetz von Darcy:

$$\Delta p = K \cdot z \cdot \mu \cdot v \quad [\text{Pa}] \quad (3) \quad [9]$$

Dabei sind:

$K$	spez. Durchströmungswiderstand	[m <sup>-2</sup> ]
$\mu$	Gasviskosität	[Pa s] ( $\sim T^{0,74}$ )
$v$	Anströmgeschwindigkeit	[m/s]

Der Druckverlust eines ideal homogenen Filters ist in etwa:

$$\Delta p \sim \frac{\alpha^4}{d_F^2} \mu \cdot v \cdot z \quad [\text{Pa}] \quad (4) \quad [9]$$

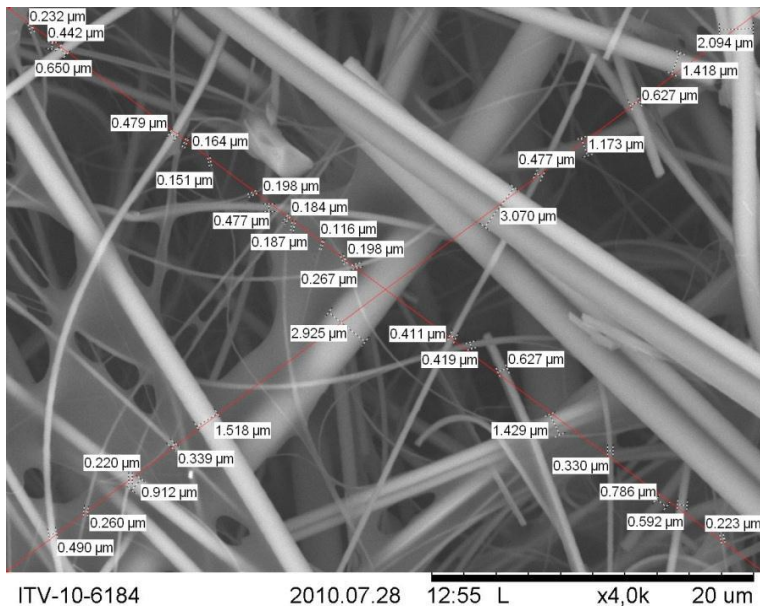
Diese Formel gibt konkrete Hinweise zur optimalen Konstruktion eines Filtermediums für Gase. Sie besagt, dass der Druckverlust mit Abnahme des Faserdurchmessers quadratisch ansteigt, jedoch mit Zunahme der Packungsdichte ( $\alpha$ ) in etwa mit der vierten Potenz steigt. Das bedeutet, dass unter rein energetischen Betrachtungen Luftfiltermedien möglichst mit feinen Fasern und geringer Verdichtung der Fasern aufgebaut sein sollten. Die Erhöhung der Filtrationseffizienz über eine Verfestigung z. B. durch eine Flächenkalandrierung ist daher nicht der optimale Weg zur Erreichung eines wirtschaftlichen Filtermediums. Die Dimensionsstabilität wurde dabei nicht berücksichtigt.

Die Tiefenfiltration kommt für industrielle Anwendungen mit hohen Abgasströmen bis zu 100.000 m<sup>3</sup>/h zum Einsatz [13]. Sie wird in der Regel bei einer geringen Staubbelastung (wenige mg/m<sup>3</sup>) und hohen Anströmgeschwindigkeiten eingesetzt. Die Lebensdauer eines Tiefenfilters ist sehr begrenzt, da eingelagerte Partikel zu einer Druckverlustzunahme führen die den Betrieb ab einem gewissen Punkt unwirtschaftlich machen, sodass der Filter ausgetauscht werden muss. Der gebrauchte Filter muss der Entsorgung zugeführt werden.

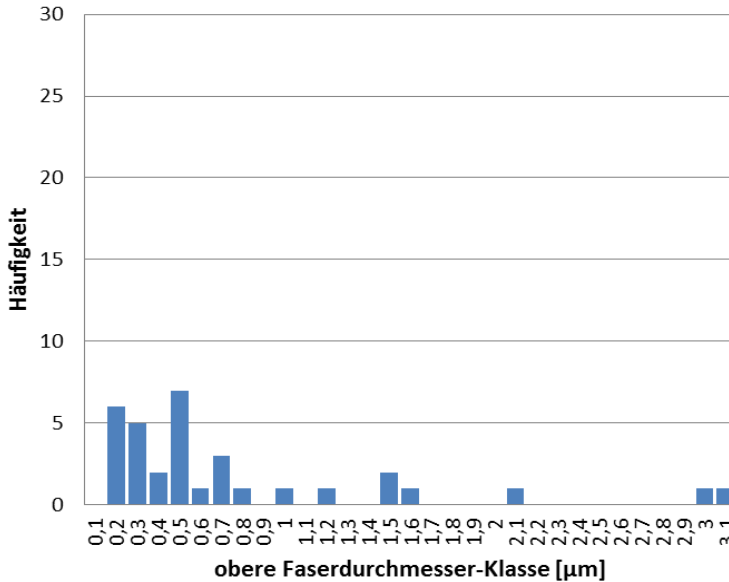
Zukünftig müssen Filtermedien aus synthetischen Materialien wie Polypropylen im entladenen Zustand gemessen und danach klassifiziert werden. In Folge dessen ist eine Kompensation durch eine gesteigerte mechanische Filterleistung zwingend erforderlich. Die Erhöhung der mechanischen Filtereffizienz (bei akzeptablem Druckverlust) ist nur durch die Reduzierung der Faserdurchmesser möglich. Die Ausbildung feiner Fasern und einer kontrollierten Faserdurchmesserverteilung und Vliesstruktur ist für effiziente Tiefenfilter unerlässlich. Nachträglich kann die Abscheideeffizienz des Filtermediums nur noch über Verfestigungs- und

Beschichtungsverfahren beeinflusst werden, die jedoch einen negativen Einfluss auf den Druckverlust haben.

Im Bereich der Feinstfiltration nach DIN EN 1822:2011 [14] kommen heute überwiegend Glasfasermedien zum Einsatz. Für hocheffiziente Tiefenfiltrationsprozesse werden diesen Mikroglasfaserpapieren gezielt Fasern in einem breiten Durchmesserspektrum zugemischt. In einem Nassvliesprozess werden diese wenige Millimeter langen Mikro- und Submikrometerfasern dispergiert, zu einer Fasermatte abgelegt und mittels eines Bindemittels verbunden. Die große Spannweite der kurzen Fasern im breiten Durchmesserbereich führt dann zu einer Filterstruktur wie in Abbildung 7 dargestellt.



**Abbildung 7: 4.000-fach vergrößerte REM-Aufnahme eines kommerziellen Glasfaserpapiers der Filter-Feinheitsklasse H13**



**Abbildung 8: Histogramm der breiten Faserdurchmesserverteilung des Glasfaserpapiers aus Abbildung 7**

Die groben Fasern führen zu größeren Poren im Glasfaserpapier und somit zu einem relativ geringen Druckverlust, zudem sorgen die groben Fasern für eine höhere Steifigkeit und Festigkeit. Die feinen Fasern sind mit ihrer hohen Oberfläche in der Diffusionsabscheidung sehr wirksam und im Gerüst der gröberen Fasern verteilt, sodass ein gutes Tiefenfiltermedium entsteht. Für Tiefenfiltrationsaufgaben ist eine breite Faserdurchmesserverteilung vorteilhaft, da auch die abzuschneidenden Partikel in einem breiten Größenspektrum vorkommen und dadurch eine effektive Tiefenfiltration stattfinden kann. Die breite Porengrößenverteilung bietet weiterhin den Vorteil einer erhöhten Schmutzaufnahmekapazität. Eine ähnlich breite Verteilung der Faserdurchmesser ist auch in Meltblow-Vliesstoffen zu finden.

## 2.2 Fasertechnologie

### 2.2.1 Abgrenzung zwischen Feinst- und Nanofasern

Im Zusammenhang mit Technologien zur Erzeugung feinsten Textilfasern wird häufig der Begriff „Nanotechnologie“ bzw. „Nanofaser“ verwendet. Dies gilt vor allem für Publikationen und Patente bzgl. der Elektrospinn-Verfahren, in denen z. T. auch Fasern mit Durchmessern oberhalb 1,0  $\mu\text{m}$  als Nanofasern bezeichnet oder willkürliche Grenzen bei  $< 0,5 \mu\text{m}$  oder  $< 0,3 \mu\text{m}$  gesetzt werden.

Die Vorsilbe „Nano“ wird in SI-Einheiten zur Angabe von  $10^{-9}$  verwendet, z. B. 1 Nanometer =  $10^{-9}$  Meter bzw.  $10^{-3}$  Mikrometer. Die Definitionen der neuen Strukturen und Technologien nach ISO/TS 80004-1 und -3 greifen seit Oktober 2010. Seit 2008 gilt bereits die Norm ISO/TS 27687, die Nanoobjekte als mindestens in eine Raumrichtung nanoskalig (1 - 100 nm) beschreibt. Die Nanofaser ist hierin als Objekt definiert, mit zwei gleich großen nanoskaligen und einer deutlich größeren dritten Dimension. Das größte Außenmaß muss demnach nicht nanoskalig sein [15]. Weiterhin wird ein Nanomaterial als ein Material beschrieben, das Partikel (hier Fasern) in ungebundenem Zustand, als Aggregat oder als Agglomerat enthält und bei dem mindestens 50 % der Partikel in der Anzahlgrößenverteilung ein oder mehrere Außenmaße im Bereich von 1 nm bis 100 nm haben [16].

Aus diesen Normen und Richtlinien geht hervor, dass die in dieser Arbeit beschriebenen Fasern zum Großteil nicht dem Bereich der „Nanofasern“ zuzuschreiben sind. Um diese neuen Faserstrukturen dennoch im Kontrast zu gängigen Mikrofasern zu beschreiben, wird hier der Terminus „Feinstfasern“ verwendet. Im englischen Sprachgebrauch wird häufig auch der Begriff „ultrafine fibers“ benutzt. Diese Begriffe beschreiben alle

Fasern im Durchmesserbereich zwischen 100 nm und 1,0  $\mu\text{m}$ . Der Begriff „Feinstfaser“ soll hier den in der Literatur [beispielsweise 17, 18] häufig verwendeten Terminus „Nanofaser“ ersetzen.

Elementar bedeutsam ist nicht die „Nanoskaligkeit“ der Objekte, sondern dass sich aus der Dimension der Feinstfasern neue Materialeigenschaften ergeben. Insbesondere in der Luftfiltration sind hier signifikante Effekte bekannt (siehe Kapitel 2.1.2). Die Faserfeinheit wird aufgrund der Dichteabhängigkeit des textilen Titers bevorzugt mikroskopisch ermittelt. Mikrofasern liegen üblicherweise in einem Bereich der Faserdurchmesser zwischen fünf und zwölf Mikrometer.

### 2.2.2 Einfluss der spezifischen Faseroberfläche

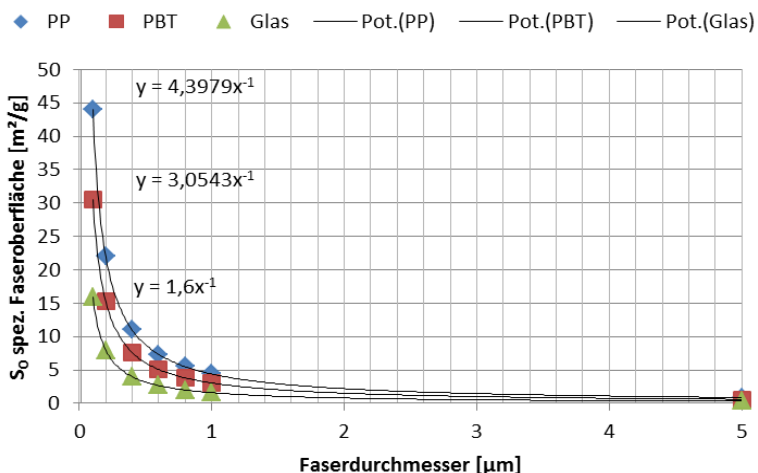
Da bei Fasern mit geschlossener Oberfläche und kreisförmigem Querschnitt der Faserdurchmesser die spezifische Faseroberfläche und die damit verbundenen Filtrationseigenschaften direkt determiniert, ist dessen mikroskopische Bestimmung maßgebend für die Charakterisierung von faserförmigen Filtermedien für die Staubabscheidung. Der Zusammenhang zwischen der spezifischen Faseroberfläche  $S_O$  [ $\text{m}^2/\text{g}$ ] und dem kreisförmigen Faserdurchmesser  $d_F$  [ $\mu\text{m}$ ] für eine Masse Polymer der Dichte  $\rho$  [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ] ergibt sich wie folgt:

$$S_O = \frac{4}{\rho \cdot d_F} \left[ \frac{\text{m}^2}{\text{g}} \right] \quad (5)$$

Ein Gramm eines Polypropylen (PP) Mikrofaservliesstoffes aus Fasern mit einem äquivalent runden Durchmesser von 5  $\mu\text{m}$  besitzt demnach eine



Faseroberfläche von 0,88 m<sup>2</sup>, wohingegen ein Gramm eines Vlieses aus Fasern mit einem Durchmesser von 0,1 µm eine enorme Faseroberfläche von ca. 44 m<sup>2</sup> aufweist. Abbildung 9 veranschaulicht den potenziellen Zusammenhang zwischen Faserdurchmesser und Faseroberfläche für PP, Polybutylenterephthalat (PBT) und Glas. Die um Faktor 2,75 geringere Dichte von PP gegenüber Glas und die direkte Auswirkung auf die Faseroberfläche wird darin ebenfalls deutlich sichtbar.



**Abbildung 9: Die Potenzfunktionen beschreiben den Zusammenhang zwischen Faserdurchmesser und Faseroberfläche für je ein Gramm PP, PBT und Glas**

### 2.2.3 Vliesstofftechnologie

Die Vliesstofftechnologie ist in der Textiltechnik dem Bereich der Flächenerzeugung zugeordnet. Vliesstoffe unterscheiden sich von den klassischen Materialien (Web-, Maschenwaren) in erster Linie dadurch,

dass sie ohne den Prozessschritt der Garnerzeugung hergestellt werden. Die textile Flächenbildung erfolgt hier ohne Umwege direkt aus dem Kunststoff oder der Faser. Meist werden Vliesstoffe im Kontrast zu Geweben beschrieben, was auch die englische Bezeichnung „Nonwoven“ verdeutlicht. In der Regel haben Vliesstoffe eine wirre Faserlage und somit ein tendenziell isotropes Materialverhalten, wohingegen Gewebe aufgrund der definierten Kett- und Schussfadenrichtung anisotrop aufgebaut sind.

Die offizielle Definition von Vliesstoffen ist in ISO 9092:2011 [19] festgelegt. Ein Vliesstoff ist darin definiert als ein aus Fasern gebildetes Flächengebilde, das auf unterschiedliche Weise verfestigt wurde. Vliesstoffe werden ohne jede Einschränkung aus Fasern hergestellt. Die Eigenschaften und Charakteristika von Vliesstoffen hängen zum großen Teil von der Art der eingesetzten Fasern ab. Dies können Naturfasern oder Chemiefasern, organischen oder anorganischen Ursprungs sein.

Neben den klassischen Trocken- und Nassvliesverfahren haben die Schmelzspinnverfahren in den letzten Jahren an Bedeutung gewonnen. Die Schmelzspinnverfahren werden unterschieden in Meltblow- und Spinnvliesverfahren. Beide Verfahren zeichnen sich dadurch aus, dass sie einen einstufigen Prozess abbilden, mit dem ein Vliesstoff direkt aus einem thermoplastischen Polymergranulat hergestellt werden kann. Es ist möglich, sowohl gängige thermoplastische Kunststoffe auf Erdölbasis, wie beispielsweise Polyolefine oder Polyester zu verarbeiten, als auch solche Kunststoffe aus erneuerbaren Rohstoffen, wie beispielsweise Polylactide. In den meisten Fällen wird der Kunststoff unter hohen Temperaturen in einer Extruderschnecke aufgeschmolzen und über eine Spinnpumpe einer Spinn Düse zugeführt. Neben den Rohstoffeigenschaften nehmen anlagenspezifische Verfahrensparameter Einfluss auf den Prozess.

Beim Spinnvliesverfahren wird das aus der Spinndüse extrudierte Polymer im Fadenbildungsprozess, ähnlich dem Filamentspinnen, direkt abgekühlt und durch räumlich nachgeordnete Injektordüsen mit kalter Luft abgezogen und verstreckt. Man unterscheidet hier zwischen Saug- und Druckluftverfahren. Die Kapillaren der Spinndüse sind dabei meist in einer mehrreihigen Matrix angeordnet. Nach Austritt aus den Injektordüsen werden die Filamente zumeist in verschlungener Form auf einem Förderband abgelegt und anschließend zu einem Vliesstoff verfestigt. Beim bekannten *Reicofil*-Verfahren sind die Injektordüsen als eine Flachdüse in der Breite der Spinndüse ausgeführt. Typische Faserdurchmesser liegen im Bereich von 20 µm oder darüber, mit einer engen Durchmesser-Verteilung. Der hohe Grad der Faserorientierung durch eine kontrollierte Verstreckung und die groben Faserdurchmesser sorgen für eine hohe mechanische Stabilität, im Vergleich zu Meltblow-Vliesstoffen.

Beim Meltblow-Verfahren ist die Spinndüse meist prismenförmig ausgeführt und die Kapillarbohrungen sind an der Prismenspitze in einer Reihe nebeneinander angeordnet. Die Verstreckung erfolgt über erhitzte Luft die in einem definierten Winkel von beiden Seiten der Spinndüse entlang des Prismas unmittelbar am Polymeraustritt zugeführt wird. Die Fasern werden im turbulenten Freistrahle verstreckt und verwirbelt und bilden anschließend ein Vlies, welches von einer Ablage direkt abgenommen oder verfestigt werden kann. Die Faserdurchmesser liegen üblicherweise in einem Bereich zwischen 1,0 µm und 10 µm. Die Streubreite der Faserdurchmesser ist in der Regel größer als bei Spinnvliesstoffen.

Im Hygiene- und OP-Sektor aber auch für Filtermedien werden häufig mehrlagige Aufbauten aus einem Schmelzspinnverbund sog. SMS-Vliesstoffe (Spinnvlies, Meltblow, Spinnvlies) hergestellt. Die

Spinnvliesstoffe sorgen dabei für die mechanische Stabilität und Abriebbeständigkeit, das feinfasrige Meltblow-Vlies für die Flüssigkeitsbarriere.

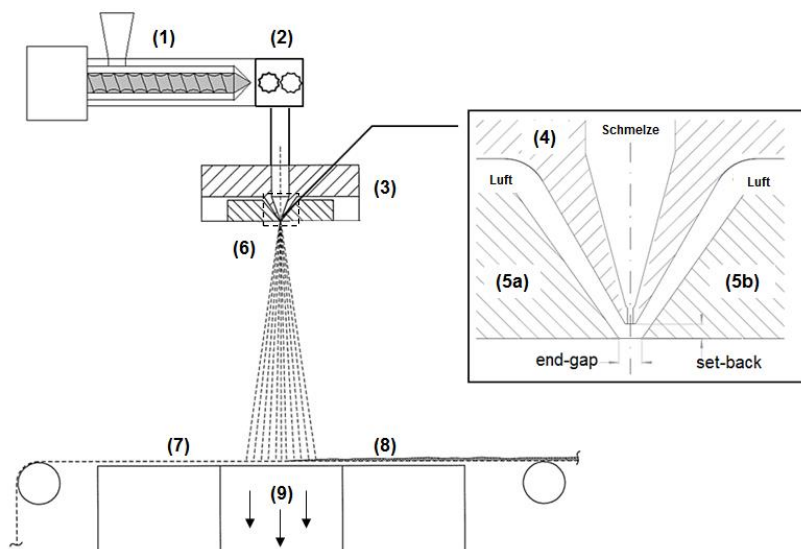
#### **2.2.4 Meltblow-Verfahren**

Das grundlegende Verfahren zur Produktion von Mikrofasern mittels Meltblow-Technologie geht auf einen Auftrag der amerikanischen Regierung in den frühen 50er Jahren zurück. An den *United States Army Chemical Warfare Laboratories* wurden unter der Leitung von *Van A. Wente* erstmalig synthetische Mikrofasern durch einen Schmelzblasprozess generiert. Die *Firma Exxon Mobil Corp.* erkannte die industrielle Bedeutung dieser Arbeit und patentierte und vermarktete Ende der 60er Jahren das funktionsfähige Prinzip unter der Bezeichnung „Meltblown Process“. Viele Firmen erwarben anschließend Lizenzen zur Herstellung kommerzieller Anlagen oder Produkte, darunter auch Firmen, die sich heute noch mit deren Weiterentwicklung beschäftigen, wie beispielsweise *Kimberly Clark, Procter & Gamble, E.I. Du Pont de Nemours, Mitsubishi Gas Chemical* und viele andere [20]. Die *Firma 3M, St. Paul/Minnesota, USA* entwickelte einen eigenen Prozess für die Mikrofaserverherstellung, was Ende der 70er Jahre zu dem bekannten Produkt „Thinsulate“ führte [21].

Es sind in den letzten Jahrzehnten unzählige Patente im Bereich der Meltblow-Verfahren sowohl im Maschinenbau als auch in der Verfahrenstechnik erteilt worden, die den innovativen Charakter und die wirtschaftliche Bedeutung dieser Technologie unterstreichen. Derzeit stehen neben der klassischen Technologie auch Bi- und Multikomponenten Fasern im Entwicklungsfokus.

Neben den großen deutschen Anlagenherstellern *Reifenhäuser (Reicofil) GmbH, Troisdorf, Deutschland* und *Oerlikon Neumag, Neumünster, Deutschland* sind im Wesentlichen noch hoch spezialisierte Firmen wie *Hills Inc., West Melbourne/Florida, USA* und *Biax Fiber System, Greenville/Wisconsin, USA* zu nennen.

Das klassische Meltblow-Verfahren ist in Abbildung 10 gezeigt.



**Abbildung 10: Prinzipieller Aufbau einer Meltblow-Anlage im Querschnitt. Die Detailansicht zeigt eine Zweistoff-Düsen Spitze nach dem Exxon Prinzip**

Es kann als Prozess beschrieben werden, in dem Kunststoffgranulat in einem Extruder (1) aufgeschmolzen und über eine Spinnpumpe (2) kontinuierlich einem Düsenpaket (3) zugeführt wird. Dieses Düsenpaket umfasst einen Schmelzeverteiler, Schmelzefilter, verschiedene Temperatur- und Druckmessfühler sowie eine Meltblow-Düse. Die Düse bildet das eigentliche Herzstück einer solchen Anlage und ist auch der entscheidende

Unterschied zu artverwandten Anlagen für die Filamentspinn- und Spinnvliesherstellung.

Die Schmelzedüse (4) (siehe Detailansicht in Abbildung 10) ist im Querschnitt meist prismenförmig nach dem *Exxon*-Prinzip ausgeführt und es befinden sich einreihig nebeneinander angeordnete Kapillarbohrungen in ihrer Spitze. Diese Bohrungen haben üblicherweise Durchmesser im Bereich von 0,2 - 0,4 mm und besitzen ein Längen-Durchmesserverhältnis  $L/d$  von 5 bis 15. Neben der Schmelzedurchsatzrate ist die Kapillaranzahl der entscheidende Faktor in Bezug auf die Produktivität und somit sehr wichtig für die Wirtschaftlichkeit einer Meltblow-Anlage. Industriell eingesetzte Düsen umfassen Kapillarbohrungen in einer enormen Anzahl von 30 - 50 Löchern pro Zoll (hpi). Die Düsen müssen aus einem hochlegierten Werkzeugstahl gefertigt sein, welcher starken Temperaturwechselbeanspruchungen über einen langen Zeitraum standhält.

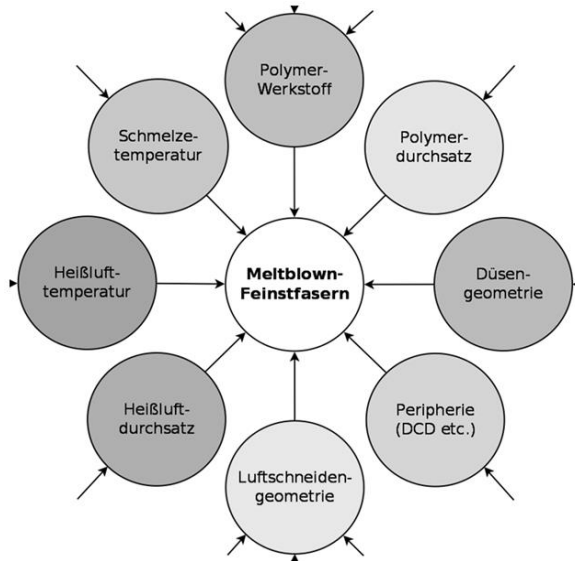
Die aus der Düse extrudierte Polymerschmelze wird unmittelbar nach Austritt von einem konvergierenden, temperierten Luftstrom der sog. „Primärluft“ (6) erfasst, welche sich unmittelbar nach Düsenaustritt mit der Umgebungsluft, der sog. „Sekundärluft“, mischt. Nach dem *Exxon*-Prinzip erfolgt die Anblasung über einen Winkel von ca.  $60^\circ$  ( $2 \times 30^\circ$ ). Dazu wird die Schmelzedüse (4) von den sog. Luftschneiden (5a und 5b) umschlossen. Diese bilden mit ihren definierten Abständen die Luftschneidengeometrie. In der Regel ist die Schmelzedüse gegenüber den Luftschneiden leicht zurück versetzt. Dieser Rücksprung wird mit dem englischen Begriff „set-back“ beschrieben. Den engsten Querschnitt der Konstruktion für die austretende Primärluft bildet somit der Austrittsspalt an der Düsenspitze, engl. „end-gap“, an dem die Primärluft die maximale Strömungsgeschwindigkeit aufweist (siehe Detailansicht in Abbildung 10).

Der Einlaufquerschnitt der Primärluft zwischen Luftschneiden und Schmelzedeuse-Flanken wird üblicherweise mit dem Begriff „air-gap“ beschrieben.

Die sich aus der Schmelze bildenden Fasern kühlen auf dem Weg zur Ablage ab und werden als verschlungene Fasern in Form eines Vliesstoffes (8) aufgefangen. Die Ablage erfolgt meist auf einer luftdurchlässigen Struktur wie einem Ablageband (7) oder einer Siebtrommel, die zusätzlich mit einem Unterdruck (9) versehen ist. Dies dient dazu, die Fasern auf der Ablage zu halten und überschüssige Primärluft abzuführen. Durch ein Besprühen geeigneter Trägerstrukturen lassen sich über das Meltblow-Verfahren auch dreidimensionalen Formkörper realisieren [22].

Zur Optimierung spezifischer Produkteigenschaften wie z. B. Längs- und Querfestigkeit, Luftdurchlässigkeit, Wassersäule oder Faserdurchmesser und -verteilung etc. bietet die Prozess- und Anlagentechnik vielfältige Parameter. Durch die hohe Turbulenz im Freistrah der Primärluft und den dadurch weitestgehend stochastisch geprägten Faserbildungsvorgang liefert das Meltblow-Verfahren üblicherweise sehr breite Faserdurchmesserverteilungen im Gegensatz zu Spinnvliesprozessen. Die Fasern sind in der Regel endlos, bis auf extreme Einstellungen, die zum Abriss und damit zu kurzen Faserbruchstücken führen. Neben den Polymer- und Prozessparametern der Extrusion sind zudem die Geometrien der Spinndeuse und der Luftschneiden von Bedeutung. Während des Faserbildungsprozesses im Freistrah sind die Schmelze- und Dehnviskosität, die Luftgeschwindigkeit und die Turbulenz sowie der Temperaturgradient maßgebend für eine störungsfreie Verstreckung. Die Faserbildung im Meltblow-Verfahren ist demnach von vielen Prozessparametern abhängig (siehe Abbildung 11), die ebenfalls

miteinander in Wechselwirkung stehen können. Für die Erzeugung von feinsten Fasern ist eine optimale Kombination dieser Einflussgrößen notwendig.



**Abbildung 11: Wesentliche Prozessparameter im Meltblow-Verfahren**

Zusätzlich zu den Prozessparametern sind die Polymereigenschaften maßgebend für die spätere Produktbeschaffenheit. Neben den kostengünstigen thermoplastischen Standardpolymeren wie Polyolefine oder Polyester kommen neuerdings auch hochpreisige Hochleistungspolymere wie beispielsweise Polyphenylsulfid (PPS) zum Einsatz. Des Weiteren ist die Verarbeitung von erneuerbaren und biologisch abbaubaren Materialien wie Polylactide (PLA) möglich. Neben den teilkristallinen Werkstoffen besteht die Möglichkeit amorphe Polymere wie beispielsweise thermoplastische Polyurethane (PUR), Polycarbonat (PC) oder Polystyrol (PS) zu verwenden. Auch die Modifikation der Materialien



über funktionelle Additive wie beispielsweise Silberpartikel für eine antibakterielle Wirkung oder Additive für die Fließverbesserung gewinnen zunehmend an Bedeutung. Da in Zukunft in allen Bereichen mit steigenden Rohstoffkosten gerechnet werden muss, steigt die Anforderung an die Verfahrenstechnik, möglichst effiziente Produkte zu realisieren.

### **Definition wichtiger Größen**

Der Polymerdurchsatz ist ein maßgebender Faktor für die Produktivität einer Meltblow-Anlage. Der Durchsatz pro Düsenbohrung bzw. Kapillardurchsatz  $\dot{m}_{h^o}$  [g/min] ergibt sich aus dem Polymerdurchsatz  $\dot{m}_p$  [g/min] der Anlage, geteilt durch die Anzahl Kapillarbohrungen  $h^o$ .

$$\dot{m}_{h^o} = \frac{\dot{m}_p}{h^o} \quad \left[ \frac{\text{g}}{\text{min}} \right] \quad (6)$$

Der Kapillardurchsatz hat einen großen Einfluss auf die Faserfeinheit, wie später zu diskutieren ist.

In der Textilindustrie ist die Faserfeinheit bzw. der Titer ( $Tt$ ) mit der Einheit Dezitex ( $dtex$ ) gebräuchlich. Die Einheit Dezitex steht dabei für Masse in Gramm pro 10.000 Meter Faserlänge. Mikrofasern sind definiert als Fasern mit einer Feinheit kleiner 1,0 dtex (bzw. auch  $< 1 \text{ den} = \text{g}/9.000 \text{ m}$ ). Die Beziehung zum kreisförmigen Faserdurchmesser  $d_F$  [ $\mu\text{m}$ ] für ein Polymer der Dichte  $\rho$  [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ] ist gegeben durch:

$$Tt = \frac{\pi}{400} \rho \cdot d_F^2 \quad \left[ \frac{\text{g}}{10.000\text{m}} = \text{dtex} \right] \quad (7)$$

Wie eingangs erläutert ist jedoch der mikroskopisch ermittelte Faserdurchmesser vorzuziehen, da dadurch die Dichteunterschiede der Materialien nicht berücksichtigt werden. Auch kann in Vliesstoffen der Titer nicht direkt bestimmt werden, da Einzelfasern nicht aus dem Faserverbund herausgelöst werden können.

Die Flächenmasse eines Vliesstoffes  $m_V$  ergibt sich aus dem Polymerdurchsatz dividiert durch die Ablagegeschwindigkeit  $v$  [m/min] und die Arbeitsbreite  $B$  [m] der Anlage.

$$m_V = \frac{\dot{m}_P}{v \cdot B} \quad \left[ \frac{g}{m^2} \right] \quad (8)$$

Da die dünnen Randabschnitte in der Regel entfernt werden, muss zusätzlich mit einem Korrekturfaktor (z. B. -5 %) gerechnet werden.

Aus der Fasermasse  $m_F$  [g] und dem Faserquerschnitt  $d_F$  [ $\mu\text{m}$ ] sowie der Dichte  $\rho$  [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ] ergibt sich die theoretische Faserlänge  $L_F$  einer Endlofaser.

$$L_F = \frac{m_F}{\rho \cdot d_F^2 \cdot \frac{\pi}{4} \cdot 10^{-6}} \quad [m] \quad (9)$$

Es genügt demnach bereits ein Gramm einer Endlofaser aus Polypropylen mit einem Faserdurchmesser von 0,19  $\mu\text{m}$  für eine Erdumspannung (ca. 40.000 km). Diese Formel unterstellt jedoch einen kreiszylindrischen und konstanten Faserdurchmesser. Für eine breite Faserdurchmesserverteilung wie im Meltblow-Verfahren kann die Faserlänge nur über einen Mittelwert des Faserdurchmessers (z. B. Median) geschätzt werden.

### 2.2.5 Verfahren zur Herstellung feiner Fasern

Aktuelle umwelttechnische Herausforderungen und der wirtschaftliche Drang nach innovativen Textilprodukten erfordern die ökonomisch sinnvolle Bereitstellung maßgeschneiderter Medien aus feinsten Polymerfasern. Die bis dato verfügbaren Technologien konnten das nicht leisten.

Das Meltblow-Verfahren wird seit vielen Jahren zur Erzeugung von Mikrofaservliesstoffen im Faserdurchmesserbereich von  $1,0\ \mu\text{m}$  -  $20\ \mu\text{m}$  eingesetzt. Aufgrund geringer Produktionskosten durch die Herstellung rein synthetischer Fasern und Flächengebilde im einstufigen, kontinuierlichen Prozess behaupten sich Meltblow-Vliesstoffe im konventionellen Filtrationsbereich, auch zunehmend im Wettbewerb mit Glasfaservliesstoffen, gewebten Textilien oder Papierprodukten. Aus verfahrenstechnischen Gesichtspunkten ist das heutige Meltblow-Verfahren im Bereich der Faserdurchmesser unterhalb  $1,0\ \mu\text{m}$  mit kontrollierbarer Faserdurchmesserverteilung jedoch stark limitiert.

Erste Publikationen [23] und Patente [24] zur Erzeugung von Submikrometerfasern bis  $0,5\ \mu\text{m}$  durch schichtweise aufgebaute Meltblow-Düsen entstanden Ende der 90er Jahre. Produkte oder Anlagen dieser Technologien sind jedoch bis heute nicht bekannt.

*Podórski* et al. publizierten im Juli 2006 mittlere Faserdurchmesser im Median bis  $0,6\ \mu\text{m}$ . Die Herstellung erfolgte dabei mit einer modifizierten Meltblow-Laboranlage [25]. Das Verfahren zur Bestimmung der Faserdurchmesser wurde jedoch nicht beschrieben und es sind keine aufbauenden Arbeiten bekannt, welche eine Umsetzung der Ergebnisse auf große Anlagen demonstrieren.

Die Firma *Hills, Inc, West Melbourne/Florida, USA* konnte im Februar 2007 die Erzeugung von Fasern mit einem mittleren Durchmesser von  $0,3 \mu\text{m}$  aus Polypropylen demonstrieren [26]. Dabei wurden extrem geringe Polymerdurchsatzraten in einer schichtweise aufgebauten Spinndüse mit einem sehr hohen L/d-Verhältnis der Kapillaren verarbeitet. Die im Patent [27] beschriebene Technologie zeigt Düsen im komplexen, modularen Aufbau von geätzten Platten, die schichtweise zusammengefügt werden. Dadurch entstehen vielfältige Designmöglichkeiten der Schmelzeverteilung und der Spinn Düsen. Die Produktivität wird dabei über eine hohe Anzahl Kapillarbohrungen pro Längenabschnitt ( $> 100 \text{ holes/Inch} \sim 4000 \text{ Kapillaren/Meter}$ ) sichergestellt. Für einen gleichmäßig verteilten Polymerfluss werden hohe Schmelzedrücke ( $> 100 \text{ bar}$ ) über das hohe L/d-Verhältnis der Kapillaren ( $> 100$ ) realisiert. Dies ist mit herkömmlichen Fertigungstechniken bei einem Kapillardurchmesser von  $< 0,3 \text{ mm}$  nicht möglich. Diese Technologie bringt jedoch einen erheblichen Aufwand seitens Fertigung und Betrieb mit sich. Es ist bislang nicht bekannt, dass diese Technologie kommerziell im Einsatz ist. Der Bereich der einsetzbaren Polymere ist auf sehr niederviskose Typen beschränkt. Ähnliche Düsenanordnungen sind auch in einer weiteren Patentschrift beschrieben [28]. Die Standzeit der Düsen ist nach eigener Einschätzung stark limitiert und Betrieb sowie Reinigung sehr aufwändig.

Von verschiedenen Firmen und Forschungseinrichtungen wurden Verfahren zur Erzeugung von Feinstfasern unter  $1,0 \mu\text{m}$  mittels Meltblow-Verfahren durch den Einsatz von mindestens zwei Schmelzeströmen publiziert [29, 30, 31]. Diese Bikomponenten-Meltblow-Verfahren bedürfen sehr komplexer Anlagentechnik, deren Herstellung zusammen mit der rheologischen Beherrschung verschiedener Schmelzeströme große Probleme bereiten

können. Auch die Verwendung zweier Polymere ist bei vielen Anwendungen nicht erwünscht. Bislang sind keine derartig hergestellten Produkte am Markt bekannt.

Des Weiteren wurden verschiedene Verfahren für eine extreme Beschleunigung der Primärluft und des Polymerstranges mittels Luftschneiden in Form von Lavaldüsen zur Herstellung feiner Meltblow-Fasern veröffentlicht [32, 33, 34, 35]. Der Nachweis über die Erzeugung von Feinstfasern oder Produkte dieser Technologien sind bislang nicht bekannt.

Parallel zu eigenen Arbeiten konnte die Erzeugung von PP-, PBT, und Polystyrol (PS) Vliesstoffen mit mittleren Faserdurchmessern bis zu  $0,3\ \mu\text{m}$  bei einer Standardabweichung von  $0,2\ \mu\text{m}$  demonstriert werden [36]. In diesem Umfeld wurde auch eine Dissertation [37] erstellt, die neben der Charakterisierung von Polyolefin-Block-Copolymeren auch die Verarbeitung dieser und anderer Polymere im Meltblow-Verfahren beschreibt. Die Herstellung erfolgte mittels einer Meltblow-Laboranlage mit nur einer Kapillare, in einem extrem hohen Bereich des Polymer-/Luftmassenverhältnisses. Es wurden hier erstmalig Störstellen in Form sphärischer Partikel im Meltblow-Verfahren beschrieben. Darauf aufbauende Arbeiten [18, 84] betrachten, wie in Kapitel 2.5.1 erläutert, den Einfluss rheologischer Aspekte mit dem amorphen Werkstoff PS in einem breiten Molekulargewichtsbereich. Alle Ergebnisse konnten bislang nur im Labormaßstab dargestellt werden und das Auftreten sphärischer Partikel lässt auf eine thermische Zersetzung der Polymere schließen, woraus ein instabiler Prozess resultiert.

Das *Nonwoven Research Laboratory der University of Tennessee in Knoxville (UTNRL)* publizierte im Jahr 2009 Ergebnisse, die in

Zusammenarbeit mit den Firmen *Arthur G. Russell Co. Inc., Bristol/Connecticut, USA* und *Hills, Inc, West Melbourne/Florida, USA* entstanden sind. An einer sechs Inch (ca. 150 mm) breiten Forschungsanlage ist es demnach gelungen mit den Werkstoffen PP, PBT und PET Vliesstoffe mit einem mittleren Faserdurchmesser von 0,4  $\mu\text{m}$  herzustellen [38]. Die Hochskalierung der Ergebnisse auf eine 20 inch (ca. 500 mm) breite Düse ist seither geplant [39].

Die Firma *Irema Filter GmbH* stellte im Frühjahr 2008 als erstes deutsches Unternehmen ein Verfahren zur Herstellung „integrierter Nanofasern“ vor [40]. Dabei werden nach Herstellerangaben feine Fasern über einen zweiten Spinnbalken mit herkömmlichen Meltblow-Fasern versprüht, um somit spezielle Tiefenfiltrationsmedien über Durchmessergradienten zu erzeugen. Es besteht eine Schutzrechtsanmeldung für ein entsprechend plissierbares Filtermedium [41]. Eigene Untersuchungen zeigten einen geringen Faseranteil im Submikrometerbereich.

Zeitgleich wurden am *ITV* erste Erfolge über die Herstellung von Submikrometerfasern mittels Meltblow-Verfahren veröffentlicht [42, 43], die auch Basis dieser Arbeit bilden.

Unter dem Begriff „Elektrospinnen“ ist eine Gruppe von Verfahren zum Spinnen von Fasern aus Polymerlösungen in ein elektrisches Feld bekannt. Diese Verfahren können Fasern im Submikrometer- und oberen Nanometerbereich erzeugen. Seit vielen Jahren wird auf dem Feld der Elektrospinn-Verfahren intensiv geforscht. Sowohl im Maschinenbau [44, 45] als auch auf Seiten der Vliesstoffproduzenten sind heute kommerzielle Lösungen umgesetzt. Weltweit ist eine stetig wachsende Anzahl an Forschungsaktivitäten in diesem Bereich zu verzeichnen. Speziell für Nischenmärkte mit sehr geringen Auflagegewichten, wie z. B. für die

Medizintechnik oder Hochtemperaturfiltration und überall dort, wo nicht schmelzbare Polymere verarbeitet werden, ist das Elektrospinn-Verfahren eine sinnvolle Technologie. Die entscheidenden Nachteile gegenüber dem Meltblow-Verfahren sind die geringe Produktivität, die hohen Risiken beim Umgang mit Lösemitteldämpfen und Hochspannung sowie die Beherrschung des Faserbildungsprozesses bei variierenden Polymerlösungen.

An verschiedenen Forschungsinstituten wird seit einigen Jahren an dem Aufbau einer Methode namens "Melt-Electrospinning" gearbeitet [46, 47, 48]. Hierbei erfolgt die Verstreckung thermoplastischer Polymere zu Fasern über Primärluft und ein zusätzlich eingebrachtes elektrisches Hochspannungsfeld. Aufgrund des relativ großen Aufwands und ihrer geringen Produktivität haben diese Verfahren den Zugang zu kommerziellen Anwendungen bislang noch nicht gefunden.

Neben Elektrospinnen sind in den letzten Jahren diverse alternative Verfahren entstanden. Diese sind noch sehr jung, sodass derzeit noch keine Einschätzung über deren zukünftige Bedeutung getroffen werden kann.

Als wirtschaftliche Alternative zum klassischen Elektrospinn-Verfahren wurde am *ITV* das „Zentrifugenspinnen“ [49] entwickelt. Da mit dieser Technologie Polymerlösungssysteme und keine Polymerschmelzen verarbeitet werden, wird diese Entwicklung parallel zum Feinstfaser Meltblow-Verfahren betrieben. Die Polymerlösung wird durch Zentrifugalkräfte über eine schnell rotierende Zentrifuge zu feinen Fasern verzogen. Diese Technik ist deutlich produktiver als das herkömmliche Elektrospinnen. Ein elektrostatisches Feld ist hier für die Faserbildung nicht notwendig, kann aber zur verbesserten Faserablage verwendet werden. Es lassen sich mit bestimmten Polymerlösungssystemen Fasern mit einem

mittleren Durchmesser zwischen 100 nm und 1,0  $\mu\text{m}$  realisieren, bei einem Auftrag von bis zu 1 kg/h/m, durch Einsatz von drei Zentrifugen auf einem Meter Arbeitsbreite.

Eine weitere Entwicklung zur Erzeugung feinsten Fasern aus Polymerschmelzen und -lösungen ist das sog. „Forcespinning“ der Firma *FiberRio Technology, McAllen, Texas, USA*. Dieses an die Herstellung von „Zuckerwatte“ erinnernde Aggregat geht auf ein patentiertes Verfahren zurück [50] und nutzt reine Zentrifugalkräfte für die Faserbildung. Ein großer Vorteil ist offensichtlich der geringe Energieverbrauch solcher Anlagen. Allerdings ist diese Technologie nach eigener Einschätzung derzeit hinsichtlich Produktivität, Substratauswahl und -dimension stark limitiert.

Durch Bikomponenten-Filamentspinnprozesse ist es heute ebenfalls möglich, feinste Filamentdurchmesser herzustellen. Zumeist wird hierfür die sog. „Island in the Sea“-Technik eingesetzt. Dabei wird das gewünschte thermoplastische Polymer zusammen mit einem Matrixpolymer versponnen. Da die Verfestigung der Filamente unter genau definierbaren Bedingungen zwischen Düse (ggf. Galetten) und Wickler stattfindet, ist es möglich, die Polymerketten stark zu orientieren, was zur hohen mechanischen Festigkeit der Filamente führt. In einem anschließenden Prozess wird die Matrix herausgelöst, wodurch sehr feine Einzelfilamente entstehen. Vorteil der in der Matrix gebundenen Filamente sind deren hohe mechanische Eigenschaften, sodass eine herkömmliche textile Weiterverarbeitung möglich ist. Im Anlagenbau bzw. in der Herstellung der komplexen Spinnpakete ist die Firma *Hills, Inc, West Melbourne/Florida, USA* weltweiter Technologieführer. Sie konnte Faserdurchmesser mit Polypropylen-Einzelfasern von 0,5  $\mu\text{m}$  in einer Polyvinylalkohol (PVA)



Matrix darstellen [51]. Das *ITV* konnte mit der *Hills*-Technologie bereits Einzelfasern im Bereich um 1,0  $\mu\text{m}$  demonstrieren [52]. Da die Erzeugung von Vliesstoffen aus Fasern dieser Technik jedoch in mehreren Stufen erfolgen muss und die Trennung der Einzelfilamente und der Matrix eine aufwändige Verfahrenstechnik benötigt, ist diese Technologie zur Herstellung von Feinstfaser-Filtermedien derzeit noch nicht von wirtschaftlicher Bedeutung. Das Feinstfaser Meltblow-Verfahren bietet hier eine wirtschaftlichere Alternative.

Heute werden für hocheffiziente Filtrationsanwendungen in erster Linie „Mikroglasfaserpapiere“ eingesetzt. Die Fasern werden dabei in sehr produktiven Verfahren aus der Glasschmelze hergestellt. Es sind reine Zentrifugen-Anlagen, aber auch luftgetriebene Verfahren und Anlagen mit Kombinationen aus Luft- und Zentrifugalkräften bekannt. Zudem werden Glasfasermedien häufig aus wässrigen Suspensionen ähnlich der Papierherstellung geformt. Zur Verbindung der Glasfasern kommen verschiedene Bindemittel wie Polyvinylalkohol, Acrylatbinder und Epoxidharz zum Einsatz. Vorteilhaft bleibt die hohe Temperaturbeständigkeit der Glasfasermedien, die oftmals nur durch das Bindemittel eingeschränkt wird. Zudem werden Glasfasermedien seit vielen Jahren erfolgreich in der Filtration eingesetzt, sodass ein großer empirischer Erfahrungsschatz insbesondere in der Mediengestaltung und Fasermischung besteht. Nachteile der Mikroglasfaserpapiere liegen in der geringen Faserlänge und der Versprödungs- und Faserbruchgefahr, was zur Emission lungengängiger, harter Glasfasern führen kann [53]. Diese Verfahren erfordern zudem einen enormen Energieeinsatz sowohl bei der Herstellung als auch bei der späteren Entsorgung.

Thermoplastische Werkstoffe hingegen können zumeist sortenrein im Spinnvliesverbund entsorgt werden. Der Energieeinsatz im Produktlebenszyklus beträgt nur ein Bruchteil von Glasfasermaterialien. Zusätzlich sind die hohe Dehnfähigkeit, niedere Massendichte, große Faserlänge, hohe Flexibilität und einfache thermische Verbindung (Schweißbarkeit) nutzbringende Eigenschaften dieser Medien. In Filtrationsanwendungen können zudem Elektret-Eigenschaften der Polymere ausgenutzt werden.

## 2.3 Thermoplastische Polymer-Werkstoffe

Grundsätzlich lassen sich die meisten thermoplastischen Werkstoffe, die für das Spinnen geeignet sind, auch im Meltblow-Verfahren verarbeiten. Neben den kostengünstigen Standardpolymeren wie Polyolefine oder Polyester kommen neuerdings auch hochpreisige technische Polymere wie beispielsweise Polyphenylensulfid zum Einsatz. Des Weiteren ist die Verarbeitung von erneuerbaren und biologisch abbaubaren Materialien wie Polylactide möglich. Auch die Modifikation der Materialien über funktionelle Additive wie beispielsweise Silberpartikel für eine antibakterielle Wirkung oder Additive für die Fließverbesserung gewinnen zunehmend an Bedeutung.

Wichtig ist eine geringe Viskosität der Polymere, da Meltblow-Düsen in der Regel aufgrund ihrer Konstruktion nur bedingt druckstabil sind. Polymere mit einer massenbezogenen Schmelzflussrate (Melt-Mass-Flow Rate - MFR) unterhalb ca. 50 g/10min sind mit herkömmlichen Düsen nicht mehr wirtschaftlich verarbeitbar.

### 2.3.1 Polypropylen

Innerhalb der großen Vielfalt von Polymeren nehmen die Polyolefine weltweit den größten Teil des Marktes ein. Der wichtigste Vertreter dieser Materialien ist hier Polypropylen (PP). Obgleich es schon in den frühen 50er Jahren von *Ziegler* und *Natta* entwickelt wurde und seit Mitte der 60er Jahre kommerziell hergestellt wird, zeigt PP immer noch eine mittlere Wachstumsrate von sechs Prozent [54], was auf das breite Anwendungsspektrum, die gute Verarbeitbarkeit und das Preis-Leistungsverhältnis zurückzuführen ist. Die *Chemical Market Associates*,

*Inc., Houston, Texas, USA* zeigten in ihrer Studie [55] nach Ende der Regression aufgrund der Wirtschafts- und Finanzkrise in der zweiten Hälfte 2009 wieder einen stetigen Anstieg der Nachfrage nach PP und Polyethylen (PE).

Konstantes Wachstum, neue Märkte und innovative Herstellungstechniken verlangen heute mehr denn je universell anpassbare Produkteigenschaften. Dieser Anspruch erklärt die kontinuierliche, intensive Forschung an PP, um die Synthetisierung und Verarbeitung effizienter zu gestalten und das Produktverhalten zu verbessern. Ein Durchbruch gelang vor einigen Jahren durch den Einsatz von Metallocen-Katalysatoren bei der Polymerisation von Polypropylen. Wegen des einzigartigen Aufbaus des Metallocens kann damit maßgeschneidertes PP synthetisiert werden, welches sich durch eine sehr geringe Polydispersität (PD) und verbesserte mechanische Eigenschaften auszeichnet. Nicht nur der Katalysator sondern auch die Reaktortechnik und die Polymerisationsbedingungen sowie die Parameter bei der thermoplastischen Verarbeitung nehmen entscheidenden Einfluss auf die späteren Eigenschaften von Produkten aus Polypropylen [56].

### ***Chemische Struktur und Morphologie***

Polypropylen ist das Polymerisationsprodukt von Propylen  $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3$  ( $\text{C}_3\text{H}_6$ ). Je nach sterischer Anordnung der Methyl-Gruppe in der Polypropylenkette wird zwischen isotaktischem, syndiotaktischem und ataktischem PP unterschieden. Isotaktisches Polypropylen (iPP) zeichnet sich durch einen stereoregulären Aufbau aus, die Methyl-Gruppen sind bei dieser Konfiguration regelmäßig zur selben Seite hin gerichtet [54].

Die Stereoregularität der Moleküle beeinflusst in starkem Maße die Kristallisationsneigung und die Gesamtkristallinität. Während ataktisches PP nicht kristallisierfähig ist, kristallisieren iPP und syndiotaktisches PP. In der Fasererzeugung und anderen technischen Prozessen kommt fast ausschließlich iPP zum Einsatz.

Die technische Herstellung von iPP erfolgt üblicherweise nach dem *Ziegler-Natta*-Verfahren durch Suspensionspolymerisation. Hierbei kommen titanaluminiumorganische Misch-Katalysatoren zum Einsatz. Die Polymerisationsbedingungen wie Konzentration des Katalysators, Temperatur und Monomerkonzentration beeinflussen das Molekulargewicht und die Molmassenverteilung. Für das teilkristalline iPP kann eine dreiegliederte Strukturhierarchie aufgestellt werden. Je nach Kristallisationsbedingungen können diese drei verschiedene Kristallmodifikationen und eine sog. smektische Phase annehmen. Aufgrund der Fähigkeit, verschiedene Kristallmodifikationen auszubilden, wird iPP als polymorph bezeichnet. In iPP Fasern, die bei hohen Spinnengeschwindigkeiten gesponnen wurden oder in verstreckten Fasern, wurden überwiegend Kristallite mit c-Orientierung gefunden, bei der die c-Achse der Elementarzelle mit der Vorzugsrichtung zusammenfällt [57]. Dies weist auf die starke Orientierung der Makromoleküle im Spinnprozess hin.

### ***Physikalische Eigenschaften***

Isotaktisches Polypropylen hat in seiner festen Phase bei 20 °C mit 0,91 g/cm<sup>3</sup> eine sehr geringe Dichte. Beim Aufheizen liegt der Schmelzbereich zwischen 156 °C und 170 °C, der Erweichungsbereich

zwischen 150 °C und 155 °C. Der Glasübergang findet bereits im Bereich zwischen 0 °C und 20 °C statt [58]. In technischen Prozessen ist PP nicht langfristig über 100 °C einsetzbar. In seiner vollständig schmelzflüssigen Phase bei z. B. 200 °C reduziert sich die Dichte auf ca. 0,75 g/cm<sup>3</sup>. Die Wärmeleitfähigkeit im festen Zustand liegt bei ca. 0,22 W/(m K) und die spezifische Wärmekapazität bei ca. 1,7 J/(g K).

Polypropylen ist beständig gegen aggressive Chemikalien und nimmt praktisch kein Wasser auf. Es ist jedoch empfindlich gegen UV-Licht [58]. Die für das Meltblow-Verfahren eingesetzten iPP liegen heute meist im Bereich der MFR zwischen 400 - 1800 g/10min. Damit handelt es sich um sehr niederviskose Homopolymere mit einem geringen Molekulargewicht.

Die extrem niederviskosen Materialien entstehen beim Einsatz von *Ziegler-Natta*-Katalysatoren dadurch, dass während der Polymerisation durch gezielte Zugabe von Peroxiden eine Degradation der Polymerketten stattfindet. Das Aufbrechen der Ketten führt somit zur Reduktion des Molekulargewichts ( $M_w$ ) und erhöht die MFR. Grund für den Einsatz extrem niederviskoser Polymere im Meltblow-Verfahren sind größtenteils Produktivitätsaspekte sowie die Energieeinsparung bei der Herstellung sehr feiner Fasern.

### **2.3.2 Polybutylenterephthalat**

Polybutylenterephthalat (PBT) ist ein teilkristalliner thermoplastischer Kunststoff. Es gehört zu den Polyestern und hat ähnliche Eigenschaften wie das weit verbreitete Polyethylenterephthalat (PET). Allgemein erfolgt die Polyestersynthese von PBT in einer Polykondensationsreaktion, hierbei wird (statt des Ethylenglykols bei PET) bei PBT 1.4-Butandiol verwendet.

### ***Physikalische Eigenschaften***

PBT wird wegen seiner hohen Festigkeit und Steifigkeit, seiner sehr hohen Maßbeständigkeit und guten Reibungs- und Verschleißigenschaften geschätzt. Zudem kristallisiert PBT schneller als PET und ist somit für Prozesse wie Spritzguss aber auch das Meltblow-Verfahren besser geeignet. Typische langfristige Einsatztemperaturen liegen im Bereich -50 bis 150 °C und damit deutlich oberhalb von PP. Bei Zimmertemperatur hat PBT eine Dichte von ca. 1,3 - 1,4 g/cm<sup>3</sup> und besitzt eine gute chemische Widerstandsfähigkeit gegen viele Lösemittel. Der Schmelzbereich liegt bei 220 °C - 225 °C, der Glasübergang der amorphen Phase findet zwischen 50 - 60 °C statt. Die Wärmeleitfähigkeit liegt bei ca. 0,27 W/(m K) und die spezifische Wärmekapazität bei ca. 1,5 J/(g K). [58]. Ein deutlicher Nachteil ist der hohe Preis im Vergleich zu PP und PET.

Die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten PBT-Typen sind niedrigviskose, leicht fließende thermoplastische Formmassen. Diese eignen sich insbesondere für die Herstellung mechanisch und thermisch hoch belasteter Produkte im Meltblow-Verfahren. Da alle Polyester in ihrer viskosen Phase sehr reaktionsfreudig mit Wasser sind, müssen sie vor der Verarbeitung getrocknet werden und während der Verarbeitung vor Kontakt mit feuchter Luft geschützt werden.

#### **2.3.3 Molekulargewicht und Kristallisation**

Mit steigender Kettenlänge (rel. Molekülmasse) nimmt die Zahl der Verschlaufungen der einzelnen Makromoleküle untereinander zu. Dadurch wird besonders deren Beweglichkeit (Ableiten voneinander) in der Schmelze behindert. Die Viskosität steigt an. Durch diese

Bewegungsbehinderung wird auch die Kristallitbildung erschwert, so dass mit höherer rel. Molekülmasse der kristalline Anteil zugunsten des amorphen abnimmt [59]. Bei polymeren Werkstoffen ist die molare Masse mit der Kettenlänge verknüpft. Zur Angabe der Molmasse von Polymeren sind verschiedene Mittelwerte definiert. Meist wird das mittlere Gewicht der Molmasse ( $M_w$ ) verwendet, daneben ist auch das Zahlenmittel der Molmasse ( $M_n$ ) gebräuchlich.

Physikalische, mechanische und rheologische Eigenschaften werden oft durch die Polymolekularität (das Verhältnis von Gewichtsmittel zu Zahlenmittel) beeinflusst. Dieses Verhältnis wird häufig auch Polydispersität ( $Q$ ) genannt:

$$Q = \frac{\overline{M}_w}{\overline{M}_n} \quad [-] \quad (10)$$

Je kleiner dieser Wert ist, desto einheitlicher ist das Polymerisat und umso enger ist die Molmassenverteilung. Der Herstellungsprozess der Polymer-Werkstoffe bedingt, dass die relativen Molekülmassen der Makromoleküle unterschiedlich groß sind und keinen einheitlichen Wert aufweisen, sondern eine mehr oder weniger breite Verteilung vorliegt.

Es sind verschiedene Berechnungsmodelle bekannt, die es erlauben auf Grundlage der über Rheometrie ermittelten Viskositätsfunktion Rückschlüsse auf Molekulargewicht und Molekulargewichtsverteilung von Stoffen zu ziehen. Einen bekannten Korrelations-Ansatz bietet beispielsweise das *Carreau-Winter-Model*. In diversen Literaturstellen wird auch der direkte Zusammenhang zwischen  $M_w$  und Viskosität bzw. MFR beschrieben [60, 61].



Aus der Literatur [62] sind für das Spinnvliesverfahren mit Polypropylen folgende Zusammenhänge bekannt: Die Spinnbarkeit sinkt bei einer breiten Molekulargewichtsverteilung. PP-Typen mit geringer Polydispersität können mit hohen Extrusionstemperaturen und hohem Luftvolumenstrom gesponnen werden. Bei hohem Luftvolumenstrom fangen PP-Typen mit breiter bis mittlerer Molekulargewichtsverteilung an zu vibrieren und abzubrechen, dadurch variiert der Faserdurchmesser stärker.

Der Kristallinitätsgrad bezeichnet den Anteil eines teilkristallinen Feststoffes, der nicht amorph ist. Bei Polymeren hängt der Kristallinitätsgrad vor allem von der thermischen Vergangenheit des Materials ab. Tempern kann die Kristallinität erhöhen. Die Polymerketten können sich dann besser ordnen. Methoden zur Bestimmung der Kristallinität bei Polymeren sind Differential Scanning Calorimetry (DSC), Dichtemessung, Röntgenbeugung, IR-Spektroskopie oder Kernspinresonanzspektroskopie (NMR). Die verwendete Einheit der Kristallinität hängt von der Messmethode ab. Üblicherweise werden Kristallisationsgrade, wie in Tabelle 1 gezeigt, gewichtsbezogen angegeben.

**Tabelle 1: Kristallisationsgrad und Dichte von iPP und PBT [59]**

Polymer-Werkstoff	Üblicher Kristallisationsgrad (%)	Dichte (g/cm <sup>3</sup> )		
		kristallin	amorph	üblich
Polypropylen (überwiegend isotaktische Ketten)	70-80	0,95	0,85	0,905
Polybutylenterephthalat	40-50	-	-	1,3

Mit wachsendem Kristallisationsgrad steigen Dichte, Elastizitätsmodul, Zugfestigkeit, Härte, Beständigkeit gegen Lösungsmittel, Wärmeleitfähigkeit und Schmelzwärme. Es verringern sich dagegen

Verstreckbarkeit, Volumen, Kompressibilität, Permeation von Gasen und Dämpfen und Lichtdurchlässigkeit.

Tabelle 2 zeigt, dass die Temperatur  $T_{pc}$ , die zur Kristallisation gebraucht wird, deutlich unterhalb der Schmelztemperatur  $T_{pm}$  liegt. Das Aufschmelzen ist die Umwandlung von teilkristallinen festen Strukturen in einen flüssigen amorphen Zustand. Da neben dem Erwärmen zusätzliche Energie für das Aufschmelzen verbraucht wird, spricht man hier von einer endothermen Reaktion. Die Kristallbildung ist exotherm, da die kristalline Anordnung einen Zustand geringer Energie darstellt. Die Kenntnis dieser Temperaturbereiche ist sowohl für die Extrusion als auch für die Faserbildung sehr wichtig.

**Tabelle 2: Schmelz- und Kristallisationsbereiche gemessen im DSC, Heiz-/Kühlrate: 10 °C/min [59]. Index: m = Schmelzen, c = Kristallisieren;  $T_p$  = Peakmaximum,  $T_{ei}$  = extrapolierte Anfangstemperatur,  $T_{ef}$  = extrapolierte Endtemperatur**

Material	Schmelzen, T (°C)			Kristallisieren, T (°C)		
	$T_{eim}$	$T_{pm}$	$T_{efm}$	$T_{efc}$	$T_{pc}$	$T_{eic}$
PP	154	165	170	112	115	120
PBT	218	223	226	199	194	186

Die Kristallisation wird durch die Keimbildung eingeleitet. Die freie Keimbildungsenthalpie nimmt mit zunehmendem Kristallisationsgrad ab. Die optimale Wachstumsgeschwindigkeit liegt lt. Literatur [59] zwischen den Grenzen der Glasübergangstemperatur und der Schmelztemperatur vor. Für PP liegt die Temperatur der maximalen Kristallisationsgeschwindigkeit bei ca. 77 °C, wobei die maximale Kristallwachstumsgeschwindigkeit dabei ca. 0,556 nm/s ( $v_{max}$ ) beträgt [63].

Auch für niederviskose Polymer-Typen für das Meltblow-Verfahren sind die thermischen Eigenschaften in der Literatur beschrieben [37]. Das in

Tabelle 3 zeigte PP ist ein isotaktisches PP (3746G von *Exxon*) mit einer MFR von 1500 g/10min (bei 230 °C). Weiterhin werde Werte der PBT-Type *Celanex 2008* des Herstellers *Ticona* (MVR 350 cm<sup>3</sup>/10min bei 260 °C) angegeben.

**Tabelle 3: Kristallisations- und Schmelzkennwerte von Polymeren für das Meltblow-Verfahren gemessen im DSC, Heiz-/ Kühlrate: 10 °C/min [37].  $T_{pm}$  = Schmelztemperatur,  $T_{pc}$  = Kristallisationstemperatur  $T_{pg}$  = Glasübergangstemperatur**

Material	$T_{pm}$ (°C)	$T_{pc}$ (°C)	$T_{pg}$ (°C)
PP	170	118	-2
PBT	230	190	35

Es wird deutlich, dass die in der Literatur beschriebenen Kristallisationstemperaturbereiche auch für die sehr niederviskosen Meltblow-Polymer-Typen zutreffen. Damit liegt eine wichtige Information über die Verstreckgrenze der Materialien für künftige Versuche vor.

## 2.4 Fließigenschaften von Polymeren (Rheologie)

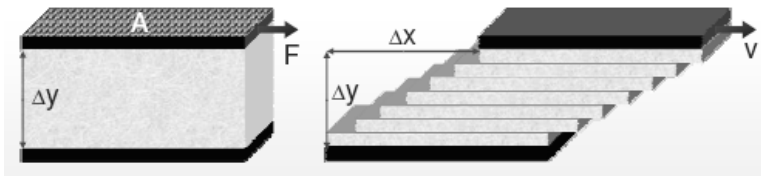
Eine natürliche Begrenzung der Spinnengeschwindigkeit und des Filamentdurchmessers ist die instabile Deformation der Polymerschmelze. Zusätzlich spielen die Ungleichmäßigkeit der Schmelze, die Variation der Extrusionsrate, die Verstreckgeschwindigkeit und die rheologischen Eigenschaften des Polymers eine entscheidende Rolle. Ein ungleichmäßiger Polymerfluss aus der Düse kann zum Abriss des Schmelzestrangs (Schmelze-, Kapillarbruch) führen, was einen kontinuierlichen, gleichmäßigen Prozess verhindert. Bei der Verarbeitung von Polymerschmelzen in Schmelzspinnprozessen ist die Scher- und

Dehnviskosität der Materialien ein entscheidender Faktor. Daher ist das Verständnis des rheologischen Verhaltens der Polymerschmelzen für deren Verarbeitung sehr wichtig.

Rheologie beschreibt die Wissenschaft, die sich mit der Deformation und dem Fluss von Materialien (fester, gasförmiger oder flüssiger Phase) unter Spannungseinfluss beschäftigt. Die Rheologie eines Polymers entscheidet letztendlich über dessen Verarbeitbarkeit und Formbarkeit bei der Herstellung kommerzieller Produkte. Sie hilft dabei die Fließeigenschaften von Stoffen aus praktischen Gesichtspunkten zu untersuchen. Die wichtigste Kenngröße zur Charakterisierung des Fließverhaltens eines Stoffes ist die Viskosität.

Die Viskosität oder die Zähigkeit eines Stoffes ist ein Maß für den inneren Widerstand gegen eine Kraft, die während des Fließens ständig wirkt. Sie beschreibt das Fließverhalten eines Stoffes. Während die Viskosität von Fluiden wie Wasser oder Öl (*Newton'sche* Fluide) unabhängig von der Art und Geschwindigkeit einer zugeführten Deformation konstant bleibt, zeigen Polymerschmelzen und -lösungen (*Nicht-Newton'sche* Fluide) in der Regel ein deutlich komplexeres Fließverhalten. Neben der deformationsabhängigen Viskosität sind bei Polymerschmelzen zudem Fließanomalien wie der *Weissenberg-Effekt* („Das Fluid steigt an einem rotierenden Stab empor“) oder die Strangaufweitung festzustellen. „Bei Temperaturerhöhung über den entropie- und gummielastischen Bereich beginnt nach Aufschmelzen etwaiger kristalliner Bereiche der Fließbereich, in dem die Kunststoffe vollständig amorph als Schmelze vorliegen. Durch die zunehmende Beweglichkeit der Makromoleküle werden Verschlaufungen und Nahordnungen leichter gelöst und Moleküle können voneinander abgleiten“ [59].

Die Rheometrie dient der Charakterisierung des rheologischen Verhaltens. Die Kunststoffindustrie ist bis heute der Technologiezweig, der sich am intensivsten mit rheologischen Aspekten beschäftigt. Rheometer sind Messgeräte, die zur Bestimmung rheologischer Kenngrößen eingesetzt werden. Die meisten Rheometer sind auf Basis der Scherdeformation aufgebaut. Es werden Größen wie Krafteintrag, Druckverlust und Drehmoment bestimmt, die in direktem Zusammenhang zur Schergeschwindigkeit stehen.



**Abbildung 12: Einfaches Schermodell zwischen zwei Platten [64]**

Die einfachste Form der Scherung findet zwischen zwei Platten statt, von denen eine bewegt wird (Abbildung 12). Bleibt der Abstand ( $\Delta y$ ) zwischen den Platten dabei konstant und bewegt sich die Platte mit der Auslenkung ( $\Delta x$ ), so kann die einheitenlose Deformation als

$$\gamma = \frac{\Delta x}{\Delta y} \quad \left[ \frac{m}{m} \right] \quad (11)$$

beschrieben werden. Wenn sich die Platte mit einer konstanten Geschwindigkeit ( $v$ ) bewegt, so ist die Scherrate oder Schergeschwindigkeit ( $\dot{\gamma}$ ):

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dy} = \frac{d\gamma}{dt} \quad \left[ \frac{m}{m \cdot s} = s^{-1} \right] \quad (12)$$

Die dabei benötigte Kraft ( $F$ ) zur Verschiebung der Platte über eine definierte benetzte Fläche ( $A$ ) wird beschrieben mit der Schubspannung ( $\tau$ ):

$$\tau = \frac{F}{A} \quad \left[ \frac{N}{m^2} = Pa \right] \quad (13)$$

Fluide mit geringem Molekulargewicht und einer einzigen flüssigen Phase sind in der Regel *Newton'sche* Fluide. Für diese Fluide ist die Schubspannung proportional zur Schergeschwindigkeit unter Berücksichtigung der konstanten dynamischen Viskosität ( $\eta$ ):

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad [Pa] \quad (14)$$

Die Viskosität von *Newton'schen* Fluiden ist im Unterschied zu *nicht-Newton'schen* Fluiden nur vom Aggregatzustand und der Temperatur abhängig, jedoch nicht von der Scherrate. Die dynamische Viskosität berechnet sich dann wie folgt:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad [Pa \cdot s] \quad (15)$$

#### 2.4.1 Nicht-Newton'sche Fluide

Viele Materialien sind jedoch nicht durch das einphasige *Newton'sche* Modell zu beschreiben. Der häufigste Fall eines *nicht-Newton'schen* Fluids

ist das scherverdünnende Verhalten, was bedeutet, dass mit zunehmender Scherrate die Viskosität abnimmt. Man spricht hier auch von Strukturviskosität. Dadurch wird bewirkt, dass die Schubspannung mit zunehmender Schergeschwindigkeit abnimmt. Man benötigt also weniger Kraft zur Verformung des Fluids, was bei der Verarbeitung sehr willkommen ist.

Beaufschlagt man ein rein viskoses Medium mit einer Kraft, so wird dieses mit einer permanenten Deformation reagieren bis zur völligen Dissipation der eingebrachten Energie. Ein ideal elastisches Material hingegen wird sich reversibel deformieren und die eingebrachte Energie vollständig speichern. Bei viskoelastischem Verhalten spaltet sich die eingebrachte Energie in einen viskosen und elastischen Anteil auf. Ursachen für viskoelastisches Verhalten im Falle von Polymerschmelzen oder -lösungen ist zurückzuführen auf die Verschlaufungen langer Polymerketten ineinander.

#### **2.4.2 Online-Kapillarrheometrie**

Für ein kontrolliertes Meltblow-Verfahren spielt das rheologische Verhalten des Polymers eine entscheidende Rolle. Zur Bestimmung des Fließverhaltens einer Polymerschmelze kann an einem Bypass des Extrusionskanals ein Kapillar-Rheometer installiert werden. Dieses besteht grundsätzlich aus einer austauschbaren Kapillare definierter Abmessungen in Kombination mit einer Druckmessstelle unmittelbar vor dem Einlauf in diese Rheometerdüse. Über einen definierten Volumenstrom, z. B. durch eine Spinnpumpe erzeugt und den auftretenden Druckverlust über die Kapillare kann die „scheinbare Viskosität“ berechnet werden. Grundlage für

die Bestimmung der Schmelzeviskosität in Kapillar-Rheometern ist die *Hagen-Poiseuille'sche* Strömungsformel:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\Delta p \cdot r}{2 \cdot L} : \frac{4 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot r^3} = \frac{\pi \cdot \Delta p \cdot r^4}{8 \cdot \dot{V} \cdot L} \quad [Pa \cdot s] \quad (16)$$

Dabei sind:

$\Delta p$	wirksame Druckdifferenz	[Pa]
$L$	Kapillarlänge	[m]
$r$	Kapillarradius	[m]
$\dot{V}$	Extrusionsvolumen pro Zeiteinheit	[m <sup>3</sup> /s]

Das Gesetz gilt nur für laminare Strömungen und ein parabolisches Strömungsprofil. Um die wahre Viskosität zu kalkulieren, müssen verschiedene Korrekturverfahren durchgeführt werden.

Die *Weissenberg-Rabinowitsch*-Korrektur berücksichtigt das strukturviskose Verhalten der Schmelze. Der Gradient der Geschwindigkeitsänderung vom Düsenmittelpunkt zur Wand ist proportional zur Schergeschwindigkeit. Polymere Stoffe zeigen insbesondere bei hohen Volumenströmen einen wesentlich größeren Geschwindigkeitsgradienten in Düsenwandnähe als *Newton'sche* Fluide. Die Schergeschwindigkeit eines strukturviskosen Stoffes ist an der Wand also größer als die Schergeschwindigkeit eines *Newton'schen* Fluids. Daher wird die errechnete scheinbare Schergeschwindigkeit niedriger eingeschätzt als die wahre und infolge dessen wird die Viskosität zu hoch eingeschätzt. Daher wird nach *Weissenberg-Rabinowitsch* folgender Ansatz vorgeschlagen:



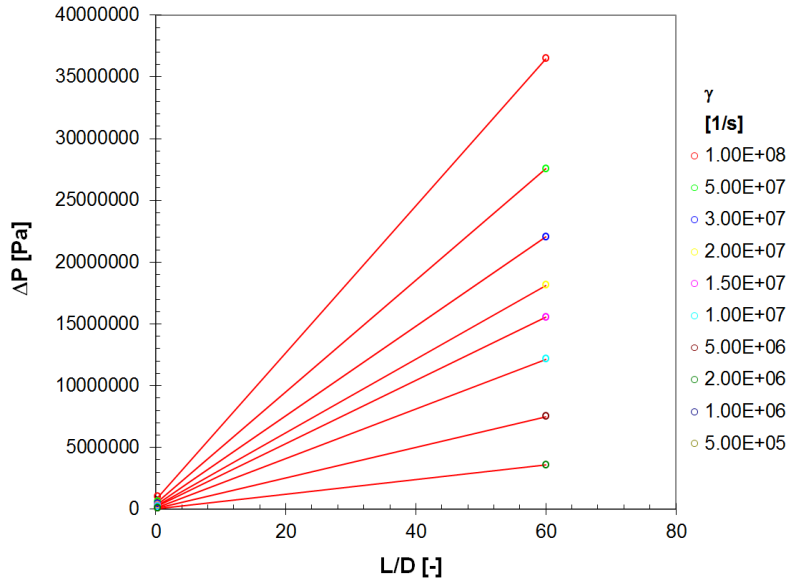
$$\dot{\gamma} = \frac{(3 \cdot n + 1)}{4 \cdot n} \dot{\gamma}_a \quad [s^{-1}] \quad (17)$$

Dabei sind:

$n$	Fließexponent: Tangentensteigung der wahren Scherbelastung als Funktion der scheinbaren Schergeschwindigkeit in doppeltlogarithmischer Auftragung	[-]
$\dot{\gamma}_a$	scheinbare Schergeschwindigkeit	[ $s^{-1}$ ]

Beim Eintritt der Schmelze in die Kapillare treten zudem Einlaufeffekte auf. Die laminare Strömung in der Kapillare muss sich zunächst ausbilden. Dafür ist eine entsprechende Einlaufstrecke erforderlich. Beim Übergang vom großen Kanaldurchmesser hin zur Kapillare wird die Schmelze eingeschnürt. Dadurch entstehen Impulsverluste, die in einen gemessenen Druckverlust mit eingehen.

Erkennbar und korrigierbar werden die zusätzlichen Druckverluste in einem *Bagley*-Diagramm (Abbildung 13). Hier wird für konstante Volumenströme der gemessene Druckverlust als Funktion der Kapillarlänge dargestellt. Der Schnittpunkt der sich ergebenden Funktion mit der Ordinate stellt den zusätzlichen Druckverlust dar, der mit dem scheinbaren Druckverlust summiert werden muss. Für die Bestimmung des Schnittpunktes bieten sich verschiedene Regressionsmodelle an [61]. Im Anschluss kann unter Berücksichtigung der Korrekturfaktoren die wahre Schergeschwindigkeit und Schubspannung und damit die wahre Viskosität der Schmelze in der Vollkreiskapillare bestimmt werden.



**Abbildung 13: Lineares Bagley-Diagramm mit Kapillardurchmesser ( $d$ ) 0,5 mm und zwei verschiedenen Kapillarlängen  $L = 60d$  und  $L = 2d$  (eine sog. „Nulldüse“) [65]**

Im Gegensatz zur Angabe des MVR bzw. MFR sind die mittels Online-Kapillarrheometer gewonnenen Daten sehr viel informativer, da die realen prozessinhärenten Scherkräfte und Temperaturen in die Messung einfließen. Zudem kann auf Basis der kontinuierlichen Messung eine Fließkurve (Viskosität über Schergeschwindigkeit) abgetragen werden, die in jedem Fall der Einpunkt-Messung der MFR-Bestimmung vorzuziehen ist, da sie deutlich mehr Information über das Materialverhalten unter Berücksichtigung der praxisnahen Vorgeschichte liefert. Eine Abnahme des Differenzdruckes kann beispielsweise auf Zersetzungserscheinungen der Polymerschmelze im laufenden Prozess hinweisen.

### 2.4.3 Dehnviskosität

Bereits behandelte Kapitel beschäftigten sich mit dem Materialverhalten unter Scherbeanspruchung. Daneben existieren mit Dehnung bzw. Kompression weitere Beanspruchungsarten, die bei der Durchströmung von Düsen und porösen Körpern, beim Zerfall von Flüssigkeitsstrahlen und Tropfen und bei Spinnprozessen einen dominierenden Einfluss haben. Speziell in den faser- oder filamentbildenden Verfahren der Textilindustrie spielen Dehnfelder die übergeordnete Rolle. Für *Newton'sche* Fluide kann die gemessene Viskosität im Scherfeld auch für die Vorhersage in anderen Deformationsfällen herangezogen werden. Dies ist für komplexe Fluide nicht ohne weiteres möglich. In einer gleichmäßigen Dehnströmung beispielsweise, variiert das rheologische Verhalten einer Polymerschmelze speziell bei langkettigen Molekülen deutlich von dem Verhalten unter Scherbelastung. Zudem spielt die Anordnung der Seitenketten eine wichtige Rolle. In einer Dehnströmung werden die Flüssigkeitsteilchen auseinander gezogen, ohne eine Rotations- oder Scherbelastung zu erfahren. Im Meltblow-Verfahren ist die Dehnströmung überall dort dominierend, wo es im Schmelzekanal zu abrupten Querschnittsveränderungen kommt, wie beispielsweise bei der Einströmung in die Kapillaren. Zudem ist die Dehnviskosität der maßgebende Faktor für die Schmelzestabilität im Spinnprozess. Wie die Scherviskosität nimmt die Dehnviskosität mit steigender Temperatur ab.

In Analogie zur Scherrheologie können einige Größen definiert werden. Der Widerstand ist hier nicht Funktion der Schubspannung, sondern der Zugspannung ( $\sigma$ ). Statt der Scherung bzw. Schergeschwindigkeit spricht man von Dehnung und Dehngeschwindigkeit ( $\dot{\epsilon}$ ). Die Scherviskosität wird durch die Dehnviskosität ( $\eta_D$ ) ersetzt.

$$\eta_D = \frac{\sigma}{\dot{\epsilon}} \quad [Pa \cdot s] \quad (18)$$

Die Spinnbarkeit bzw. „Festigkeit“ der Schmelze bei der Dehn deformation lässt sich nicht ohne Weiteres aus dem Scherexperiment ableiten. In der Vergangenheit wurden einige Anstrengungen unternommen, die Dehnviskosität von Polymerschmelzen und hochkonzentrierten Polymerlösungen zu bestimmen. Man kann sie nach der jeweiligen Art der Messung unterscheiden:

- Direkte Messung mit kontinuierlicher Dehnung zwischen einem stationären und einem beweglichen Block nach *Meissner* [66].
- Direkte Messung mit konstanter Zugspannung und Messung der Längenänderung mittels Kamera in Abhängigkeit von der Zeit nach *Cogswell oder Münstedt* [67].
- Indirekte Messung über konvergierendes Fließen in Rheometerkapillaren oder halb-hyperbelförmigen Düsen nach *Cogswell* [68].

Kommerziell verfügbare Messinstrumente für die direkte Messung der Dehnviskosität werden z. B. von den Firmen *Göttfert, Buchen, Deutschland* („*Rheotens*“ und „*Haul-off System*“) und *Thermo Fisher Scientific Inc., Waltham/Massachusetts, USA* („*capillary breakup rheometer - CaBER*“) vertrieben. Allerdings ist keines dieser Geräte für die Messung sehr niederviskoser thermoplastischer Polymere, wie sie im Meltblow-Verfahren Einsatz finden geeignet. Zudem können die extremen Dehnraten des Meltblow-Verfahrens heute noch nicht dargestellt werden. Die direkte Messung bei sehr hohen Dehngeschwindigkeiten ist seitens der Fluidmechanik bislang noch nicht gelöst.

Bei der Extrusion einer Polymerschmelze durch eine Düse erfährt die Flüssigkeit im Einlauf zusätzlich zur Scherung an der Wand eine zur Kanalmitte hin zunehmende Dehndeformation. Diese Dehndeformation führt zu dem sog. Einlaufdruckverlust. Die Dehnaviskosität ( $\eta_D$ ) und Dehngeschwindigkeit ( $\dot{\epsilon}$ ) kann alternativ auch in einem begrenzten Bereich nach einem Ansatz von *Cogswell* [69] aus einer exakten Messung mittels Kapillarrheometer kalkuliert werden. Die dort vorliegende mittlere Dehngeschwindigkeit wird aus der Wandschergeschwindigkeit in der Düse und dem Winkel der Stromlinien im Düseneinlauf, bezogen auf die Düsenachse berechnet:

$$\eta_D = \frac{9}{32} \frac{(n+1)^2 \cdot p_{ent}^2}{\tau_a \cdot \dot{\gamma}_a} \quad [Pa \cdot s] \quad (19)$$

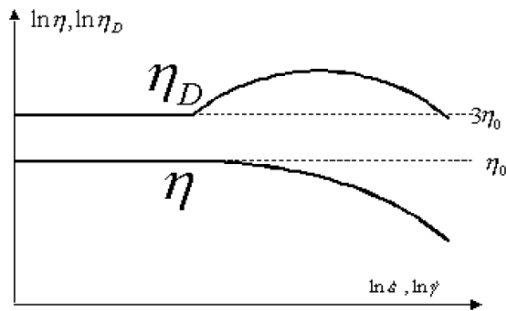
$$\dot{\epsilon} = \frac{4 \cdot \dot{\gamma}_a \cdot \tau_a}{3 \cdot (n+1) \cdot p_{ent}} \quad [s^{-1}] \quad (20)$$

Dabei sind:

$p_{ent}$	Eingangsdruck vor der Kapillare	[Pa]
$n$	Fließexponent	[-]
$\dot{\gamma}_a$	scheinbare Schergeschwindigkeit	[s <sup>-1</sup> ]
$\tau_a$	scheinbare Schubspannung	[Pa]

Mit diesem Ansatz ist es möglich, Werte zur Quantifizierung der Dehnaviskosität aus dem Scherexperiment abzuleiten.

Die Dehnviskosität bestimmt das Maß der Kontraktion in Querrichtung. Sie ist größer als die Scherviskosität. Der Zusammenhang zwischen Scher- und Dehnmodul wird durch die Querkontraktionszahl ausgedrückt. Im Falle der uniaxialen Dehnung gilt nach *Trouton*: Für ein ideal viskoses Fluid ist die Dehnviskosität dreimal so hoch wie die Scherviskosität (siehe Abbildung 14).



**Abbildung 14: Dehn- und Scherviskosität als Funktion der Deformationsgeschwindigkeiten [71]; *Newton'scher Verlauf gestrichelt, strukturviskoser Verlauf durchgängige Kurve***

Bei *nicht-Newton'schen* Materialien gilt dieser Zusammenhang nur bei sehr kleinen Deformationsgeschwindigkeiten im linearen Bereich. Während bei strukturviskosen Materialien die Scherviskosität permanent mit der Scherrate sinkt, so steigt die Dehnviskosität mit einer Dehnverfestigung (engl.: „extensional thickening“ oder „strain hardening“) zunächst an und fällt erst bei höheren Dehngeschwindigkeiten wieder ab [70]. Durch den zwischenzeitlichen Anstieg liegen dann aber Dehn- und Scherviskosität deutlich weiter auseinander. Ein Teil der Dehnung kann bei Fluiden zurückgestellt werden. Dieser Anteil wird als reversible Dehnung bezeichnet. Nur der restliche Anteil an der gemessenen Dehnung ist tatsächlich viskos. Die Dehnverfestigung beruht auf den zusätzlichen

Verschlaufungen durch die verzweigte Molekülstruktur. In Verarbeitungsprozessen kann die Dehnverfestigung zu einer Art Selbstheilung von Ungleichmäßigkeiten und somit zu einer verbesserten Prozessstabilität beitragen [61].

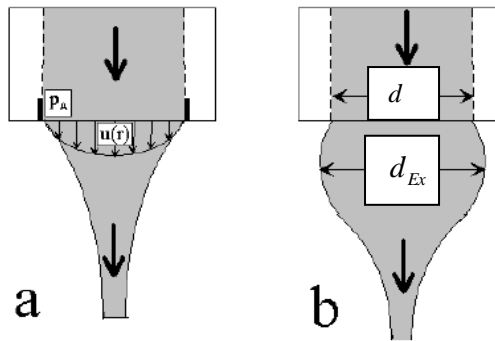
#### **2.4.4 Strangaufweitung**

Betrachtet man den Freistrahle eines Fluids beim Austreten aus einer kreisrunden, senkrechten Kapillare, so kommt es bei einem *Newton'schen* Fluid infolge der Schwerkraft zu einer Beschleunigung und somit zu einer wachsenden Geschwindigkeit mit steigender Entfernung vom Austritt. Aus Gründen der Massenerhaltung muss bei inkompressiblen Medien der Geschwindigkeitszuwachs durch eine Verringerung des Querschnitts aufgefangen werden, so dass sich ein verengender Strahl einstellt (Abbildung 15 a).

Bei Kunststoffschmelzen beobachtet man jedoch häufig eine Strangaufweitung. Die Strangaufweitung basiert grundsätzlich darauf, dass die Kunststoffschmelze beim Einströmen in die gegenüber dem Vorlagekanal enge Kapillare gedehnt wird und daher im Einlaufbereich der Kapillare einen Teil der aufgebrauchten Druckenergie als Zugspannung elastisch speichert. Beim Ausströmen aus der Kapillare verursacht der während des Durchströmens der Kapillare nicht relaxierte Anteil dieser elastisch gespeicherten Energie eine Strangaufweitung, wie in Abbildung 15 b schematisch dargestellt [71]. Der auf Relaxationsvorgängen basierenden Aufweitung steht eine Querschnittsreduzierung durch die einsetzende Abkühlung und die Gewichtbelastung des extrudierten Stranges gegenüber.

Die Strangaufweitung kann mit einer vertikal angebrachten Düse direkt gemessen werden. Hierzu wird üblicherweise unter der Düse ein optischer Sensor angebracht, mit dem der Extrudatdurchmesser ( $d_{Ex}$ ) bzw. dessen Querschnittsfläche erfasst wird. Durch Vergleich mit dem Kapillardurchmesser ( $d$ ) ergibt sich daraus direkt der Schwellwert ( $DS$ ).

$$DS = \frac{d_{Ex}}{d} \quad [-] \quad (21)$$



**Abbildung 15: Skizze eines Newton'schen Fluids (a) und eines viskoelastischen Fluids (b) [71]**

Für das Meltblow-Verfahren sind nur wenige Messungen der Strangaufweitung bekannt. In der Dissertation von Khan [76] wurde ein PP mit MFR 400 g/10min mit einem Instron Rheometer bei 240 °C vermessen. Es konnten dabei, in Abhängigkeit der Düsengeometrien ( $L/d$ -Verhältnis und Düsendurchmesser), bei hohen Durchsatzraten von 0,24 - 2,68 g/min verschiedene Schwellwerte zwischen 1,15 und 2,12 ermittelt werden.



## 2.5 Ansätze für ein Materialmodell

Die erste Beschreibung viskoelastischen Materialverhaltens geht auf *Maxwell* im späten 19ten Jahrhundert zurück. Er definiert das lineare viskoelastische Verhalten mit:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\sigma}{\eta} + \frac{\dot{\sigma}}{E} \quad [s^{-1}] \quad (22)$$

Dabei sind:

$\dot{\varepsilon}$	Dehngeschwindigkeit	$[s^{-1}]$
$\eta$	Viskosität	$[Pa \cdot s]$
$\sigma$	Zugspannung	$[Pa]$
$\dot{\sigma}$	zeitabhängige Spannungsänderung	$[Pa \cdot s^{-1}]$
$E$	Elastizitätsmodul	$[Pa]$

*Maxwell* beschreibt das zeitabhängige elastische Verhalten mit einem kombinierten Feder-Dämpfer-Modell. Dabei wird die elastische Komponente über eine ideale Feder ausgedrückt und die viskose Komponente durch einen idealen Dämpfer. Dieses Modell drückt aus, dass bei langsamer Deformation das viskose bzw. *Newton'sche* (Dämpfer) Verhalten dominiert, bei schnell wechselnder Belastung hingegen dominiert die elastische (Feder) Komponente. Bei hohen Deformationsraten ist das einfache Modell allerdings unbrauchbar, da kein lineares Verhalten mehr vorliegt.

Wie bereits erläutert, besitzen Polymere ein nicht lineares Materialverhalten, dies wird in sog. Fließanomalien wie beispielsweise dem

Weissenberg-Effekt, der Scherverdünnung oder der Dehnverfestigung deutlich. Diese Fließanomalien müssen im Modell durch Normalspannungen ausgedrückt werden.

Die Kombination aus Zeitabhängigkeit und nicht linearem rheologischen Verhalten wird durch *Upper Convected Maxwell (UCM)* beschrieben [72].

$$2\eta_0 \cdot \underline{\underline{D}} = \underline{\underline{T}} + \lambda_t \cdot \overset{\nabla}{T} \quad (23)$$

Dabei sind:

$\eta_0$	Viskosität (in einseitiger Scherung)	[Pa s]
$D$	Tensor der Deformation (Spannung)	[Pa]
$T$	Spannungstensor	[Pa]
$\lambda_t$	Relaxationszeit	[s]
$\overset{\nabla}{T}$	Zeitderivat des Spannungstensors („upper convected“)	[Pa s <sup>-1</sup> ]

Diese Formel ist nicht linear, da sie Produkte des Geschwindigkeitsgradienten und des Spannungstensors enthält. Das Modell ist nur qualitativ in der Lage den experimentell bestimmten Verlauf der Dehnviskosität wiederzugeben, denn es ist nicht für lange Verstreckzeiten bzw. hohe Dehngeschwindigkeiten einsetzbar.

*Phan-Thien-Tanner (PTT)* Gleichungen [73] enthalten zwei zusätzliche Parameter, die ein voneinander unabhängiges Bewegen und ein mögliches Abgleiten der Verschlaufungen der Makromolekülketten im Material

berücksichtigen. Die Neubildung und Auflösung solcher Segmente in Abhängigkeit des Spannungstensors kann damit ausgedrückt werden. Dies ermöglicht die Berücksichtigung des strukturviskosen Verhaltens in Dehnung.

Bereits der *Newton'sche* Fall bereitet jedoch Schwierigkeiten bei der analytischen Lösung des Gleichungssystems aus strömungsdynamischen Grundgleichungen und rheologischen Zustandsgleichungen. Im *Nicht Newton'schen* Fall nimmt die Komplexität aufgrund der kompliziert aufgebauten Materialgleichungen weiter zu, was dazu führt, dass das Gleichungssystem nur noch numerisch bzw. unter Anwendung von geeigneten Finite-Elemente-Methoden (FEM) gelöst werden kann. Ein vollständiges Materialmodell kann aufgrund des hohen Rechenaufwandes in einem derart komplexen Verstreckprozess wie im Meltblow-Verfahren bislang nicht berücksichtigt werden.

### **2.5.1 Simulation des Meltblow-Verfahrens**

In den letzten Jahren wurden verschiedene Studien zur numerischen Simulation des Meltblow-Verfahrens publiziert. Ziel war es, mit Hilfe der Simulation das Prozessverständnis zu erweitern und insbesondere Faserdurchmesser vorhersagen zu können. Erste Veröffentlichungen gehen dabei auf *Uyttendaele* und *Shambaugh* [74] zurück. In deren Modellen wurde die Faserdynamik zunächst eindimensional simuliert und mit empirischen Untersuchungen korreliert, um die Wärmeübertragung und Verstreckraten der Faserbildung zu quantifizieren. Das rheologische Modell enthält dabei *Newton'sche* oder viskoelastische *Phan-Thien-Tanner (PTT)* Zustandsgleichungen. Grundsätzliche Zusammenhänge der Meltblow-

Parameter und der daraus resultierenden Faserdurchmesserverteilung wurden daraufhin von *Shambaugh* [75] auf Grundlage empirischer Studien untersucht. Es konnten verschiedene Modelle gebildet werden, die eine Vorhersage des Faserdurchmesser bei Variation bestimmter Einflussgrößen in einem eingeschränkten Feld erlauben [76]. Diese Modelle wurden immer weiter verfeinert und auf neue, niederviskosere Polypropylen-Typen ausgeweitet, die auch die Herstellung feinerer Faserdurchmesser möglich machten. Es wurden darin in erster Linie Polymer- und Primärluftdurchsatzraten sowie Prozesstemperaturen berücksichtigt. Zudem wurden systematische Untersuchungen zum Lufteinfallwinkel durchgeführt. Düsengeometrien wurden nur in Form des Kapillardurchmessers und des end-gaps eingerechnet. *Milligan und Haynes* [77] beschrieben ein Massenflussverhältnis zwischen Polymer- und Luftstrom, bezogen auf deren Austrittsquerschnitte die sog. „Mass Flux Ratio“. Eigene Überprüfungen dieser Vorhersageformeln zeigen jedoch, dass diese nur zur groben Vorhersage des Faserdurchmessers eingesetzt werden können und die Übertragbarkeit der Modelle zwischen verschiedenen Anlagen nicht möglich ist.

Unter *Shambaugh* [78, 79] wurden die Modelle in jüngerer Zeit auf zwei- und dreidimensionale Modelle erweitert. Dabei wurden Kontinuitäts-, Impuls- und Energiebilanzen zur Beschreibung der Fadenlinie in drei Dimensionen verwendet. Dadurch waren Vorhersagen über den mittleren Faserdurchmesser, die Verstreckrate sowie die Vibrationsfrequenz und Amplitude der Faser möglich. Im Einkapillardüsen-Experiment mit ringförmiger Umströmung der Primärluft konnte die Vorhersage der mittleren Faserdurchmesser validiert werden. Diese Modelle beziehen sich jedoch ausschließlich auf Faserdurchmesser im oberen Mikrometerbereich,

die mit verhältnismäßig geringen Primärluftmengen hergestellt wurden. Es wurden nur wenige viskoelastische Materialien untersucht und kein Turbulenzmodell berücksichtigt, was die Praxisrelevanz des Modells deutlich schmälert.

In der Dissertation von Wang [80] wurden zusätzliche Betrachtungen der Schmelzerheologie und erste Untersuchungen der Dehnviskosität im Meltblow-Verfahren berücksichtigt. Darin erfolgten offline Dehnviskositätsmessungen mit Hilfe einer hyperbolischen Rheometerdüse in einem sehr geringen Schergeschwindigkeitsbereich. Zudem wurden erstmals Offline-Messungen der Scherviskosität zur Beschreibung der Faserbildung verwendet. Die erzeugten Faserdurchmesser lagen jedoch deutlich im Mikrometerbereich.

Unter R. Bresee [86] wurden umfangreiche empirische Untersuchungen bezüglich der Einflussfaktoren auf Vliesstruktur und Faserdurchmesser durchgeführt. Die Prozessgrößen Düsen-Kollektor-Abstand (DCD), Luftdurchsatz, Düsentemperatur, Ablagebandgeschwindigkeit und Polymerdurchsatz wurden dabei genauer untersucht und ihr komplexer Einfluss auf den Faserdurchmesser ermittelt. Die wichtigsten Schlussfolgerungen daraus sind in Tabelle 4 zusammengefasst.

**Tabelle 4: Einflussgrößen und deren Effekt auf den Faserdurchmesser im Meltblow-Verfahren [86]**

Parameter	Für feine Fasern	Effekt
Düsentemperatur	maximieren	stark
Polymerdurchsatz	minimieren	mittel
Luftdurchsatz	maximieren	mittel
DCD	maximieren	schwach
Ablage-Geschwindigkeit	-	kein

Die darin angestellten Untersuchungen sind jedoch recht einfach gehalten und komplexe Zusammenhänge wichtiger Parameter wie Primärlufttemperatur (unabhängig von Düsentemperatur), Schmelzeviskosität, Düsengeometrien u. a. fehlen gänzlich. Die Variation der Parameter fand in industrieeüblichen Größenordnungen statt, geringe Kapillardurchsatzraten unterhalb 0,1 g/min wurden nicht untersucht.

Weitere Arbeiten wurde von *Lewandowski* und *Ziabicki* [81, 82, 83] veröffentlicht. Dabei wurde das Modell von *Shambaugh* um die spannungsinduzierte Kristallisation und Viskoelastizität erweitert. Dieses Modell beinhaltet ebenfalls nicht die turbulenten Kräfte und es wurden ausschließlich spezifische Fälle mit variierenden Molekulargewichten simuliert, was wiederum die Nutzbarkeit deutlich limitiert. Für PP ist die spannungsinduzierte Kristallisation zudem nicht relevant.

Es ist zudem eine Arbeit zur Untersuchung des Zusammenhangs der Viskosität und Elastizität der Schmelze und deren Auswirkung auf den Faserdurchmesser im Meltblow-Verfahren bekannt [84]. Dafür wurden verschiedene amorphe Polystyrol-Blends mit unterschiedlichen Molekulargewichten erzeugt und Effekte auf den mittleren Faserdurchmesser sowie dessen Variationskoeffizienten untersucht. Resultat der Untersuchung war, dass eine Viskositätserhöhung auch den mittleren Faserdurchmesser erhöht, die Verteilungsbreite jedoch nicht beeinflusst. War die Schmelzeelastizität bzw. Schmelzerelaxationszeit höher, wurde die Faserdurchmesserverteilung enger und die Fasern gröber. Mit diesen Ergebnissen wurde zudem ein sog. eindimensionales „*1D Slender-Jet Model*“ mit *Upper convected Maxwell* (UCM) und *Phan-Thien-Tanner* (PTT) Zustandsgleichungen aufgestellt, um den Einfluss der Viskoelastizität und weiterer Prozessparameter im Meltblow-Verfahren auf den

Faserdurchmesser zu berechnen. Die Faserdurchmesser wurden im Modell mit den Scherkräften der Verstreckung korreliert. Das Modell zeigt mit PTT-Gleichungen eine verzögerte Verstreckung gegenüber dem *Newton'schen* Fall und mit UCM-Gleichungen eine lineare Verstreckgrenze. Bei dieser Untersuchung wurden auch Fasern im Submikrometerbereich erzeugt, allerdings auf Grundlage maßgeschneiderter, rein amorpher Polystyrol-Polymere mit z. T. sehr geringer Viskosität. Die Übertragbarkeit auf teilkristalline Polymere wie PP und PBT bleibt zweifelhaft. Auch hier wurde kein Turbulenzmodell implementiert.

Alle hier aufgeführten Vorhersagemodelle dienen der Berechnung des Faserdurchmessers insofern nur geringe Veränderungen der Parameter und eine gleichbleibende Anlagenauslegung vorliegen. Komplexe Zusammenhänge der Faserbildung oder Vergleiche zwischen Anlagen lassen sich damit nicht beschreiben, da weder ein realistisches Materialmodell noch ein Turbulenzmodell implementiert wurden. Daher sind bislang veröffentlichte Modellierungsansätze lückenhaft und die daraus generierten Schlussfolgerungen für den realen Prozess bislang wenig relevant.

Umfangreiche Arbeiten in diesem Gebiet wurden im Rahmen eines Entwicklungsprojektes der letzten Jahre seitens *Fraunhofer ITWM* [85] in Zusammenarbeit mit dem *ITV Denckendorf* durchgeführt.

## **2.5.2 Simulation der Faserbildung mit Turbulenzmodell**

„Der Versuch einer gekoppelten dreidimensionalen Abbildung der viskoelastischen Filamente und der umgebenden Luftströmung mit verfügbaren Simulationswerkzeugen wie *Polyflow*, *FLUENT* und *ANSYS*

*CFX* scheitert vollständig am erforderlichen Speicher- und Rechenzeitaufwand. Der geeignete Zugang besteht in der Reduktion der Fadenbeschreibung auf eindimensionale Modelle, die in der Literatur als *String-, Rod- oder Cosserat-Theorie* klassifiziert sind. Die relevanten Prozessgrößen wie Durchmesser, Position, Geschwindigkeit, Spannung und Temperatur sind entlang der Fadenkurve durch Bilanzgleichungen miteinander verknüpft. Basierend hierauf wurden am *ITWM* Modelle und Algorithmen zur Einbeziehung turbulenter Luftströmungen abgeleitet und für elastische Filamente in *FIDYST – Fiber Dynamics Simulation Tool* umgesetzt. Für die Wirkung von Turbulenz auf viskoelastische Fäden existierten bisher keine entsprechenden Ansätze.“ [85]

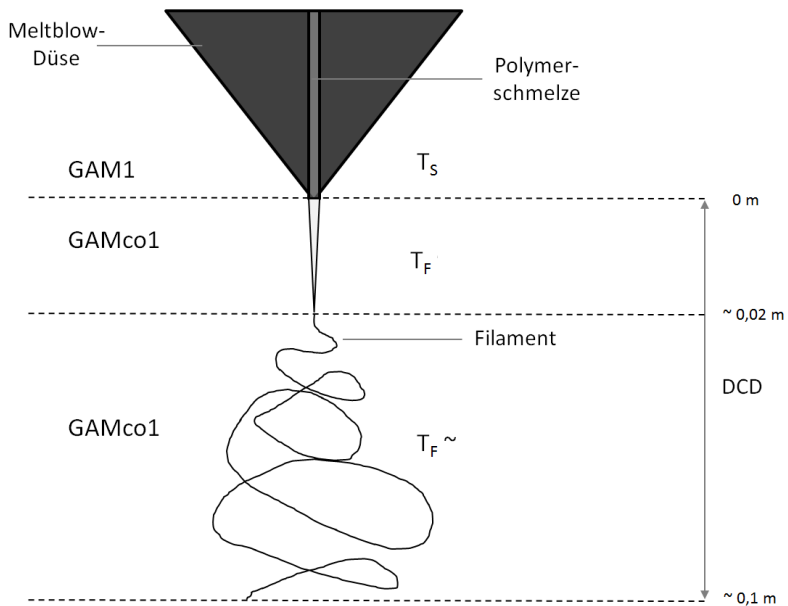
Im Meltblow-Verfahren bewegt sich der Fadenpunkt aufgrund der Massenträgheit nicht mit der Luftgeschwindigkeit, sondern unterliegt dem Einfluss der angreifenden stochastisch schwankenden Luftkräfte. Die direkte Erweiterung des Modells um die Massenträgheit führte auf ein 3D-Modell der Fadendynamik, das am *ITWM* vollständig numerisch umgesetzt und getestet wurde. Dabei hat sich jedoch gezeigt, dass der numerische Algorithmus bereits nach relativ kurzer Zeit zu Instabilitäten führt. Darüber hinaus ist der Berechnungsaufwand extrem hoch, sodass reale Szenarien damit auch in näherer Zukunft nicht simulierbar sein werden

Ausgehend von diesen Modellierungsansätzen und den dabei gesammelten Erfahrungen wurde daher ein Bewertungsmodell für das Meltblow-Verfahren entwickelt, das die Wirkung der stochastischen Kräfte berücksichtigt und ausgehend von der Bewegung eines Fadenpunktes das Dehnungsverhalten entlang des sich bildenden Filaments charakterisiert und auf einem speziell entwickelten statistischen Verfahren, einem sog. *ARMA*-Prozess beruht [85].



### 3. Modellhafte Beschreibung der Faserbildungsphasen

Ausgangspunkt dieser Arbeit bildet die Annahme, dass es möglich ist über ein vertieftes Verständnis des Meltblow-Verfahrens und eine umfassende Analyse der Prozesszusammenhänge die Herstellung von Feinstfasern zu ermöglichen. Als Grundlage dafür dient die modellhafte Beschreibung des Verfahrens und insbesondere der Faserbildungsphasen, die im Rahmen dieser Arbeit näher analysiert werden sollen, um alle Einflüsse auf den Faserdurchmesser zu ermitteln.



**Abbildung 16: Modellhafte Beschreibung des Verstreckvorgangs mit drei wesentlichen Phasen**

Maßgebend für die erzielbare Faserfeinheit sind die optimale Wahl der Materialeigenschaften sowie ein darauf abgestimmter Prozess. Die grundlegende Phase des Prozesses liegt in der Extrusion. In diesem Bereich

bestimmen neben den Eigenschaften des Polymer-Werkstoffes, die Temperatur der Polymerschmelze ( $T_S$ ), die Verweilzeit in der Meltblow-Düse sowie die Schergeschwindigkeit (GAM 1) die endgültige Viskosität der Schmelze vor Düsenaustritt.

Der primäre Faserbildungsprozess im oberen Bereich, unterhalb des Düsenaustritts kann zunächst durch einen rein uniaxialen Verstreckvorgang durch die Primärluft beschrieben werden. In diesem Bereich überwiegt die Massenträgheit der Polymerschmelze gegenüber den angreifenden Turbulenzen, sodass der Schmelzestrang zunächst nur dem Hauptvektor der angreifenden Kräfte folgt. Hier ist nun nicht mehr die Schergeschwindigkeit sondern der theoretische Dehngeschwindigkeitsbereich ( $G_{max}$ ) maßgebend. Die Temperatur der Schmelze bzw. des Filaments ( $T_F$ ) nach Düsenaustritt bestimmt zudem dessen Dehnfähigkeit.

Unterschreitet der Strangdurchmesser eine kritische Größe, folgt der Strang im weiteren Verlauf den Fluktuationen bzw. Turbulenzen der Luft. Ein Auslenken der Schmelze geht zwangsläufig mit einer zusätzlichen Verstreckung einher, sodass hier von einem sekundären Verstreckvorgang gesprochen werden kann. In dieser Phase kommt es auch zur Interaktion der Faser mit sich selbst. Die Faserbildung findet im Temperaturbereich zwischen der Extrusionstemperatur und der Kristallisationstemperatur statt. Der teilweise kristallisierte und eingefrorene Faden kann nicht weiter verstreckt werden. Der Ort und die Zeit der Verstreckung sind dabei abhängig von der Viskosität und Masse der Schmelze, der Luftgeschwindigkeit bzw. dem Turbulenzgrad der Luft sowie maßgeblich von den herrschenden Temperaturen in der Schmelze und der sie umgebenden Luft. Der Übergang in die turbulente (sekundäre) Phase ist in jedem Fall notwendig für die Erzeugung von Feinstfasern.

Die Düse-/Ablage-Distanz („DCD“) muss dabei groß genug sein, damit eine ausreichende Verstreckung möglich ist, was mit den üblichen Abständen > 100 mm gewährleistet wird. Für die Prozessstabilität bei hohem Luftdurchsatz ist in der Regel ein größerer Abstand zum Ablageband sinnvoll, damit Rückströmungen und Verwirbelungen auf der Ablage verhindert werden. Das Massenstromverhältnis von Primärluft und Polymer ist ausschlaggebend für die mindestens benötigte DCD. Bei großer Polymermasse muss mit höherer Trägheit der Schmelze gerechnet werden. Ebenso wird die thermisch gespeicherte Energie (Wärmekapazität) nicht so schnell an der Grenzfläche dissipieren. Dies führt dazu, dass der Faden länger verstreckfähig bleibt.

Sind die Prozessparameter nicht ausgewogen, überwiegen also die äußeren turbulenten Kräfte gegenüber den inneren Bindungskräften der Polymerketten, so kann es zu Faserabbrissen und störendem Faserflug („Fly“) kommen. Bei ungünstigen Prozessbedingungen mit sehr niederviskosen Polymeren können diese Abrisse bereits unmittelbar nach dem Düsenaustritt oder zumindest im Bereich der primären Faserbildung stattfinden, was dazu führt, dass große Schmelzetropfen („Shots“) auf die Ablage transportiert werden. Da diese Shots eine verhältnismäßig große Masse im Vergleich zu den stark verstreckten Fasern besitzen, speichern sie die Wärme, was zu Schmelzstellen und Löchern im bereits gebildeten Vlies auf der Ablage führt.

Die Wahrscheinlichkeit der Interaktion verschiedener Filamente wird zusätzlich durch die Anzahl und den Abstand nebeneinander angeordneter Kapillaröffnungen determiniert. Punktuelle Verschlingungen verschiedener Faserstränge oder einer Faser mit sich selbst können ebenfalls noch zusätzliche Verstreckung verursachen, da diese segelartigen Bereiche

großer Masse eine höhere lokale Geschwindigkeit bzw. Geschwindigkeitsänderung im Freistrahler erfahren. Dieser zusätzliche Effekt findet zeitlich und räumlich erst im späteren Verlauf der Verstreckung statt und seine Bedeutung auf die Faserdurchmesser kann schwer abgeschätzt werden [86]. Die lokalen Verklebungspunkte sind in jedem Fall für den Faserzusammenhalt und damit die spätere Vliesfestigkeit bedeutend. In manchen Fällen mindern starke Verklebungen der Fasern allerdings den Verstreckvorgang. Bei diesen Verklebungen entlang der Längsachse spricht man von der Faserbündelung („Roping“). Geht man davon aus, dass gebündelte Schmelzestränge ähnliche Verstreckeeigenschaften wie Stränge größerer Masse aufweisen, was bedeutet, dass sie im turbulenten Luftstrom nicht mehr in gleicher Intensität bzw. Amplitude ausgelenkt werden wie einzelne Stränge geringerer Masse, so entsteht dadurch ein ungünstigerer Fall für die Bildung feinsten Fasern. Da gebündelte Fasern ebenfalls zu einer größeren Faserdurchmesserstreuung im Vlies führen und in der Filtration ähnlich wie grobe Fasern wirken, sind sie im Filtermedium unerwünscht. Diese groben Fasern und Verklebungen können jedoch die mechanischen Eigenschaften der Vliesstoffe deutlich erhöhen.

## 4. Ziel der Arbeit

Das Meltblow-Verfahren bietet ein großes Potenzial zur Herstellung von Vliesstoffen aus feinsten Fasern. Der Vorteil dieser Feinstfasern liegt in ihrer enorm großen spezifischen Oberfläche. Dadurch erhalten die daraus generierten synthetischen Vliesstoffmedien völlig neue Eigenschaften, was sie beispielsweise für Filtrationsanwendungen prädestiniert.

Mit dem sog. Gleiteffekt (engl.: „slip-flow“) ist zudem ein physikalischer Vorgang bekannt, der dazu führt, dass an der Grenzschicht zwischen Gasströmen und Strukturen im Submikrometerbereich eine geringere Reibung entsteht, was wiederum für die Gestaltung wirtschaftlicher Luftfiltermedien ausgenutzt werden kann.

Wenngleich international seit mehreren Jahrzehnten an der Weiterentwicklung des Meltblow-Verfahrens gearbeitet wird, entstanden Innovationen zumeist aus industriellen Anwendungen heraus. Die Komplexität des Meltblow-Verfahrens hat dazu geführt, dass die empirisch geprägten Arbeiten stets sehr spezifischer Natur waren und ein umfassendes Verständnis der Prozesszusammenhänge bis heute fehlt.

Nur sehr wenige Firmen oder Forschergruppen konnten bislang die Herstellung von Faserdurchmessern unter  $1,0\ \mu\text{m}$  mit Hilfe des Meltblow-Verfahrens demonstrieren. Ein optimiertes Verfahren durch ein vertieftes Verständnis der Prozesszusammenhänge konnte noch nicht gezeigt werden. Zudem sind die komplexen Aggregate oder extremen Parameter für eine industrielle Umsetzung bislang nicht geeignet.

Ziel dieser Arbeit ist daher ein fundiertes Verständnis der Faserbildungsvorgänge zu erarbeiten, um damit die Entwicklung eines über

den Stand der Technik hinausgehenden Meltblow-Verfahrens zu ermöglichen. Durch dieses Verfahren soll die Herstellung von Feinstfasern im Durchmesserbereich zwischen  $0,1\ \mu\text{m}$  und  $1,0\ \mu\text{m}$  mit dem thermoplastischen Werkstoff Polypropylen in einem ökonomisch sinnvollen Produktivitätsfenster ermöglicht werden.

Das neue Meltblow-Verfahren soll dabei sowohl aus prozesstechnischer als auch aus wirtschaftlicher Sicht vorteilhaft sein. Daher müssen verschiedene Aspekte wie Energieeffizienz, praktikable Bedienbarkeit sowie Übertragbarkeit auf den industriellen Maßstab berücksichtigt werden. Ein modularer Aufbau soll zudem die Rückkehr zum Standardverfahren erlauben. Weiterhin soll das Verfahren für beliebige thermoplastische Polymere wie beispielsweise Polybutylenterephthalat adaptierbar sein.

Rheologische Einflüsse der Polymerschmelze auf die Faserfeinheit, gekennzeichnet durch die Scher- und Dehnavisiosität, sind im Meltblow-Verfahren bislang wenig untersucht. Über den Einfluss der Düsengeometrie sowohl im Bereich der Polymerdüse als auch der Luftschneiden ist ebenfalls keine systematische Untersuchung bekannt.

## 5. Experimentelle Untersuchungen

Der erste Teil dieser Arbeit umfasst eine detaillierte Prozessanalyse in mehreren Stufen. Für ein Verständnis des Materialverhaltens im Prozess ist es notwendig, die Schmelzerheologie und die Dehnviskosität zu untersuchen. Dies dient auch dazu, Fließanomalien wie beispielsweise die Strangaufweitung oder die Dehnverfestigung der Polymere zu ermitteln. Daraus können dann optimierte Extrusionswerkzeuge und Kapillargeometrien abgeleitet werden. Im Bereich der Messtechnik können durch den Einsatz aktueller Rasterelektronenmikroskope, Hochgeschwindigkeits-Videotechnik sowie sensibler Druckaufnehmer für die Rheologie dafür notwendige Erkenntnisse gewonnen werden.

Mit Hilfe gezielter Experimente unter Berücksichtigung der Simulationsergebnisse des Fraunhofer ITWM werden zudem die grundlegenden Mechanismen der Faserbildung im Meltblow-Verfahren und die wirkenden Verstreckkräfte der Primärluft auf die Schmelze analysiert. Dafür sind im Rahmen dieser Arbeit zunächst sinnvolle Parameter als Basis für die Simulation zu erarbeiten und die Simulationsergebnisse anschließend im Versuch zu verifizieren, bzw. in eine maschinenbauliche Realisierung zu überführen.

Zur Validierung der gewonnenen Erkenntnisse folgt die Herstellung an industrieähnlichen Mehrlochdüsen bis 500 mm Arbeitsbreite. Schließlich soll durch die Generierung eines hinsichtlich Werkstoff- und Prozessparameter ausgewogenen Prozesses die defektfreie Erzeugung von Feinstfasern im Meltblow-Verfahren aufgezeigt werden. Abschließend werden die Schlussfolgerungen aus den Experimenten zusammen mit einem Ausblick auf künftige Forschungsarbeiten diskutiert.

## 5.1 Eingesetzte Materialien

Die auch heute noch am häufigsten verwendeten Richtwerte zur Angabe der Viskosität von Kunststoffen sind die massenbezogene Schmelzflussrate (MFR) und die volumenbezogene Schmelzflussrate (MVR) nach ISO 1133:2005. Bei diesem Test wird ein Material in einem Kolben definierter Abmessung aufgeschmolzen und mit einem definierten Druck durch eine Kapillare bestimmter Geometrie gepresst. Dabei wird die ausgeflossene Masse bzw. das zugehörige Volumen pro Zeiteinheit (i.d.R. pro 10 min) ermittelt. Typischerweise werden im Meltblow-Verfahren sehr niederviskose Materialien und damit außergewöhnliche hohe Schmelzflussraten eingesetzt. Während beim Filamentspinnen Materialien mit einer MFR 1 - 5 g/10min verarbeitet werden, sind für das Meltblow-Verfahren Polymere im Bereich der MFR 100 - 1800 g/10min (bei 230 °C und 2,16 kg) erhältlich. Damit handelt es sich um sehr niederviskose Homopolymere mit einem geringen Molekulargewicht. Die geringe Viskosität der Schmelze ermöglicht die Verarbeitung wirtschaftlicher Polymerdurchsatzraten bei unkritischen Temperaturen ohne Gefährdung der drucksensiblen Düse.

Tabelle 5 gibt einen Überblick der kommerziell verfügbaren PP-Typen, die im Rahmen dieser Arbeit eingesetzt wurden.

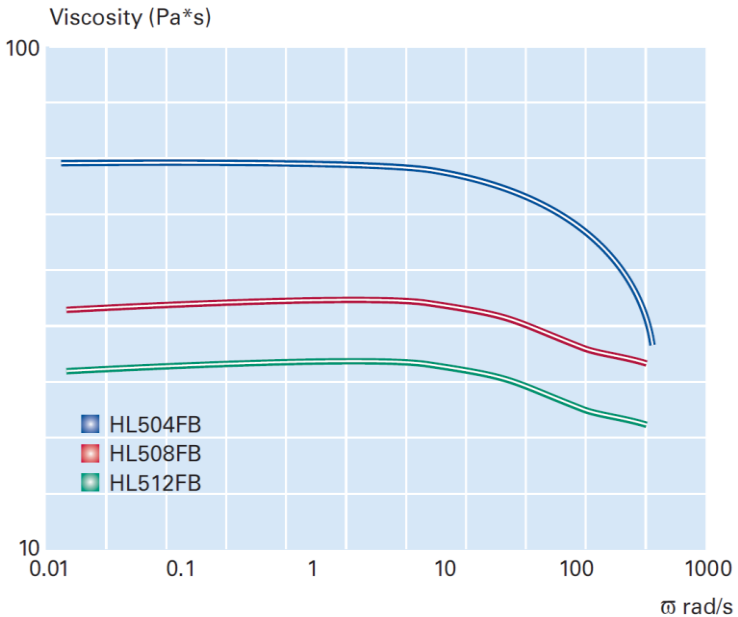
In erster Linie unterscheiden sich die verschiedenen Typen durch ihre Viskosität. Bei der Polymerisation der *Metocene*-Typen wurden seitens *Basell* Metallocen-Katalysatoren eingesetzt, was lt. Herstellerangaben gegenüber den klassischen *Ziegler-Natta*-Katalysatoren zu einer deutlich engeren Molekulargewichtsverteilung führt. Von beiden Polymerherstellern wurden Informationen zu den Materialien bereitgestellt. Beispielhaft sind in



Abbildung 17 Fließkurven verschiedener Polymer-Typen von *Borealis* dargestellt.

**Tabelle 5: Eingesetzte isotaktische Polypropylen-Typen; k. A.: keine Herstellerangaben verfügbar**

Hersteller	Borealis		Basell	
Produktname	Borflow		Metocene	
Produktbezeichnung	HL508FB	HL512FB	MF650X	MF650Y
MFR [g/10min]	800	1200	1200	1800
Schmelzbereich [°C]	156-160	156-160	158	155
Mw	k. A.	k. A.	71.000	56.000
Mw/Mn	k. A.	k. A.	3,4	3,3



**Abbildung 17: Fließkurven verschiedener kommerzieller PP-Typen von *Borealis*: Viskosität über Schergeschwindigkeit gemessen von *Borealis* am Rotationsrheometer bei 180 °C [87]**

## 5.2 Aufbau der Meltblow-Laboranlage

Für grundlegende Untersuchungen des Meltblow-Verfahrens wurde im Zeitraum dieser Arbeit eine Meltblow-Laboranlage aufgebaut. Diese wurde speziell zur Verarbeitung geringer Polymermengen mit Einkapillardüsen und 30 mm breiten Meltblow-Düsen ausgelegt. Das handelsübliche Polymer-Granulat wird dabei in einem Laborextruder aufgeschmolzen. Dieser Laborextruder verfügt über eine Extruderschnecke mit einem Durchmesser von 20 mm und einer Arbeitslänge, die dem zehnfachen des Durchmessers entspricht ( $L/d = 10$ ). Die Spitze der Extruderschnecke ist als zylindrisches Schertorpedo ausgeführt, welche als Drossel für geringe Schmelzedurchsatzraten dient. Über den Spinnpumpenantrieb können alternativ eine oder zwei Zahnradspinnpumpen angetrieben werden, die sich innerhalb des thermisch isolierten Spinnkopfs befinden. Am unteren Ende des Spinnkopfs befindet sie die Meltblow-Düse. Es können Düsen mit einer Kapillare oder 30 mm breite Düsen eingesetzt werden. Die gebildeten Fasern werden auf einem höhenverstellbaren Förderband aufgefangen. In der Vliesbildezzone des Ablagebandes ist ein Absauggebläse angeschlossen. Das gebildete Vlies wird am Ende des Ablagebandes auf eine Hülse aufgewickelt und ggf. mit Trennpapier geschützt. Die Regelung der Antriebe und Heizzonen erfolgt über das Steuerpult. Die Primärluft wird dem Druckluftnetz entnommen und über ein Manometer geregelt. Zwischen Manometer und Lufterhitzer ist ein Schwebekörper-Durchflussmessgerät zur Erfassung des Luftvolumenstroms installiert.

Da der minimale Extruderdurchsatz ca. 5 g/min beträgt und die kleinste verfügbare Spinnpumpe  $0,16 \text{ cm}^3/\text{U}$  liefert, musste für die Verarbeitung von minimalen Schmelzeströmen mit Einkapillardüsen (Kapillardurchsatz = Gesamtdurchsatz 0,01 - 0,05 g/min) ein Bypass integriert werden, damit

über die zweite Spinnpumpe überschüssige Polymerschmelze abgeführt werden kann. Am Ende dieses Bypass befindet sich eine Rheometerdüse, an deren Einlauf ein Druckaufnehmer installiert ist. Dadurch ist die Verarbeitung sehr geringer Polymerdurchsatzraten bei einer ausreichend geringen Verweilzeit zu einem Meltblow-Vliesstoff mit paralleler Erfassung rheologischer Daten mit dem Online-Kapillarrheometer möglich.

An der Meltblow-Laboranlage werden die verschiedenen Parameter im Hinblick auf ihren Einfluss auf die Faserbildung untersucht. In sind die Prozessparameter in variable und konstante Parameter unterteilt. Konstante Parameter sind diejenigen, die während des Versuchs in der Regel nicht mehr geändert werden können, sondern vor dem Start der Anlage durch den Werkstoff und die zur Verfügung stehenden Bauteilgeometrien festgelegt sind.

**Tabelle 6: Variable und konstante Parameter im Meltblow-Verfahren**

Variable Parameter	Konstante Parameter
Polymertemperaturprofil	Polymertyp
Polymerdurchsatz (Verweilzeit, Schergeschwindigkeit)	Schmelzeverteilung, Schmelzefiltration
Primärluftdurchsatz	Luftverteilung
Primärlufttemperatur	Primärluftwinkel
Sekundärlufttemperatur	“Set-back”, “Air-gap”, “End-gap”
„Die Collector Distance“ (DCD)	Kapillardurchmesser
Absaugintensität	Kapillarlänge
Absaugposition	Kapillaranzahl (hpi)
Bandgeschwindigkeit	Ablageband, Absaugfläche

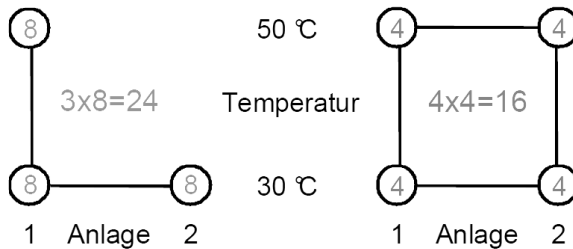
In der statistischen Versuchsplanung werden stufenlos einstellbare Parameter häufig als stetige Einflussgrößen bezeichnet, die konstanten Parameter als sog. kategoriale Einflussgrößen. Natürlich können auch

kategoriale Einflussgrößen zu stetigen Größen werden, dies ist jedoch häufig mit einem enormen Aufwand verbunden und daher selten sinnvoll.

### 5.3 Analyseverfahren

#### 5.3.1 Statistische Versuchsplanung (DoE)

Um möglichst viele Erkenntnisse mit einer minimalen Versuchsanzahl zu erhalten, wurde im experimentellen Teil dieser Arbeit auf Basis der statistischen Versuchsplanung (engl.: Design of Experiment - DoE) gearbeitet. Das DoE ist ein mathematisches Planungs- und Vorhersageprogramm zur statistischen Versuchsplanung und Auswertung. Vorteil ist ein hoher Erkenntnisgewinn trotz einer deutlich reduzierten Versuchsanzahl gegenüber der klassischen Vorgehensweise, wie beispielsweise mit der Gitternetzmethode, bei der nur ein Parameter je Versuch verändert werden darf.



**Abbildung 18: Beispiel einer klassischen empirischen Vorgehensweise (links) gegenüber der statistischen Versuchsplanung (rechts). Mit weniger Einzelversuchen (16 statt 24) kann eine statistisch ebenso sichere Aussage für einen größeren Bereich getroffen werden [88]**

Bei ausgewogenen Versuchsplänen wird jedes Versuchsergebnis für die Berechnung des Effekts mehrerer Einflussfaktoren verwendet. Aus dieser

Mehrfachnutzung der Daten resultiert dann die Einsparung der Einzelversuche [88].

Mit Hilfe der eingesetzten Software (*SAS*, *jmp8*) können zudem Wechselwirkungen zwischen den Einflussfaktoren, wie auch deren gemeinsamer Effekt auf die Zielgrößen untersucht werden. Ebenfalls können dadurch ggf. vorhandene, nichtlineare Abhängigkeiten erfasst werden. Weiterhin bietet derartige Software unterschiedliche Auswertungsdiagramme zur geeigneten Dokumentation und Darstellung der ermittelten Zusammenhänge.

### **5.3.2 Differential Scanning Calorimetry**

Um thermische Eigenschaften wie Schmelzbereich und Kristallinitätsgrad der Polymere zu ermitteln wurden diese mittels Differential Scanning Calorimetry (DSC) untersucht. Das verwendete *DSC 1* des Herstellers *Mettler Toledo* ist mit 120 Thermoelementen ausgestattet, die eine hohe Empfindlichkeit der Messung garantieren. Die Messung wurde für PP in einem Temperaturbereich von 20 °C bis 200°C mit einer Heizrate von 10 °C/min und einer Kühlrate von 150 °C/min in jeweils zwei Aufheizphasen (Runs) durchgeführt.

Dabei wird der differentielle Wärmefluss zwischen Probe und einem inerten Referenzmaterial gemessen. Die Temperaturdifferenz wird zwischen Probe und Referenz zu Null geregelt und die dazu erforderliche elektrische Energie gemessen, die dem gesuchten Wärmefluss äquivalent ist. Phasenübergänge (beispielsweise Glasübergang, Kristallisation, Aufschmelzen) und chemische Reaktionen in der Probe äußern sich in sprunghaften Änderungen der endo-/exothermen Peaks des Wärmeflusses.

### **5.3.3 Online-Kapillarrheometrie**

Ein Polymer ist während der Extrusion im Meltblow-Verfahren hohen Scherraten ausgesetzt, was bei strukturviskosen Materialien eine Abnahme der Viskosität zur Folge hat. Neben der Scherung sind Temperatur, Druck und Zeit die signifikanten Einflussfaktoren auf die Viskosität im beheizten System (siehe auch Kapitel 2.4.2).

Für ein kontrolliertes Meltblow-Verfahren spielt das rheologische Verhalten des Polymers eine entscheidende Rolle, insbesondere bei hohen Temperaturen und Schergeschwindigkeiten oder wenn Additive verwendet werden, die Einfluss auf die Viskosität nehmen.

Um Viskositätsdaten der Polymere direkt im Prozess zu ermitteln wurde zwischen der ersten Spinnpumpe und der Meltblow-Düse ein Teil der Schmelze mittels einer zweiten Spinnpumpe zu einem Bypass abgeleitet und hier einer Rheometerkapillare mit Drucksensor am Einlauf zugeführt. Hiermit werden online Viskositätsdaten des Materials im Prozess erfasst. Eine Abnahme des Differenzdruckes über der Prozesszeit weist auf Zersetzungserscheinungen der Polymerschmelze im laufenden Prozess hin.

### **5.3.4 Dehnviskosimetrie**

Im Rahmen dieser Arbeit wurde zunächst versucht, einen eigenen linearen Abzug zu entwickeln und unterhalb einer Einkapillardüse zu installieren, um damit niederviskose Polymere abzuziehen. Auf Basis der Wickelgeschwindigkeit sollten dann Aussagen über die Schmelzestabilität bzw. Dehnviskosität möglich sein. Dieser Ansatz scheiterte an der unzureichenden Wickelpräzision und -geschwindigkeit sowie der abtropfenden Schmelze. Da kommerziell erhältliche Messinstrumente

bislang nur für geringe Dehngeschwindigkeiten ausgelegt sind, erfolgte eine indirekte Messung mittels Kapillarrheometrie bei der Firma *Göttfert*. Hierbei wird die scheinbare Dehnaviskosität nach einem Ansatz von *Cogswell* aus dem Scherexperiment abgeleitet (siehe auch Kapitel 2.4.3). Allerdings können auch hier die hohen Dehnraten des Meltblow-Verfahrens nicht abgebildet werden.

### **5.3.5 Hochgeschwindigkeits-Videotechnik**

Um die Faserbildung zwischen Düsenaustritt und Ablageband zu analysieren, wurden Hochgeschwindigkeitsaufnahmen sowohl an der Einkapillardüse als auch den Mehrlochdüsen erstellt. Dabei kamen zwei unterschiedliche Kameras zum Einsatz:

Es wurden die *Motion Pro HS 4* mit einem 15-linsigen *Nikon* Objektiv mit einem Brennweitenbereich von 28-85 mm sowie eine *Photron FASTCAM SA5* verwendet. Die *FASTCAM SA5* Kamera bietet äußerst scharfe Aufnahmen auch bei hohen Bildraten (z. B. 512 x 512 Pixel bei 25.000 Bildern pro Sekunde (fps)). Die Pixelgröße von 20  $\mu\text{m}$  ermöglicht zudem eine sehr hohe Lichtempfindlichkeit.

Durch die Einstellung der ROI (Region of Interest) lässt sich die Sensorauflösung bei beiden Kameras individuell definieren. Bei der Auswertung der Aufnahmen mit verschiedenen Einstellungen der Anlagenparameter kann über die Belichtungszeit und die gemessene Wegstrecke in Z-Richtung eine Abschätzung der mittleren Fadengeschwindigkeit vorgenommen werden. Weiterhin können die turbulenten Bereiche in Abhängigkeit des Luft- und Polymerdurchsatzes sowie die Bildung von Faserabrissen untersucht werden.

### 5.3.6 Rasterelektronenmikroskopie

Zur optischen Beurteilung der Vliesstoffe wurden elektronenmikroskopische Aufnahmen der Proben mittels REM gemacht. Es wurde hierfür ein *REM TM-1000* von *Hitachi* eingesetzt, mit dem bis zu 10.000-fache Vergrößerungen erstellt werden können. Die REM-Aufnahmen dienen primär der Feststellung der Faserdurchmesserverteilung. Außerdem werden die Vliese hinsichtlich ihrer Mikrostruktur und dem Auftreten von Fehlstellen, wie beispielsweise Faserbündelungen, begutachtet. Lichtmikroskopische Aufnahmen bieten dazu nicht die erforderliche Tiefenschärfe.

Die Proben werden vorab mit Gold/Palladium (80/20) besputtert, damit es während der Mikroskopie nicht zu elektrostatischen Aufladungen oder thermischen Schädigungen der Fasern kommt. Hierzu wurde ein Sputtergerät *SCD 40* von *Balzers Union* eingesetzt. Die dabei aufgetragene Schichtdicke beträgt ca. 10 nm.

### 5.3.7 Manuelle Faserdurchmesseranalyse

Für die Charakterisierung der Faserdurchmesserverteilung werden den Vliesstoffen verschiedene, zufällig ausgewählte Proben entnommen. Anschließend werden REM-Aufnahmen von mindestens drei, zufällig ausgewählten Stellen erstellt. Für die Auswertung werden REM-Bilder je nach Feinheit der Fasern mit zweitausend- bis zehntausendfacher Vergrößerung erstellt.

Die abgebildeten Fasern in den REM-Aufnahmen wurden anschließend mit dem Bildbearbeitungsprogramm *FixFoto* der *Joachim Koopmann Software* ausgewertet. Dieses Programm bietet ein pixelbasiertes

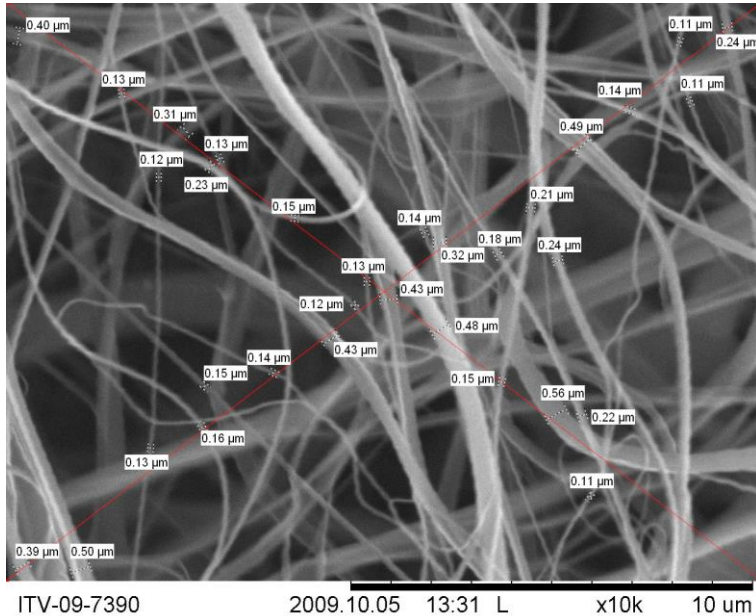


Vermessungsinstrument, mit dem es möglich ist, die Abstände der Faserkanten und damit den Faserdurchmesser manuell zu bestimmen. Um den subjektiven Einfluss des Messpersonals zu minimieren werden (rote) Diagonallinien in die REM-Aufnahmen eingezeichnet. Diejenigen Fasern, die von diesen Diagonallinien gekreuzt werden, werden an den jeweiligen Schnittpunkten vermessen. Jede Faser wird im Bildausschnitt nur einmal gemessen (siehe Abbildung 19). Fasern, die nicht in der Fokusebene liegen, werden nicht berücksichtigt. Von mindestens 40 Einzelfasern wird der Durchmesser bestimmt, damit eine statistisch vertretbare Aussage möglich ist. Die erhaltenen Messwerte werden in eine Tabelle übertragen, die Einheit Mikrometer ggf. in Nanometer umgerechnet und Momente und Quantile der Verteilung bestimmt (siehe Beispiel in Tabelle 7).

**Tabelle 7: Momente und Quantile der Faserdurchmesserverteilung des Musters aus Abbildung 19. Der Median sagt aus, dass 50 % der Fasern feiner als 0,23  $\mu\text{m}$  sind.**

MOMENTE			QUANTILE	[ $\mu\text{m}$ ]
Anzahl Fasern		107	Minimum	0,09
Mittelwert	[nm]	0,31	Quartil 25	0,14
Standardabweichung	[nm]	0,23	Median	0,23
Variationskoeffizient	[%]	74	Quartil 75	0,43
Prozent Anteil < 0,5 $\mu\text{m}$	[%]	98	Maximum	1,26

Abbildung 19 zeigt eine zugehörige, manuell vermessene REM-Aufnahme. Diese Prüfvorschrift zur manuellen Faserdurchmesseranalyse wurde im Rahmen dieser Arbeit erarbeitet. Trotz des hohen Aufwands der manuellen Analysen bleibt ein gewisser Unsicherheitsfaktor bei der Bestimmung der Faserdurchmesser bestehen, da die Auswertung subjektiven Einflüssen unterliegt. Daher wurde ein Verfahren zur automatischen Faserdurchmesseranalyse zusammen mit dem *Fraunhofer ITWM* entwickelt.

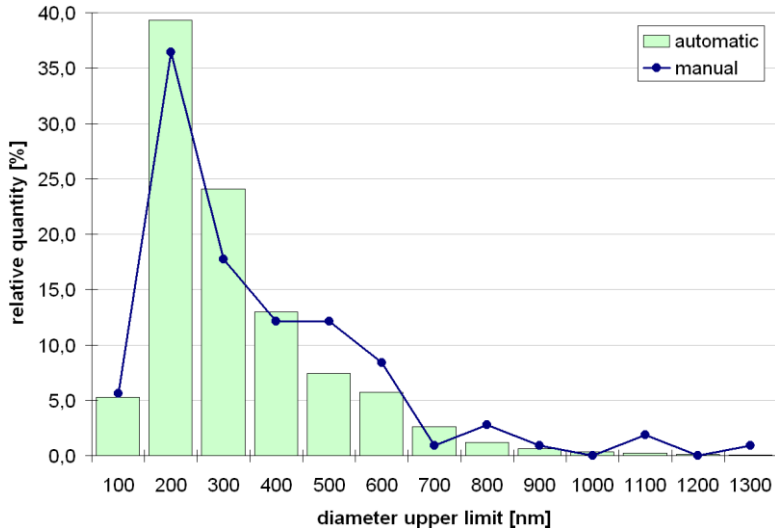


**Abbildung 19: 10.000-fach vergrößerte REM-Aufnahme eines Feinstfaser Meltblow-Vliesstoffes. An den Schnittpunkten mit den diagonalen Linien wurden die Faserdurchmesser manuell bestimmt.**

### **5.3.8 Automatische Faserdurchmesseranalyse**

Die vom *ITWM* entwickelte Software [89, 90] dient der automatischen Faserradienerfassung und kann somit die manuelle Vermessung mit Auswahl einzelner Fasern ablösen. Dabei werden alle Fasern auf ihrer ganzen Länge im Bildausschnitt erfasst. Ziel war neben der Objektivierung der Messung vor allem die Zeitersparnis bei der Auswertung vieler Bilddaten. Zur Validierung der Software wurden im Rahmen dieser Arbeit umfassende Prüfungen und Vergleiche mit der manuellen Messmethode

unternommen. Das Histogramm in Abbildung 20 zeigt eine typische logarithmische Normalverteilung der Faserdurchmesser des Musters aus der REM-Aufnahme in Abbildung 19.



**Abbildung 20: Histogramm der klassierten Häufigkeitsverteilung. Die Balken zeigen die Verteilung der automatischen Analyse, die blaue Linie visualisiert die Ergebnisse der manuellen Analyse.**

Wie bereits an anderer Stelle beschrieben [37] wurde festgestellt, dass die Faserdurchmesser generell nicht einer Normalverteilung, sondern einer logarithmischen Normalverteilung folgen. Dies lässt sich dadurch begründen, dass ein sehr hoher Anteil feiner Fasern einem geringen Anteil größerer Fasern (auch aufgrund von Verklebungen) gegenübersteht. In der Verfahrenstechnik ist das ein durchaus häufiges Phänomen, z. B. bei Partikelverteilungen oder bei Tropfen-Größenverteilungen in Zerstäubungsvorgängen, wo Agglomerate der Fluid- oder Feststoffphasen im Dispersionsmittel entstehen können.

Neben Histogrammen sind Graphen der kumulierten Häufigkeitsverteilung eine geeignete Darstellungsform der Faserdurchmesserverteilung (siehe Abbildung 33 auf Seite 113). Dabei wird die Häufigkeit der Messwerte kumuliert über der Durchmesser-Klasseneinteilung abgetragen. Dies ermöglicht sowohl die Analyse unterschiedlicher REM-Aufnahmen eines Vliesstoffes, als auch den Vergleich zwischen unterschiedlichen Messmethoden. Weiterhin kann die Dichte der Verteilung eine sinnvolle Darstellungsform sein.

### **5.3.9 Luftdurchlässigkeitsprüfung**

Ergänzend liefern Durchströmungsprüfungen wie Porometrie oder Luftdurchlässigkeit zusätzliche Informationen über die theoretische Porengröße, die Packungsdichte bzw. Porosität der Vliesstoffe. Diese Messungen geben Hinweise auf den Aufbau eines Filtermediums und erlauben qualitative Vergleiche zwischen verschiedenen Medien. Die tatsächliche Abscheideeffizienz und der Druckverlust müssen jedoch anhand genormter Filtrationsprüfungen sowohl an der Flächenware, als auch am fertig konfektionierten (ggf. plissierten) Filtermedium ermittelt werden.

Die Luftdurchlässigkeit ist vor allem von der Größe und Anzahl der, in einem Textil enthaltenen Öffnungen und damit der Porenstruktur abhängig. Untersuchungen an Meltblow-Vliesstoffen ergaben, dass die Luftdurchlässigkeit eine gute Korrelation zu Porengrößen aufweist. Die Luftdurchlässigkeit wird insbesondere von der Dichte des Flächengebildes sowie der Feinheit und Struktur (Oberflächenrauigkeit) der Fasern beeinflusst.

Die Luft- oder Gasdurchlässigkeit ( $L_d$ ) ist nach *Clayton* bzw. *Mangegold* definiert als die Luftmenge ( $V$ ), die in einer bestimmten Zeiteinheit ( $t$ ) durch die Fläche ( $A$ ) hindurchströmt, wenn eine Differenz zwischen dem Druck am Lufteintritt ins Textil und dem Luftaustritt besteht [91]. In der Regel erfolgt die Messung bei festgelegtem Unterdruck, damit wird die Luftdurchlässigkeit zu:

$$L_d = \frac{V}{A \cdot t} = \frac{\dot{V}}{A} \quad \left[ \frac{dm^3}{m^2 \cdot s} \right] \quad (24)$$

Die Vliesstoffproben wurden in dieser Arbeit einer Luftdurchlässigkeitsprüfung nach DIN EN ISO 9073-15:2008 [92] unterzogen. Bei dieser Prüfung wird der Luftvolumenstrom ( $\dot{V}$ ) senkrecht zur Oberfläche einer vorgegebenen Fläche eines Vliesstoffes (20 cm<sup>2</sup>) bei festgelegtem Differenzdruck (200 Pa) über einen bestimmten Zeitraum (1 s) gemessen.

### 5.3.10 Porometrie

Der „Bubble-Point-Test“ oder auch „Gasblasentest“ erlaubt es auf einfache Weise, den Durchmesser der scheinbar größten Pore zu bestimmen. Der zu charakterisierende poröse Körper wird hierzu vollständig mit einer Prüf Flüssigkeit benetzt, deren Oberflächenspannung niedrig und bekannt ist. Danach wird die Probe einseitig mit Luft beaufschlagt und der Druck so lange gesteigert, bis die erste Blase erscheint. Dieser Druck wird als „Bubble-Point-Druck“ bezeichnet. Unter Berücksichtigung der Oberflächenspannung und des zum Öffnen der ersten Pore notwendigen

Druckes kann die scheinbar größte Pore unter der Annahme kreisförmiger Poren nach folgender Gleichung berechnet werden [93]:

$$d_x = \frac{4 \cdot \delta \cdot \cos \varphi}{\Delta p} \quad (25)$$

Dabei sind:

$d_x$	„scheinbarer“ Porendurchmesser	[m]
$\delta$	Oberflächenspannung	[N/m]
$\cos \varphi$	Benetzungswinkel	[-]
$\Delta p$	Druckdifferenz am Filter	[Pa]

Der Durchmesser ( $d_x$ ) bezeichnet eine kreisrunde Pore, deren Fläche gleich dem der realen irregulär geformten Pore ist.

Meltblow-Vliesstoffe weisen nicht nur eine diskrete Porengröße, sondern ein Porengrößenspektrum auf. Dieses wird heute durch ein automatisiertes Messgerät ermittelt, das auf dem „Bubble-Point-Prinzip“ (ASTM E 1294) basiert.

Die Materialien wurden nach der Technischen Anweisung (TA) des DITF für Vliesstoffe: „Bestimmung der Porengröße am *Coulter Porometer*“ geprüft. Dabei wird *Coulter Porofil* als Prüfliquid verwendet. Die Proben werden vor der Messung auf einen Durchmesser von 25 mm (4,9 cm<sup>2</sup>) ausgestanzt. Der Messbereich erstreckt sich von 0,07 µm bis 300 µm (theoretische Porengröße).

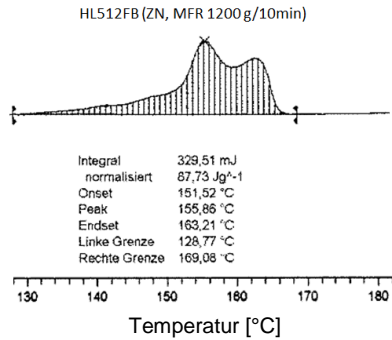
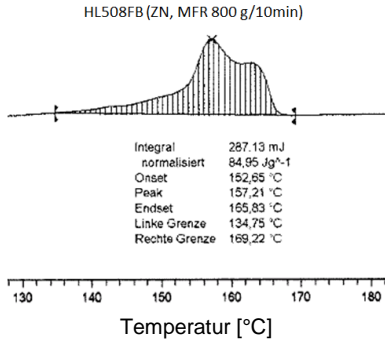
## 5.4 Herstellung von Feinstfasern im Labormaßstab

In diesem Kapitel werden intensive Materialstudien sowie Laborversuche mittels Einkapillardüsen-System behandelt. Ziel ist es, die relevanten Prozesszusammenhänge aufzuzeigen sowie allgemeine Ansätze zur Erzeugung von Feinstfasern zu diskutieren.

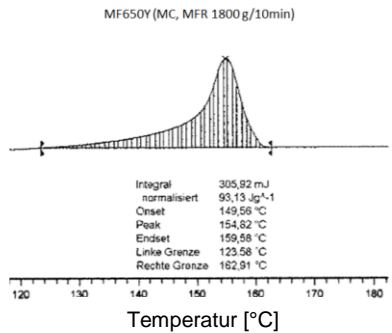
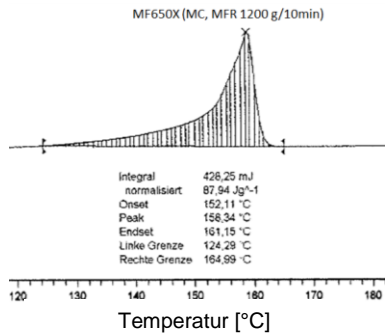
### 5.4.1 Thermische Eigenschaften der Polymere

#### Einen Vergleich der eingesetzten PP-Typen mittels DSC zeigt

Abbildung 21 (a und b). Dafür wurden die Proben aus vergleichbar hergestellten Meltblow-Vliesstoffen entnommen. Um Messfehler und Unterschiede der thermischen Vergangenheit auszuschließen ist jeweils nur der zweite Run dargestellt. Es wird deutlich, dass die *Ziegler-Natta* (ZN) katalysierten *Borealis* Materialien (HL508FB und HL512FB) beim Aufschmelzen eine bimodale Verteilung der endothermen Peaks zeigen. Dies deutet auf eine breite Molekulargewichtsverteilung mit unterschiedlichen Kettenlängen hin. Dagegen zeigen die Metallocen (MC) katalysierten *Basell* Materialien (MF650X und MF650Y) beim Phasenübergang nur einen deutlichen Peak und damit einen klaren Punkt des Aufschmelzens der Hauptkettenlänge im Temperaturbereich 154 °C - 158 °C, was erwartungsgemäß mit einer engeren Molekulargewichtsverteilung einhergeht. Das normalisierte Integral deutet für beide MFR 1200 g/10min Typen mit je ca. 88 Jg<sup>-1</sup> auf einen vergleichbaren Kristallisationsgrad hin.



**Abbildung 19 a: Vergleich der DSC-Kurven (2. Run) der PP-Typen *Borealis* HL508FB und HL512FB**



**Abbildung 21 b: Vergleich der DSC-Kurven (2. Run) der PP-Typen *Basell* MF650X und MF650Y**

Zur Bestimmung des Kristallisationsbereiches wurden zudem Abkühlkurven mittels DSC an den Polymergranulaten angefertigt (Abbildung 22. und Abbildung 23).



Probe: PP HL512FB, 3,9730 mg

Methode: A\_PP -20°C bis 200°C 2 runs (N2)  
dt 1,00 s  
-20,0-200,0°C 20,00°C/min, N2 50,0 ml/min  
200,0°C 2,0 min N2 50,0 ml/min  
200,0-20,0°C -20,00°C/min N2 50,0 ml/min  
-20,0°C 5,0 min N2 50,0 ml/min  
-20,0-200,0°C 20,00°C/min N2 50,0 ml/min  
Synchronisation eingeschaltet

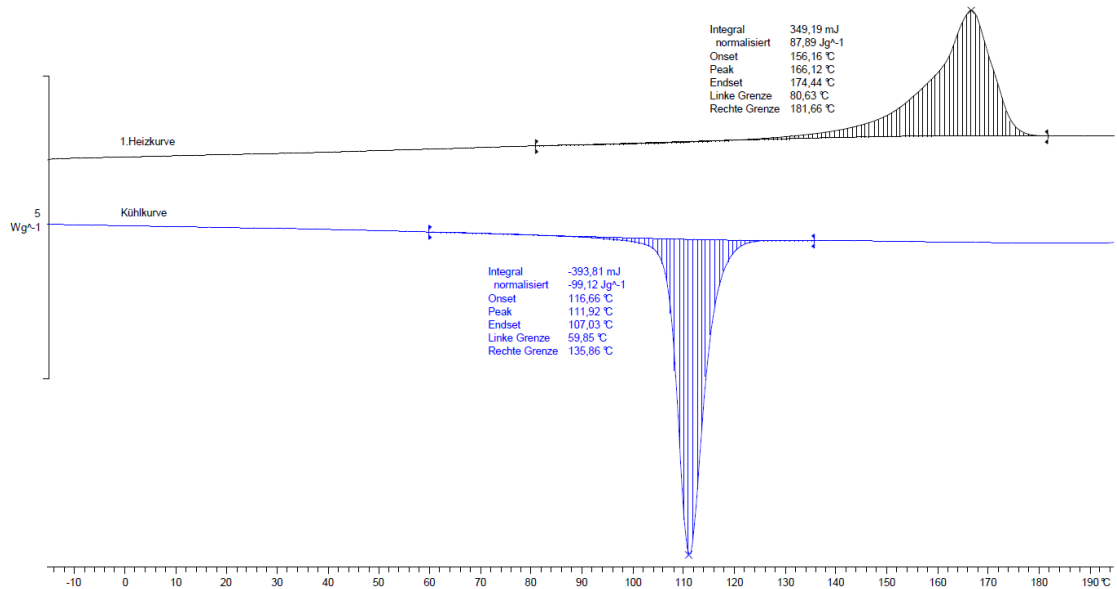


Abbildung 22: DSC-Analyse der Heiz- und Kühlkurve des PP HL512FB

Die Heizrate betrug dabei 20 °C/min in einem Bereich von -20 °C - 200 °C. Anschließend wurden 200 °C für zwei Minuten gehalten und mit einer Kühlrate von 20 °C/min abgekühlt. Die Kristallisation des PP HL512FB lag in einem Temperaturbereich von ca. 117 °C - 107 °C, für das PP MF650X wurden 112 °C - 98 °C gemessen. Die Messwerte korrespondieren gut mit den Angaben der Literatur ( $T_{pc}$  118 °C, siehe Kapitel 2.3.3). Die leichte Abweichung lässt sich durch die anderen Heiz- und Kühlraten erklären. Wodurch sich die Abweichung der Kristallisationspeaks ( $T_{pc}$ ), HL512FB bei 112 °C gegenüber MF650X bei 106 °C, in dieser Messung begründen lässt bleibt unklar, könnte aber eine Erklärung für die feineren erreichbaren Faserdurchmesser mit der Type MF650X sein. Realistische Kühlraten, die die rapide Abkühlung im Meltblow-Verfahren simulieren würden, lassen sich mittels DSC nicht darstellen.

Die 2. Heizkurve lieferte keine zusätzliche Information und wurde daher aus Gründen der Übersichtlichkeit in diesen Abbildungen nicht dargestellt.

Probe: PP MF650X, 3,2670 mg

Methode: A\_PP -20°C bis 200°C 2 runs (N2)

dt 1,00 s

-20,0-200,0°C 20,00°C/min, N2 50,0 ml/min

200,0°C 2,0 min N2 50,0 ml/min

200,0-20,0°C -20,00°C/min N2 50,0 ml/min

-20,0°C 5,0 min N2 50,0 ml/min

-20,0-200,0°C 20,00°C/min N2 50,0 ml/min

Synchronisation eingeschaltet

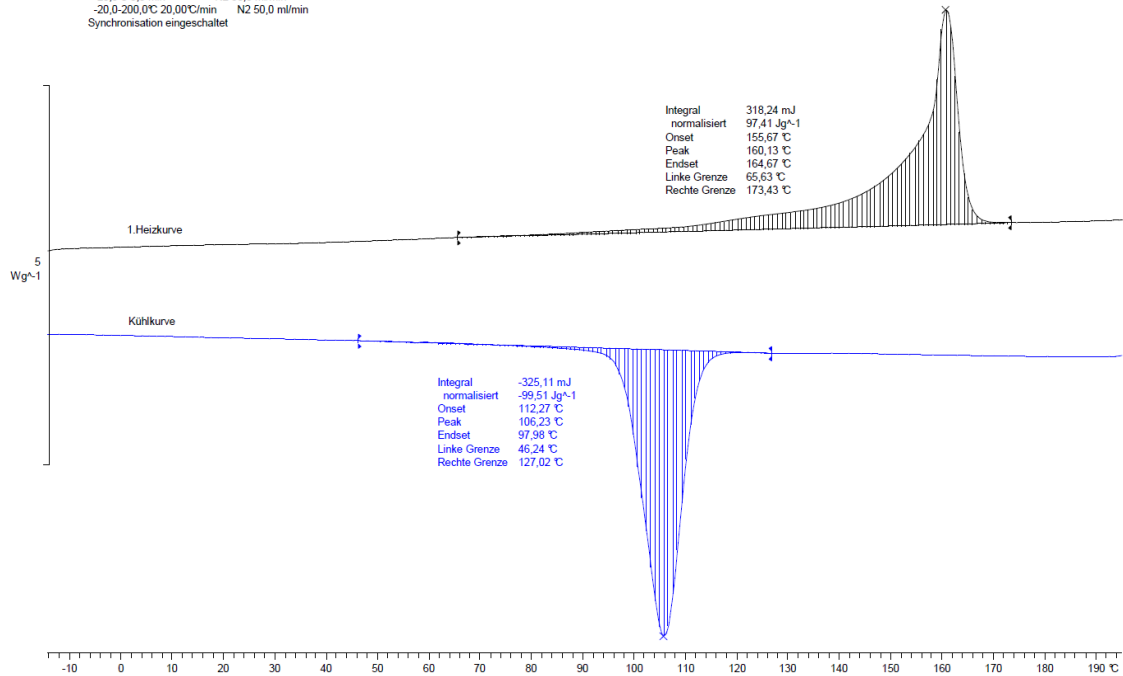


Abbildung 23: DSC-Analyse der Heiz- und Kühlkurve des PP MF 650X

#### 5.4.2 Online-Kapillarrheometrie (Scherviskosität)

Um realistische Viskositätsdaten der Polymere zu bekommen wurden Messungen an der Meltblow-Laboranlage mittels Online-Kapillarrheometer durchgeführt. Die Online-Messungen erfolgten mit den Kapillargeometrien 20/1,0 mm und 40/1,0 mm (Länge/Durchmesser).

Tabelle 8 zeigt eigene Messergebnisse der vier PP-Typen im Vergleich zu den Angaben der Hersteller. Vergleicht man die Viskosität für verschiedene Schergeschwindigkeitsbereiche, so stellt man eine grundsätzliche Übereinstimmung der Viskositätsmessungen mittels Online-Rheometer mit den Offline-Viskositätsmessungen sowie den MFR-Angaben der Polymerhersteller fest. Im betrachteten Schergeschwindigkeitsbereich liegen die eigenen Messwerte unter denen der Hersteller. Diese Abweichungen sind mit der 10 °C bzw. 20 °C höheren Temperatur und der thermischen Vergangenheit der Polymere in den verschiedenen Messverfahren zu begründen. Zudem wird deutlich, dass die Werte aus den Rotationsrheometer-Tests (*Borealis*) deutlich stärker von den eigenen Online-Messungen abweichen als die der Kapillarrheometer-Messungen (*Basell*), was auf die abweichende Messmethodik zurückzuführen ist.

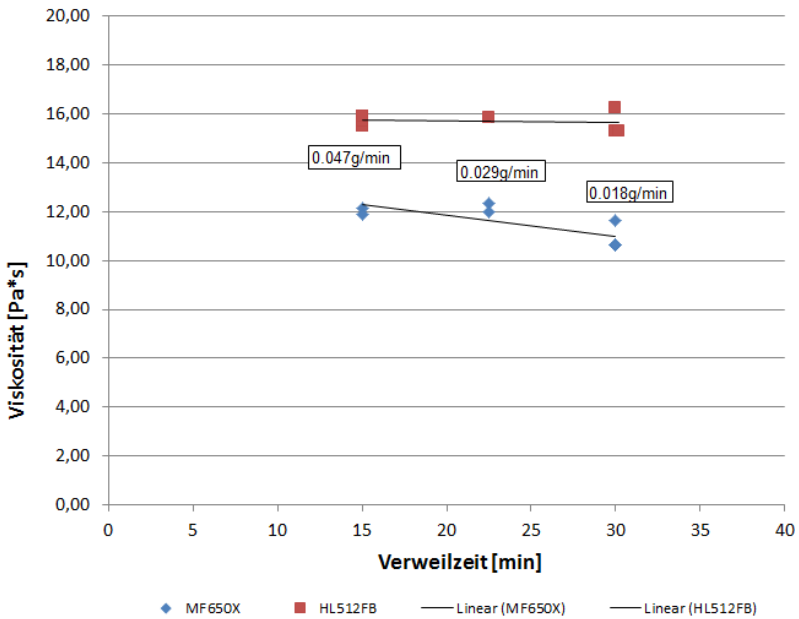
**Tabelle 8: Vergleich von Viskositätsmesswerten der Polymerhersteller *Basell* und *Borealis* und der am Online-Rheometer ermittelten Werte. Die Werte von *Borealis* stammen aus einer Messung mittels Rotationsrheometer [87], die *Basell*-Messwerte aus Messungen mittels Offline-Kapillarrheometer.**

Hersteller	Material	MFR	Scherrate	Hersteller	Online
		[g/10min]	[s <sup>-1</sup> ]	Messung	Messung
				Viskosität	Viskosität
				[Pa*s] 180°C	[Pa*s] 200°C
Borealis	HL508FB	800	130	47	29
			560	43	24
Borealis	HL512FB	1200	130	35	19
			560	32	18
				[Pa*s] 190°C	[Pa*s] 200°C
Basell	MF650X	1200	130	15	14
			560	14	13
Basell	MF650Y	1800	130	10	10
			560	9	10

Der Vergleich zwischen den beiden MFR 1200 g/10min Materialien zeigt in der Online-Messung eine über 20 % geringere Viskosität des MF650X gegenüber dem HL512FB. Einzig das Polymer HL508FB zeigt ein signifikantes scherverdünnendes, also strukturviskoses Verhalten im untersuchten Schergeschwindigkeitsbereich. Dies weist darauf hin, dass bei diesem Material bereits bei geringen Temperaturen und niederen Scherraten ein thermischer Abbau einsetzt.

Diese Ergebnisse verdeutlichen die Notwendigkeit einer anwendungsbezogenen Viskositätsbestimmung, da die Informationen der Hersteller häufig nicht vergleichbar sind und der MFR nur sehr grob die Viskosität wiedergibt, wie auch in der Gegenüberstellung mit den Online-Rheometerdaten sichtbar wird.

Bei den geringeren Scherraten (130 1/s) lag ein reduzierter Polymermassenstrom vor, was bei gleichbleibender Geometrie zwangsläufig zum Anstieg der Verweilzeit im System führt. Verweilzeit bezogene Online-Rheometermessungen zeigen für die Metalloccen katalysierten PP-Typen MF650Y und MF650X eine messbare Viskositätsabnahme. Bei der Verdopplung der Verweilzeit im beheizten System von 15 auf 30 Minuten konnte beim *Basell* Polymer MF650X eine Viskositätsabnahme von ca. 10 % festgestellt werden (Abbildung 24).



**Abbildung 24: Veränderung der Viskosität in Abhängigkeit der Verweilzeit (bzw. Kapillardurchsatz an der Meltblow Einkapillardüse). Messung mittels Online-Rheometer (Rheometer-Kapillare: 20/1,0, Temperatur: 200°C) für MF650X und HL512FB**

Je geringer die Viskosität einer strukturviskosen Flüssigkeit ist und je geringer somit die inneren Widerstandskräfte sind, desto schneller kann sie

verstreckt werden. Eine geringe Viskosität ist also insofern erwünscht, als dass sehr niederviskose Polymere bereits bei geringer Verstreckung feine Fasern ausbilden. Demgegenüber kann es bei sehr kurzen Polymerketten (z. B. durch thermische Zersetzung) verstärkt zu Faserabbrissen kommen. Bei der *Ziegler-Natta* katalysierten Type (HL512FB) ist die Viskositätsreduktion durch thermische Einwirkdauer in diesem Zeitrahmen nicht festgestellt worden. Bei höherer Verweilzeit oder Temperatur waren hier jedoch starke Zersetzungen mittels DSC nachweisbar, was sich in einem breiten und bimodalen Kurvenverlauf äußerte.

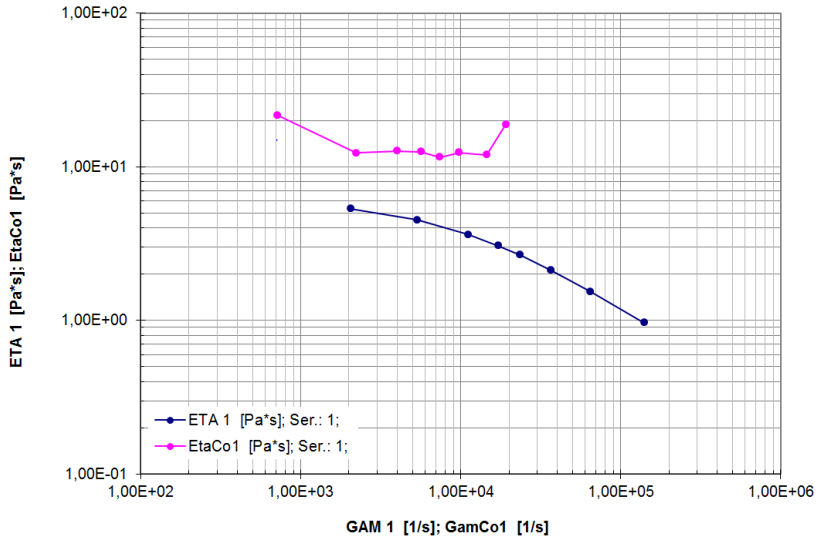
### 5.4.3 Offline-Kapillarrheometrie (Dehnviskosität)

Neben der Scherviskosität ist in Spinnprozessen die Dehnviskosität von Bedeutung. Aus exakten Messungen des Einlaufdruckverlusts mittels Kapillarrheometer konnte die Dehnviskosität nach einem Ansatz von *Cogswell* aus dem Scherexperiment abgeleitet werden. Die Messung erfolgte an einem *Göttfert Rheograph* (2 x 15 mm Prüfkanal) mit zwei unterschiedlichen Kapillaren L/d 30/0,5 mm und 0,2/0,5 mm - „Nulldüse“. Mit Hilfe der *Bagley*-Korrektur wurden Einlaufdruckverlust und viskoser Druckverlust bestimmt. Ergebnisse dieser Offline-Viskositätsmessungen im Scherfeld nach ISO 11443:2005 [94] sind in doppelt logarithmischen Diagrammen dargestellt (Abbildung 25 und Abbildung 26).

Abbildung 25 veranschaulicht die Dehn- und Scherviskosität der niederviskosen PP-Type der Untersuchung (MF650Y). Die Scherviskosität (untere, blaue Kurve) zeigt ein deutlich strukturviskoses Verhalten der Polymere bei Schergeschwindigkeiten oberhalb 2.000 1/s. Da alle Messungen mit PP bei einer Temperatur von 220 °C und hohen Scherraten

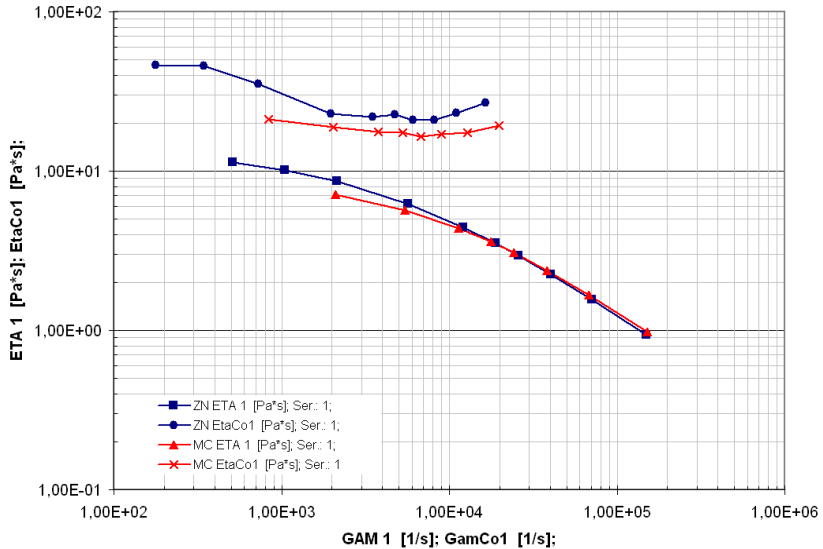
durchgeführt wurden, ist die Scherviskosität nochmals deutlich unterhalb der online ermittelten Werte bei 200 °C (siehe Kapitel 5.4.2). Eine Scherviskosität von 5 - 1 Pa s ist für Spinnprozesse mit thermoplastischen Materialien außergewöhnlich gering. Derart geringe Viskositätswerte sind eher von Polymerlösungen bekannt. Die Dehnviskosität (obere Kurve) sinkt zunächst von einem linearen Plateau im Bereich geringer Deformationen stetig ab (siehe hierzu auch Kapitel 2.4.3), geht dann in einen kurzen linearen Bereich über, bevor sie bei hohen Deformationen mit einer Art Dehnverfestigung wieder ansteigt. Überraschender Weise wurde für alle hier untersuchten Polymere eine Dehnverfestigung in der Region ab Dehnraten größer 10.000 1/s gefunden. Hiermit lässt sich die enorme Spinnstabilität bzw. Dehnbarkeit der Materialien erklären. Allerdings liegen die im Meltblow-Verfahren stattfindenden Dehngeschwindigkeiten nochmals um mehrere Größenordnungen über dem hier gemessenen Bereich (siehe hierzu auch Kapitel 5.4.9 Turbulenzmodell).





**Abbildung 25: Ergebnisse der offline gemessenen Scher- (ETA 1) und Dehnviskosität (EtaCo1) über Schergeschwindigkeit (GAM 1) und Dehngeschwindigkeit (GamCo1) für das niederviskoseste PP (MFR 1800 g/10min) der Untersuchungsreihe; Messung mittels *Göttfert Rheograph 75<sup>®</sup>* bei 220 °C**

Der Vergleich der beiden Polymere mit MFR 1200 g/10min ist in Abbildung 26 dargestellt.



**Abbildung 26: Vergleich der Scher- (ETA 1) und Dehnviskosität (EtaCo1) zweier PP-Typen mit MFR 1200 g/10min. Messung bei 220 °C. Dabei bedeuten ZN = Ziegler-Natta katalysierte PP-Type, MC = Metallocen katalysierte PP-Type**

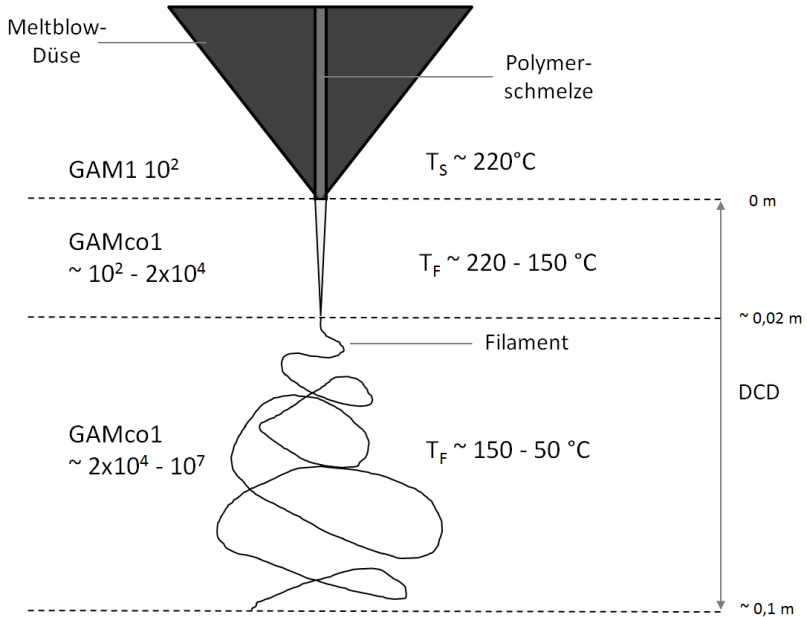
Vergleicht man die beiden MFR 1200 g/10min PP-Typen der Firmen *Basell* und *Borealis* anhand der Scher- und Dehnviskosität (Abbildung 26) wird deutlich, dass signifikante Unterschiede in deren Fließverhalten vorliegen. Diese Unterschiede können großen Einfluss auf die Spinnstabilität der Materialien haben. Wie mittels DSC gezeigt, verfügt das *Basell*-Material über eine engere Molekulargewichtsverteilung. Das PP von *Borealis* wurde hingegen mit einem Standard *Ziegler-Natta*-Katalysator synthetisiert und mit Peroxiden auf die geringe Viskosität gebracht, was zu einer breiteren Molekulargewichtsverteilung führt.

Die Fließkurven bei Scherbeanspruchung in Abbildung 26 zeigen ein vergleichbares strukturviskoses bzw. scherverdünnendes Verhalten. Bei

geringeren Scherraten hat das Metallocen katalysierte Material von *Basell* eine ca. 10 - 20 % geringere Viskosität. Diese Erkenntnis stimmt auch mit den Ergebnissen aus den Online-Messungen überein. Die geringere Viskosität der *Basell* Type liefert eine Erklärung zur Bildung feinerer Fasern im Meltblow-Prozess. Bei höheren Scherraten gleichen sich die Materialien an.

Die Dehnviskosität ist beim *Borealis* PP zunächst ca. 40 % höher, die Kurven nähern sich dann etwas, bevor sie im Zuge der Dehnverfestigung wieder etwas stärker auseinander trift. Die Höhe dieses Anstiegs steht in engem Zusammenhang mit der Spinnstabilität der Materialien [65]. Die *Basell* Type zeigt diesen Anstieg später und im untersuchten Bereich weniger ausgeprägt als das *Borealis* PP. Zur genaueren Interpretation müssen zukünftig weitere Messungen erfolgen. Es konnte gezeigt werden, dass sich zwei Materialien trotz der gleichen MFR im realen Scherfeld und unter Dehnbeanspruchungen deutlich unterscheiden. Dadurch lässt sich auch ein unterschiedliches Verhalten in der Faserbildung im Meltblow-Verfahren besser nachvollziehen.

Durch die Limitierungen der Messaggregate konnte die sehr interessante Region höherer Dehngeschwindigkeiten ( $> 2E^{+4}$ ) und geringer Temperaturen im Bereich der Schmelztemperatur nicht untersucht werden. Zukünftig müssen in diesem Bereich weitere Anstrengungen unternommen werden, um die Materialien hinsichtlich ihrer Dehnviskosität zu charakterisieren. Abbildung 27 veranschaulicht dazu real auftretende Scher- und Dehnraten und mögliche Temperaturfenster während des Fadenbildungsprozesses für Polypropylen im Bereich bis 0,1 m unterhalb der Düsenspitze.



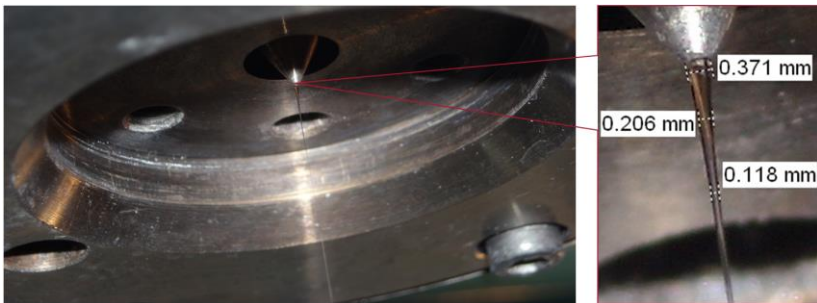
**Abbildung 27: Skizze eines möglichen Dehnungs- und Temperaturverlaufs des Fadens im Freistrahlauf unterhalb einer Meltblow-Düse für PP. Dabei sind  $T_S$  Temperatur der Polymerschmelze in der Meltblow-Düse,  $T_F$  Temperatur des Filaments nach Düsenaustritt, GAM 1 Schergeschwindigkeit und GamCo1 theoretischer Dehnungsbereich**

#### 5.4.4 Ermittlung der Strangaufweitung an Einkapillardüsen

Abbildung 28 zeigt vergrößerte Aufnahmen der Düsenspitze des Einkapillardüsen-Systems. Zur Ermittlung der Strangaufweitung wurde die Luftschneidenplatte entfernt, sodass die Düsenspitze frei einsichtig war. Mit Hilfe hochauflösender Digitalaufnahmen war anschließend eine genaue Betrachtung und Vermessung des austretenden Schmelzestrangs möglich,

um das Auftreten und ggf. das Maß der Strangaufweitung in Abhängigkeit der Prozessparameter zu erfassen.

Es konnte selbst mit dem Polymer der höchsten Viskosität der Untersuchung keine Strangaufweitung im relevanten Polymerdurchsatzbereich (0,05-0,1 g/min) ermittelt werden. Bei einem Kapillardurchmesser von 0,4 mm nimmt der Durchmesser des Strahls nach Austritt aus der Düse unmittelbar auf ca. 0,37 mm ab (Abbildung 28 rechts). Auch bei allen anderen hier untersuchten PP-Typen und variierenden Düsengeometrien konnte keine Strangaufweitung gemessen werden. Bei geringen Kapillardurchsatzraten unter 0,05 g/min ohne relevante Anblasung neigt das Material stark zum Abtropfen, was eine Messung verhindert.



**Abbildung 28: Untersuchung zur Strangaufweitung an einer Einkapillardüse:  
PP HL508FB (MFR 800 g/10min); Düse: 0,4 mm/10 d,  
Kapillardurchsatz 0,09 g/min, minimale Anblasung (0,1 bar) zur  
Verhinderung der Tropfenbildung**

Erklärt werden kann dieses Verhalten dadurch, dass im Vergleich zu hochmolekularen Spinnpolymeren hier nur sehr kurze Makromolekülketten vorliegen, die zu sehr geringen Relaxationszeiten und Normalspannungen führen. Bei den hier eingesetzten, extrem niederviskosen Polymer-Typen für das Meltblow-Verfahren (MFR 800, 1200, 1800 g/10min) und

Temperaturen über 200°C wird der „memory effect“ des elastischen Anteils gegenüber den Verzugskräften vernachlässigbar klein, sodass keine Strangaufweitung messbar ist. Dieses Verhalten ist zur Herstellung möglichst feiner Fasern durchaus erwünscht und nur für die hier verwendeten sehr geringen Kapillardurchsatzraten gültig. Untersuchungen von Khan [76] zeigen eine messbare Strangaufweitung auch für niederviskose PP-Typen bei höheren Polymerdurchsatzraten.

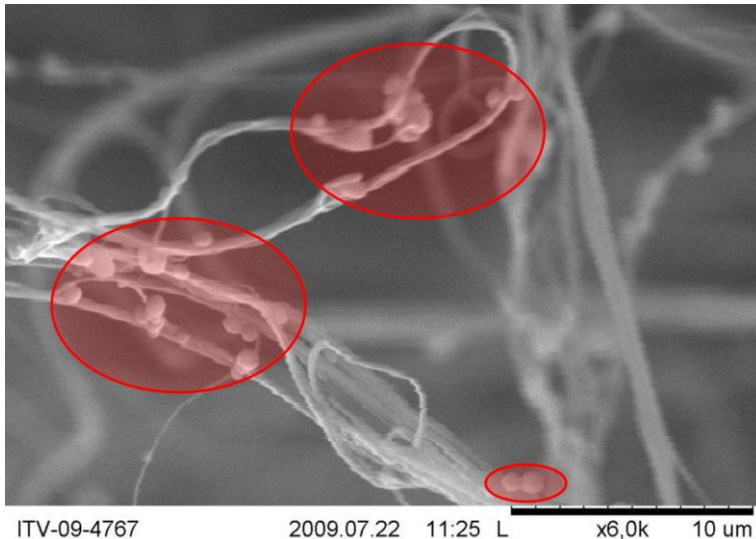
Die Informationen über das Strangaufweitungsverhalten der Materialien wurden für die Simulation des Meltblow-Verfahrens benötigt.

#### **5.4.5 Einfluss der Verweilzeit auf die Faserbildung**

Die Verweilzeit der Polymere oberhalb des Schmelzpunktes hat einen großen Einfluss auf die Schmelzeviskosität und die Spinnstabilität. Daher wurde bei der Durchführung der Versuche darauf geachtet, die thermische Zersetzung der Makromolekülketten (Degradation) zu berücksichtigen. Aus vorangegangenen Untersuchungen konnte ein hoher Grad des thermischen Abbaus und das Auftreten sphärischer Partikel („Tröpfchen“) im Vlies bei höheren Verweilzeiten bei Temperaturen über 200 °C festgestellt werden. Das Einkapillardüsen-System bietet die Möglichkeit die Verweilzeit vom Eintritt in die Extruderschnecke bis zum Düsenaustritt, je nach Polymermassenstrom (Spinnpumpendrehzahl) zwischen 10 und 80 Minuten zu variieren.

Zur Klärung des Viskositätseinflusses bei thermischer Degradation wurden Versuche angestellt, die bei höherer Produktivität feinere Fasern liefern sollten. Hierzu wurde die Verweilzeit der Polymere im beheizten System durch anlagentechnische Modifikationen nochmals erhöht. Dadurch

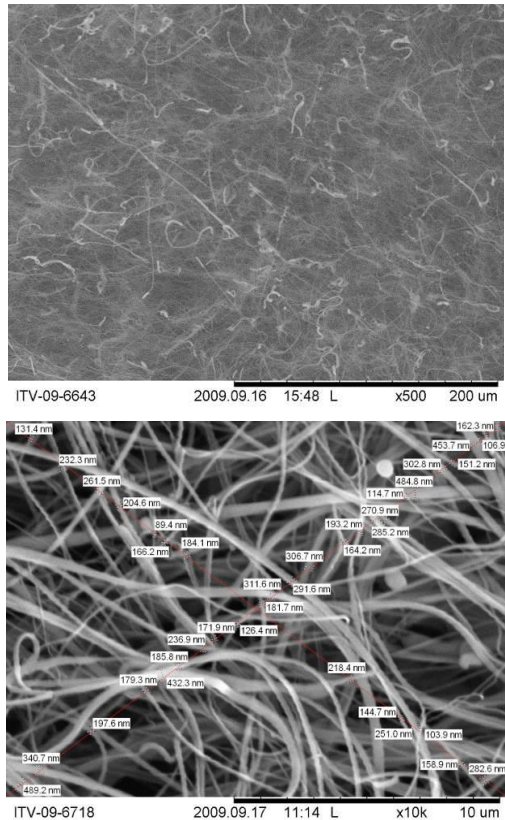
konnten Vliesstoffe mit einem mittleren Faserdurchmesser von  $0,2\ \mu\text{m}$  bei einem Kapillardurchsatz von ca.  $0,05\ \text{g/min}$  erzielt werden. Diese Einstellungen zeigten jedoch extremen Faserflug im Herstellungsprozess. Unter dem Rasterelektronenmikroskop wurden zudem Fehlstellen in Form sphärischer Partikel (Tröpfchen) festgestellt, wie Abbildung 29 verdeutlicht.



**Abbildung 29: 6.000-fach vergrößerte REM-Aufnahme eines Meltblow-Vliesstoffes mit rot markierten Fehlstellen in Form von sphärischen Partikeln durch thermische Zersetzung**

Dies lässt den Schluss zu, dass ein thermischer Abbau der Makromolekülketten stattgefunden hat, welcher mit der langen Verweilzeit der Schmelze im beheizten Zustand einhergeht. Wichtig bleibt zu erwähnen, dass es sich bei derartigen Fehlstellen nicht um klassische „Shots“ handelt, da diese i.d.R. Durchmesser von mehreren Mikrometern besitzen. Die hier gefundenen Tröpfchen liegen meist im Durchmesserbereich um  $1\ \mu\text{m}$ . Diese sphärischen Partikel wurden bereits in einer anderen Untersuchung

zur Erzeugung feinsten Meltblow-Fasern erwähnt [36], allerdings wurde hier nicht der Zusammenhang zu thermisch degradierten Makromolekülketten hergestellt, sondern auf Oberflächenspannungseffekte verwiesen. Abbildung 30 zeigt eine 10.000-fach vergrößerte REM-Aufnahme eines Vliesstoffes mit Faserdurchmessern im Median um 200 nm. Die zugehörige Statistik zur Faserdurchmesserverteilung ist in Tabelle 9 aufgeführt.



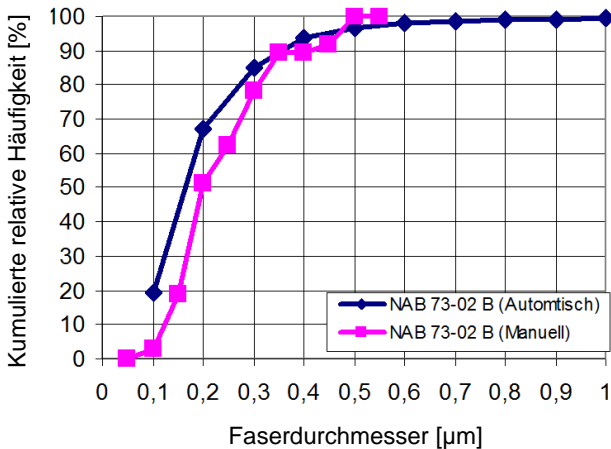
**Abbildung 30: Oben 500-fach und unten 10.000-fach vergrößerte REM-Aufnahmen eines Feinstfaser Meltblow-Vliesstoffes welcher mit der Einkapillardüse nach langer Verweilzeit hergestellt wurde**



**Tabelle 9: Momente und Quantile aus der manuellen Faserdurchmesseranalyse**

MOMENTE		QUANTILE	
			[ $\mu\text{m}$ ]
Anzahl Fasern	37	Minimum	0,89
Mittelwert [nm]	0,23	Quartil 10	0,12
Standardabweichung [nm]	0,11	Quartil 25	0,16
Variationskoeffizient [%]	48	Median	0,20
Prozent Anteil < 0,5 $\mu\text{m}$ [%]	100	Quartil 75	0,28
		Quartil 90	0,38
		Maximum	0,49

Sowohl in der manuellen Faserdurchmesseranalyse als auch in der automatischen Analyse (Abbildung 31) von mehreren Aufnahmen dieses Vliesstoffes konnte diese Faserfeinheit bestätigt werden.



**Abbildung 31: Kumulierte Häufigkeit der Faserdurchmesser. Vergleich der Ergebnisse aus der manuellen Faserdurchmesseranalyse einer REM-Aufnahme (Abbildung 30 rechts) und der automatischen Analyse von drei weiteren Aufnahmen dieses Vliesstoffes**

Nach sorgfältiger Prüfung der Literatur zeigen diese Ergebnisse mit Faserdurchmessern im Median < 0,2  $\mu\text{m}$  die bislang feinsten Fasern aus thermoplastischen Polymeren, die im Meltblow-Verfahren hergestellt werden konnten. Bei der Herstellung kam eine Einkapillardüse mit einem

Durchmesser von 0,2 mm und einem L/d-Verhältnis von 5 zum Einsatz. Es wurde das Polymer MF650Y verwendet und über eine Verweilzeit von über 60 Minuten mit 200 - 260 °C vom Extruder bis zum Spinnkopf beaufschlagt. Die detaillierten Faserdurchmesser-Analysen sind im Anhang dieser Arbeit zu finden.

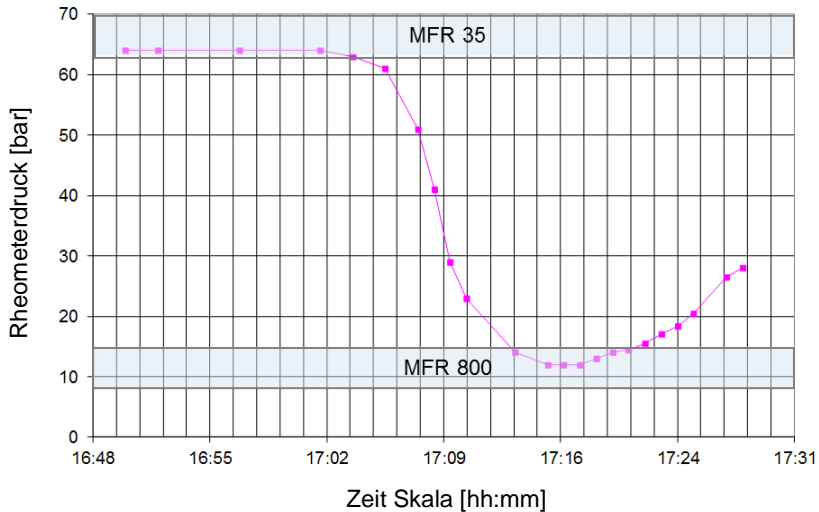
Wie aus der 500-fach vergrößerten Aufnahme (Abbildung 30, oben) ersichtlich wird, kam es im Prozess zur Bildung von Faserabbrissen (Kurzfasern), sodass auch ein Großteil der Fasern während der Herstellung in die Umgebungsluft in Form von Faserflug ausgetragen wurde. Die Spinnstabilität war demnach aufgrund der hohen thermischen Vorbelastung nicht mehr ausreichend. Dicke Faserenden in Form von Shots wurden nicht gefunden, allerdings wurden ebenfalls sphärische Partikel erzeugt. Die mechanischen Eigenschaften eines derartigen Vliesstoffes ist ähnlich wie bei elektrogewebenen Medien sehr gering und nur in seltenen Fällen für eine direkte Weiterverarbeitung ausreichend. Es müssen zukünftig weitere Anstrengungen unternommen werden derartige Feinstfasern zu stabilisieren oder mit stabileren Medien zu verbinden. Dies sollte bevorzugt innerhalb des Herstellungsprozesses erfolgen, es sind jedoch auch nachgeschaltete Verfestigungsverfahren denkbar.

Die Scher- und Dehnviskosität der Materialien, welche im Prozess durch die thermische Vergangenheit und Scherung determiniert wird, hat demnach einen sehr starken Einfluss auf die Ausbildung feinsten Fasern im Meltblow-Verfahren. Eine weitere Möglichkeit diese zu beeinflussen, ergibt sich aus dem Einsatz von fließverbessernden Additiven.

#### 5.4.6 Polymermodifikation durch fließverbessernde Additive

„Controlled-Rheology Polypropylene“ (CRPP) werden seit Jahren industriell in der reaktiven Extrusion hergestellt. In diesen Prozessen werden normalerweise Peroxide als freie radikale Initiatoren eingesetzt. Nitroxide (NOR) sind bekannt als Stabilisatoren, welche Kunststoffe vor negativen Einwirkungen von Licht und Hitze schützen [95]. Ein speziell für PP entwickeltes NOR mit dem Markennamen *Irgatec*<sup>®</sup> wurde vor einigen Jahren von *CIBA* (heute *BASF*) entwickelt, um Peroxide zu ersetzen. In der Verarbeitung bieten diese deutlichen Vorteile gegenüber Peroxiden. Des Weiteren wurden nach Herstellerangaben auch qualitative Unterschiede festgestellt.

In einem ersten Experiment zur Untersuchung des Einflusses des Additivs auf die Viskosität konnte festgestellt werden, dass durch die Zugabe von einem Massenprozent *Irgatec*<sup>®</sup> *CR76* zu einer höhermolekularen Spinnvlies PP-Type (*Borealis* HH450FB, MFR 35 g/10min) die Viskosität auf das Maß der niedermolekularen Meltblow PP-Type (*Borealis* HL508FB, MFR 800 g/10min) gesenkt werden kann. Die Zugabe des reaktiven Additivs führte zu einer Druckabnahme am Online-Rheometer um Faktor fünf, auf das Niveau eines handelsüblichen Meltblow-Polymers (Abbildung 32).

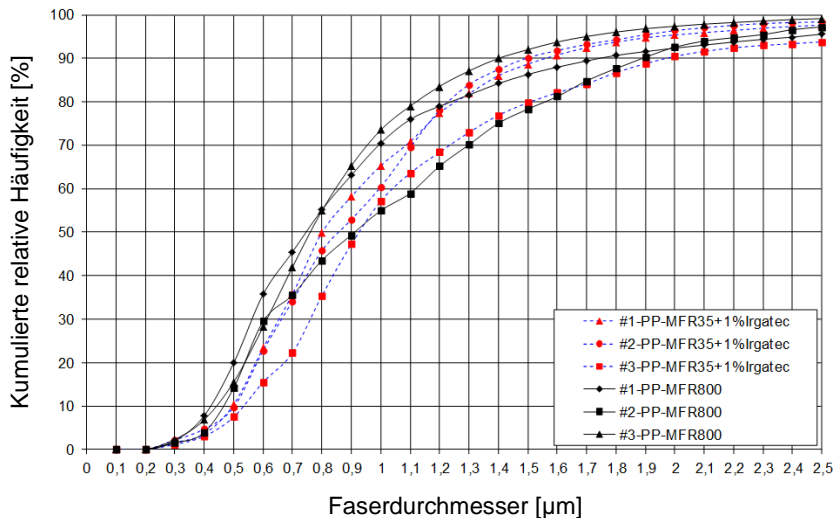


**Abbildung 32: Druckabfall durch die Zugabe von 1 % Irgatec® CR76 zu einer Spinnvlies PP-Type (HH450FB, MFR 35 g/10min)**

Abbildung 33 zeigt einen Vergleich der Faserdurchmesserverteilung zwischen zwei Vliesstoffen welche mit der Standard Meltblow PP-Type und der höhermolekularen Spinnvlies PP-Type hergestellt wurden. Diese wurden unter identischen Prozessbedingungen auf der Meltblow-Laboranlage verarbeitet. Die Spinnvlies type wäre normalerweise aufgrund der hohen Viskosität mit herkömmlichen Meltblow-Düsen nicht verarbeitbar, da ein zu hoher Düsendruck entstehen würde. Die automatische Faserdurchmesseranalyse von je drei REM-Aufnahmen liefert für beide Polymere vergleichbare Mediane im Bereich von 0,75  $\mu\text{m}$  - 0,90  $\mu\text{m}$ .

Der entscheidende Vorteil bei der Verarbeitung der additivierten PP-Type liegt darin, dass diese feinen Faserdurchmesser ohne die Bildung von Faserflug hergestellt werden konnten. Auf einer subjektiven Skala (0 = kein

Fly, 5 = extrem viel) wurde das HL508FB mit starkem Faserflug (Note 4) eingestuft, mit dem HH450FB + 1% *Irgatec*<sup>®</sup> CR76 war kein Faserflug feststellbar (Note 0). Dieser positive Effekt kann einer besseren Spinnstabilität durch eine engere Molekulargewichtsverteilung zugeschrieben werden.



**Abbildung 33: Kumulierte Häufigkeitsverteilung der Faserdurchmesser.**  
**Vergleich zweier Vliesstoffe, mit gleichen Prozessparametern**  
**(0,05 g/min, 190 °C-270 °C,) aus den Polymeren HL508FB und**  
**HH450FB +1 % *Irgatec*<sup>®</sup> CR76 hergestellt**

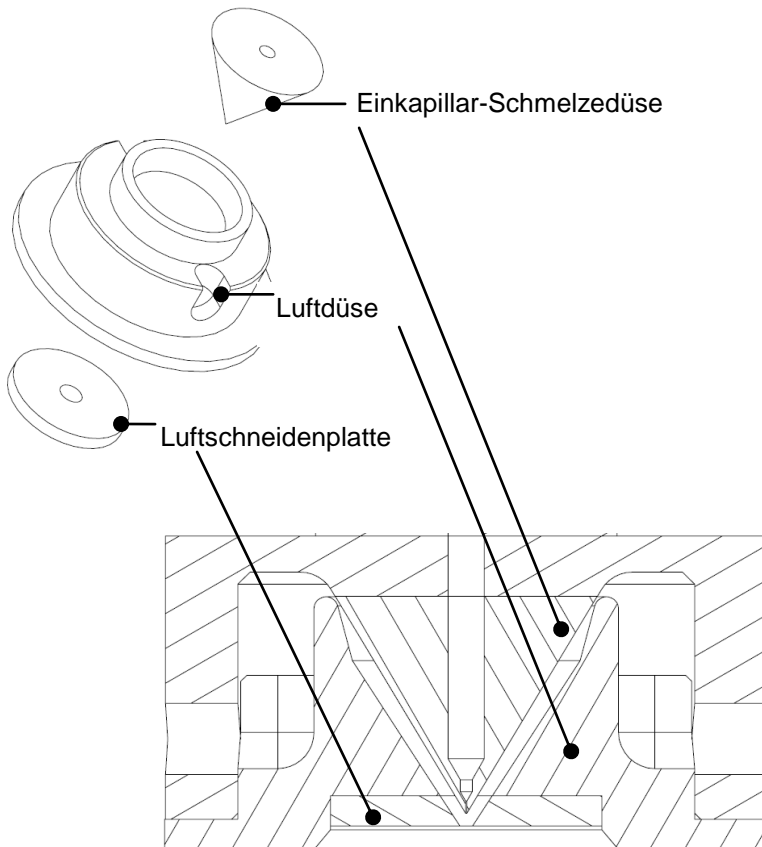
#### 5.4.7 Meltblow Einkapillardüsen-System

Theoretische Betrachtungen der Düsenkonstruktion für Feinstfasern führen zur besonderen Eignung möglichst kleiner Kapillardurchmesser. Je geringer der Ausgangsquerschnitt der Fasern ist, welcher durch den Kapillardurchmesser determiniert wird, desto weniger Verstreckkräfte sind

zur Erreichung feiner Faserquerschnitte notwendig. Dies ist beim Meltblow-Verfahren umso wichtiger, da hier die Verstreckung durch die angreifende Luft, im Gegensatz zum Spinnvliesprozess, sofort nach Düsenaustritt erfolgt.

Neben dem Durchmesser spielt zudem die Länge der Kapillaren eine wichtige Rolle. Bei der Verarbeitung von viskoelastischen Materialien muss zwangsläufig mit störenden Einlaufeffekten gerechnet werden. Diese können durch lange Kapillaren reduziert oder sogar vermieden werden. Zudem haben elastische Materialeigenschaften wie Relaxiervorgänge in langen Kapillaren mehr Zeit ausgeglichen zu werden. Es ist ebenfalls naheliegend, dass die Polymerkettenorientierung in langen Kapillaren zu einer verbesserten Spinnstabilität beiträgt. In Mehrlochdüsen ist die Kapillarlänge zudem ein wichtiger Faktor auf den Druck im Einlaufbereich, der für eine homogene Schmelzeverteilung erforderlich ist. Aus konstruktiver Sicht sorgen lange Kapillaren für mehr Druckstabilität des Bauteils. Jedoch werden auch höhere Drücke zur Überwindung des Druckabfalls in den Kapillaren benötigt.

Die Austrittsfläche des End-gaps wurde nicht wie bei Mehrlochdüsen spaltförmig sondern als Kreisfläche ausgeführt (siehe Luftschneidenplatte in Abbildung 34). Dieses Design bietet den Vorteil einer optimalen Umströmung der Schmelze mit der Primärluft.



**Abbildung 34: 3-D Explosionszeichnung des Meltblow-Einkapillardüsen-Systems - und Bauteile im Querschnitt**

Neben der idealen Anströmung der Schmelze durch die kreisförmig umgebende Primärluft (Einzelanblasung), ist die optimale Schmelzeströmung durch nur eine Kapillare eine weitere Besonderheit dieses Systems. Bei Mehrlochdüsen kann es beim Einsatz von Polymeren geringer Viskosität und damit geringem Druck vor den Kapillaren zu inhomogenen Strömungen durch die verschiedenen Kapillaren kommen. Dies verursacht im Meltblow-Verfahren in den meisten Fällen störende

Schmelzeabrisse in Form von Shots, was bei Einkapillardüsen nicht der Fall ist. Zudem ist bei Mehrlochdüsen stets mit einer Interaktion benachbarter Filamente und damit einer höheren Tendenz zur Faserbündelung (Roping) zu rechnen. Neben der Faserdurchmessererhöhung durch das Verkleben, kann ein frühes Aneinanderlagern benachbarter Faserstränge die weitere Verstreckung bereits im Spinnprozess reduzieren und wirkt sich somit in mehrfacher Hinsicht negativ auf die Feinstfaserbildung und die Filtrationseigenschaften aus.

Auch Vliesstoffe, die mit den Einkapillardüsen hergestellt wurden, zeigen im REM Faserbündelungen entlang der Längsachse. Aufgrund der Interaktion der Faserschlingen im turbulenten Luftstrom eines Filaments mit sich selbst können Faserbündelungen nicht gänzlich verhindert werden. Eine reduzierte Kapillaranzahl (hpi) trägt zur Verringerung der Verklebungen bei, wirkt sich jedoch negativ auf die Produktivität des Verfahrens aus.

Das eingesetzte Absauggebläse für die Einkapillardüse war im Vergleich zu den breiten Systemen um ein Vielfaches stärker, bezogen auf den vorhanden Primärluftdurchsatz pro Kapillare und die besaugte Fläche der Vliesbildungszone. Dies führt zur Reduktion von störendem Faserflug und sekundären Faserverwirbelungen über dem Ablageband.

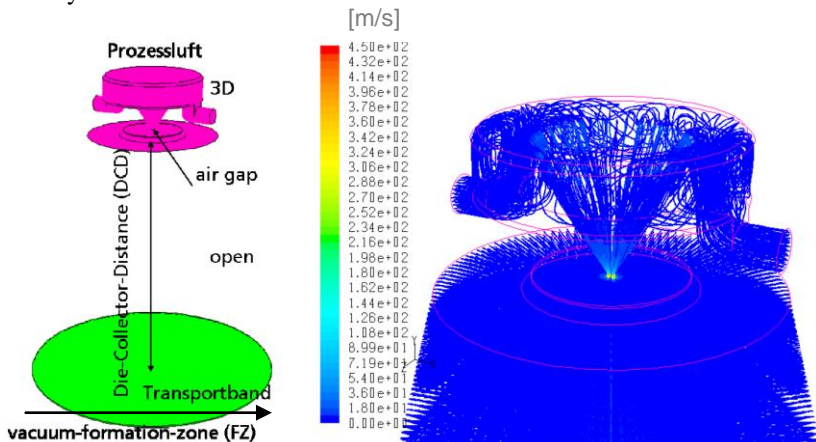
#### **5.4.8 Simulation der Luftströmung**

Zur Optimierung des Düsendesigns wurden Simulationen der Luftströmungen am *ITWM* durchgeführt. „Der Spinnprozess im Meltblow-Verfahren wird aerodynamisch durch extrem schnelle Luftströmungen getrieben. Daher erfordert die Charakterisierung der Filamentdynamik die



Berechnung der Strömungsverhältnisse unterhalb der Düse. In allen prozessrelevanten Fällen führt die Geometrie zu einer lavaldüsenartigen Verengung mit transsonischer Strömung und einem Überschallgebiet.“ [85]

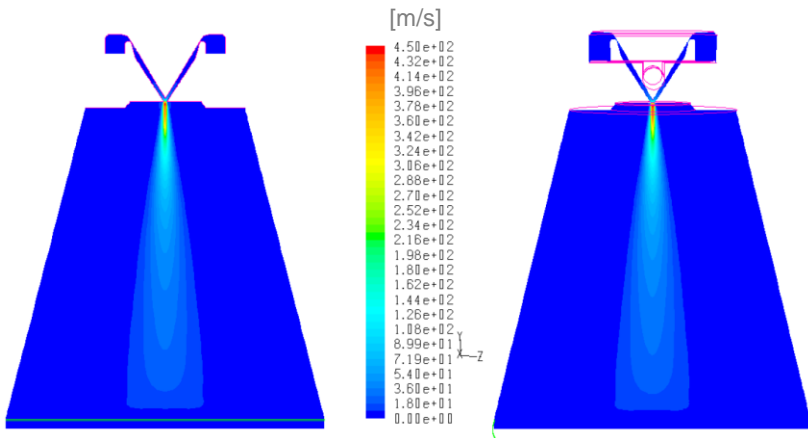
Die geometrische Gestaltung der Einkapillardüse mit Einbausituation ist in Abbildung 35 zusammen mit einer 3D-Simulation der Stromlinien der Primärluft dargestellt. Als Randbedingungen der Simulation wurden 4 Nm<sup>3</sup>/h Luftvolumenstrom bei einer kreisrunden Austrittsfläche von 3,63 mm<sup>2</sup> angenommen. Die Geometrie ist bis auf die Zuführung axialsymmetrisch.



**Abbildung 35: 3D-Modell der Einkapillardüse mit Ablagezone (links) und Stromlinien der Luftströmung innerhalb der Luftdüse aus einer FLUENT-Simulation (rechts), blau eingefärbt: Luftgeschwindigkeit [m/s] [85]**

Durch den Vergleich der 3D-Ergebnisse mit einer 2D-axialsymmetrischen Simulation wurde nachgewiesen, dass die Zuführung keine relevanten Störungen der Symmetrie unterhalb der Einlochdüse bewirkt und alle weiteren Berechnungen axialsymmetrisch durchgeführt werden können. Sowohl die Geschwindigkeit als auch die Temperatur der Freistrahachse

bleiben im 2D- mit dem 3D-Fall vergleichbar, wie die Gegenüberstellung in Abbildung 36 verdeutlicht.



**Abbildung 36: Vergleich der Geschwindigkeiten [m/s] in axialer Schnittebene der Einkapillardüse für 2D-axialsymmetrische Berechnung (links) und 3D-Simulation (rechts) [85]**

Dies bedeutet jedoch nicht, dass es bei der Wechselwirkung der Schmelze mit den Turbulenzen nach Düsenaustritt keine Unterschiede vom axialsymmetrischen zum umströmten Fall gibt. Bei Mehrlochdüsen-Systemen mit hohen hpi-Zahlen (ca. > 20) wird die für eine Faser verfügbare Primärluft reduziert. Dies kann sich negativ auf den erzielbaren Faserdurchmesser auswirken. Hierzu sind zukünftig weitere Untersuchungen sinnvoll.

### 5.4.9 Turbulenzmodell

Betrachtet man die Faserfeinheiten, die mittels Meltblow-Verfahren möglich sind und berechnet man die dafür benötigten Dehnraten für das Polymer nach dem reinen Massenerhaltungssatz unter Berücksichtigung des

Luftvolumenstroms, so gelangt man zu Größenordnungen der Fasergeschwindigkeit, die sich mit einer einstufigen Verstreckung durch die Primärluft nicht erklären lassen. Dieses Phänomen wird in der Fachwelt üblicherweise mit dem Begriff „Meltblow-Paradoxon“ beschrieben.

Die theoretische Fasergeschwindigkeit einer Faser bei einem angenommenen linearen Abzug ergibt sich aus dem Volumenstrom des Polymers und dem Faserdurchmesser, also der Endfeinheit der Verstreckung. Diese Formel wird üblicherweise zur Berechnung der Faserdurchmesser im Spinnvlies-Verfahren verwendet [96].

$$v_f = \frac{\dot{V}_{h^o}}{d_F^2 \cdot \pi} \quad (26)$$

$$4$$

Dabei sind:

$v_f$             theoretische Fasergeschwindigkeit            [m/h]

$\dot{V}_{h^o}$             Volumenstrom des Polymers pro Kapillare    [m<sup>3</sup>/h]

$d_F$             Faserdurchmesser                                    [m]

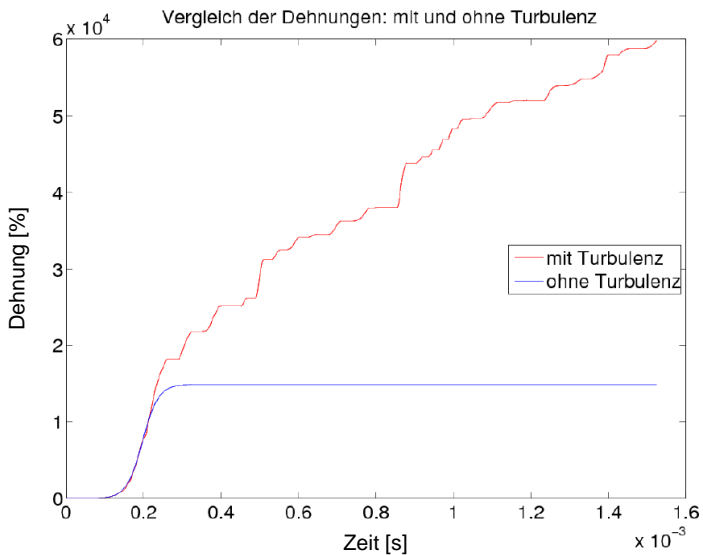
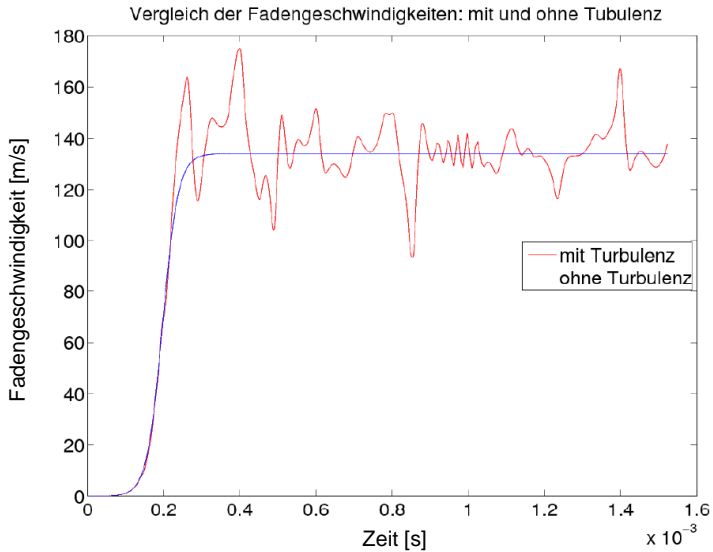
Bei dieser Betrachtung ist zu berücksichtigen, dass sich die Polymerdichte von der schmelzflüssigen Phase zur festen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur signifikant ändert. So besitzen die hier eingesetzten PP-Typen bei 20 °C eine Dichte von ca. 0,91 g/cm<sup>3</sup>, in der flüssigen Phase bei 210 °C ca. 0,75 g/cm<sup>3</sup>. Aus dem Volumenstrom  $\dot{V}_{h^o}$  pro Kapillare und der Kapillaraustrittsfläche ergibt sich die Austrittsgeschwindigkeit der Schmelze. Die Austrittsgeschwindigkeit der Schmelze aus der Kapillare ist

jedoch gegenüber der theoretischen Fasergeschwindigkeit innerhalb des Verstreckprozesses vernachlässigbar klein. Das Ergebnis einer exemplarischen Rechnung ist in Tabelle 10 dargestellt und verdeutlicht das sog. Meltblow-Paradoxon. Bei der Erzeugung von Feinstfasern mit einem Durchmesser von  $0,3\ \mu\text{m}$  mittels Meltblow-Verfahren unter Einsatz einer Kapillare mit  $0,3\ \text{mm}$  Durchmesser müsste, bei Annahme eines linearen Abzugs, demnach eine Geschwindigkeit von über  $900.000\ \text{m/min}$  im Prozess auftreten. Die Querschnittsfläche reduziert sich in diesem Szenario um den Faktor eine Million durch die Verstreckung; gleiches gilt auch für das Verhältnis zwischen Austrittsgeschwindigkeit der Schmelze und der theoretischen Fasergeschwindigkeit. Dieses Beispiel dient zur Verdeutlichung der enormen Dehnraten des Meltblow-Verfahrens.

**Tabelle 10: Exemplarische Daten zur theoretischen Fasergeschwindigkeit bei einem Kapillardurchmesser von  $0,3\ \text{mm}$  und einem Faserdurchmesser von  $0,3\ \mu\text{m}$**

Bezeichnung	Wert	Einheit
Kapillardurchsatz	0,05	g/min
Polymerdichte (PP) bei $210^\circ\text{C}$	0,75	$\text{g/cm}^3$
Polymerdichte (PP) bei $20^\circ\text{C}$	0,91	$\text{g/cm}^3$
Volumenstrom bei $210^\circ\text{C}$	0,067	$\text{cm}^3/\text{min}$
Kapillardurchmesser	$3\text{E-}04$	m
Austrittsgeschwindigkeit der Schmelze	0,943	m/min
Faserdurchmesser	$3\text{E-}07$	m
Theoretische Fasergeschwindigkeit	$9\text{E+}05$	m/min

Zur Erklärung dieser Dehnraten muss demnach ein sekundärer Verstreckvorgang stattfinden, der durch die Turbulenz der Luft getrieben wird. Auf Basis des am *ITWM* entwickelten Modells ist es möglich, die Dehnung in Abhängigkeit der Zeit ab Düsenaustritt entlang des Filaments zu bewerten. Für eine konstante Luftbewegung ergibt sich damit ohne und mit Einbeziehung der Turbulenz das in Abbildung 37 gezeigte typische Verhalten.

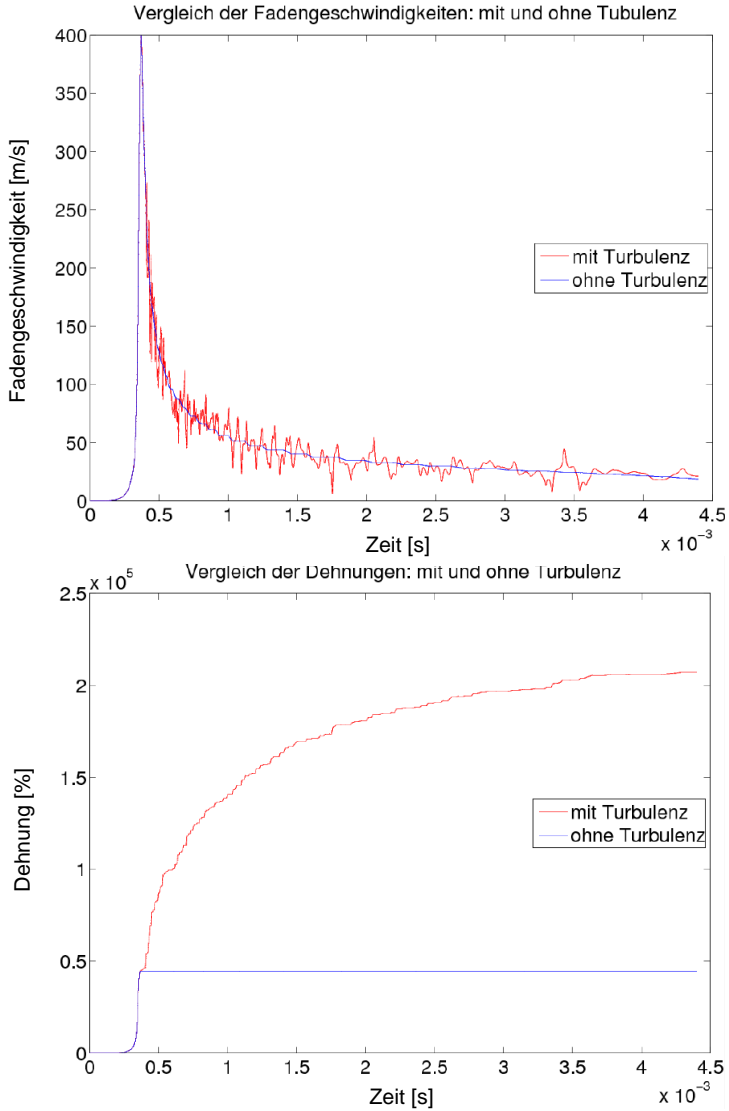


**Abbildung 37: Veranschaulichung der Turbulenzwirkung auf Fadengeschwindigkeit (oben) und Dehnungsverhalten (unten) bei als konstant angenommener Luftgeschwindigkeit ohne Verstreckgrenze [85]**

„Die Fadengeschwindigkeit wird in der ersten Phase zunächst auf das Niveau der Luftgeschwindigkeit beschleunigt. In dieser Phase hat die Turbulenz quasi keinen Einfluss. In der zweiten Phase wirken sich die turbulenten Schwankungen um die Strömungsgeschwindigkeit herum auch auf die Fadengeschwindigkeit aus. Dies führt zu inkrementellen Dehnungen, die kulminiert zu einer relevanten Dehnwirkung führen. Diese geht weit über den Geschwindigkeitsunterschied zwischen Fadenaustritt und mittlerer Luftgeschwindigkeit hinaus und ist der grundsätzliche Mechanismus zur Erklärung der extremen Verstreckraten im Meltblow-Verfahren.“ [85].

Einen typischen Fall für die Einkapillardüse ist in Abbildung 38 dargestellt. Der Faden nähert sich der Austrittsgeschwindigkeit der Primärluft an, nimmt zunächst aufgrund der Massenträgheit die turbulenten Schwankungen kurzzeitig nicht wahr, um ab einem Niveau von etwa 250 m/s durch Schwankungen der Luftgeschwindigkeit weiter verstreckt zu werden.

Das Meltblow-Verfahren besteht aus einer kurzen uniaxialen Verstreckung unter dem Einfluss schallnaher Luftgeschwindigkeiten nahe der Düse und einer sich direkt anschließenden turbulent geprägten Phase, in der viele kleine Verstreckschritte aufgrund der stochastisch um die Hauptströmung schwankenden Luftströmung verursacht werden.

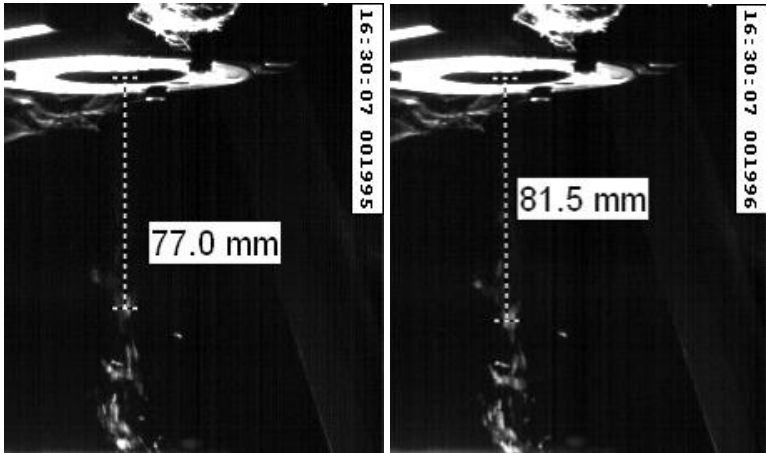


**Abbildung 38: Entwicklung der Fadengeschwindigkeit (oben) sowie der theoretischen Dehnung ohne Verstreckgrenze (unten) bei einer typischen Einstellung für die Einkapillardüse. Blaue Kurven ohne, rote Kurven mit Turbulenzwirkung [85]**

#### **5.4.10 High-Speed-Videoaufnahmen und Digitalphotographie**

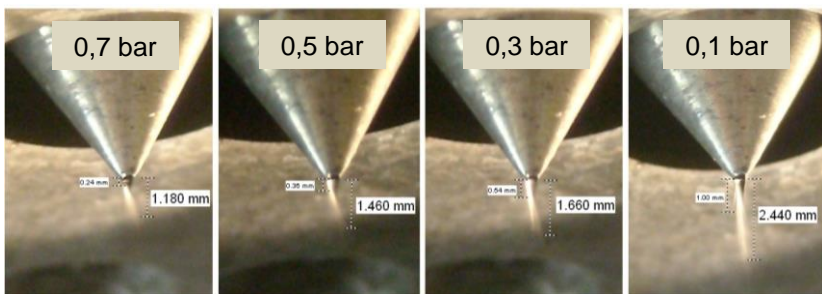
Das Verhalten des Polymerstrangs im turbulenten Luftstrom nach Düsenaustritt und die Ausbildung von Störungen wie Shots und Faserflug durch einen pulsierenden Schmelzeffluss aus der Meltblow-Düse konnten mittels Hochgeschwindigkeitskamera an verschiedenen Einstellungen der Einkapillardüsen genauer analysiert werden. Weiterhin erfolgte eine Abschätzung der Fadengeschwindigkeiten in z-Richtung über die Belichtungszeit und die gemessene Wegstrecke (Abbildung 39). Die Abschätzung der Fadengeschwindigkeiten erbrachte Werte z. T. über 400 m/s. Die Erkenntnisse unterstreichen somit die Ergebnisse aus der Strömungssimulation (Abbildung 38 links). Diese Geschwindigkeit ergibt sich aus einer Bildrate von 8636 Hz (2000 Bilder in 0,232 s) und einer Belichtungszeit von 116  $\mu$ s und der gemessenen Strecke. Abbildung 39 zeigt, dass der Faden in dieser Zeit ( $1,16 \times 10^{-5}$  s liegen zwischen den Aufnahmen) eine Distanz von ca. 4,5 mm in Z-Richtung zurücklegt.





**Abbildung 39: Ausschnitte aus den Hochgeschwindigkeitsaufnahmen des Faserstrangs unterhalb der Einkapillardüse mit Abschätzung der zurückgelegten Wegstrecke eines Massepunktes**

Des Weiteren kann mittels Digitalphotographie der Übergang zwischen uniaxialer und turbulenter Fadendynamik sichtbar gemacht werden (Abbildung 40). Zur freien Sicht auf die Düsenspitze musste dafür die Luftschneidenplatte entfernt werden, was jedoch auch Einfluss auf die Geschwindigkeit und Ausprägung des Freistrahls hat.



**Abbildung 40: Laminar-/ turbulenter Umschlag im Verstreckprozess der Schmelze bei Variation des Primärluftdrucks 0,7 bar, 0,5 bar, 0,3 bar, 0,1 bar (von links), Kapillardurchmesser 0,2 mm**

Der Übergang (uniaxial/turbulent) findet je nach Einstellung des Luftdurchsatzes für das oben gezeigte Beispiel im Bereich zwischen 1,0 mm und 3,0 mm unterhalb der Düse statt. Generell kann festgestellt werden, dass ein früher Übergang in die turbulente Phase auch zu feineren Fasern und einer engeren Verteilung führt, sofern der Prozess stabil bleibt und weder Shots noch starker Faserflug auftreten. Dies hängt mit den gewählten Prozessparametern zusammen die maßgeblich mit dem mittleren Faserdurchmesser korrelieren. Die Position des Übergangs im Abstand zur Düse ist abhängig von Kapillardurchmesser, Polymerdurchsatz, Temperatur und Luftgeschwindigkeit. Einen früheren Übergang verursachen dabei geringe Kapillardurchmesser, ein geringer Polymerdurchsatz, hohe Polymer- und Lufttemperaturen sowie hohe Luftgeschwindigkeiten.

Bei den Einkapillardüsen wurde beobachtet, dass eine hohe Luftgeschwindigkeit am Austrittspunkt generell zu einer Reduktion von Shots bei sonst gleichbleibenden Parametern beitragen kann. Dies gilt jedoch nur für sehr hohe Luftgeschwindigkeiten und geringen Polymerdurchsatz, sodass davon ausgegangen werden kann, dass auch nahe der Düse abreißende Fasern im hochturbulenten Luftstrom stark verstreckt werden.

#### **5.4.11 Einfluss der Luftschneidengeometrie**

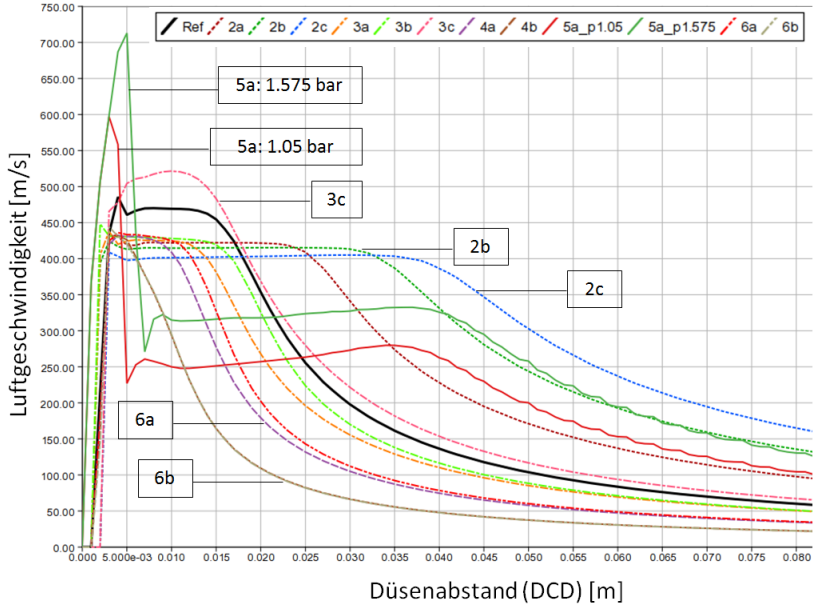
Die Gestaltung der Luftschneidengeometrie hat ebenfalls einen starken Einfluss auf die Faserdurchmesser und die Generierung von Shots. Um die Faserdurchmesser zu reduzieren, ist bei konstantem Polymerdurchsatz eine Erhöhung des Verstreckgrades erforderlich. Dies kann durch eine Kombination von größerer Amplitude und höherer Frequenz der turbulenten

Geschwindigkeitsschwankungen erreicht werden. Die Erhöhung der Turbulenz ist beispielsweise durch Modifikationen der Luftschneiden erzielbar. Um möglichst viele Geometrievariationen in einem überschaubaren Zeitrahmen realisieren zu können, wurden verschiedene Varianten (Tabelle 11) auf ihre Eignung zur verbesserten Feinstfasererzeugung mittels Simulation bewertet.

**Tabelle 11: Vorgaben zur Modifikation der Luftschneidengeometrie am Einkapillardüsen-System für die Simulation**

Bezeichnung	Set-back [mm]	End-gap [mm]	End-gap-Fläche [mm <sup>2</sup> ]	Anblaswinkel [°]	Besonderheiten
Referenz	2,3	2,15	3,63	33,0	-
2a	1,0	3,80	11,34	33,0	-
2b	0,0	5,10	20,43	33,0	-
2c	-1,0	3,80	32,17	33,0	-
3a	1,0	2,15	3,63	42,0	-
3b	0,0	2,15	3,63	51,5	-
3c	-1,0	2,15	3,63	63,5	-
4a	2,3	1,50	1,77	33,0	mit Stufe
4b	2,3	1,00	0,79	33,0	mit Stufe
5a	Lavaldüse				
6a	2,3	1,50	1,77	35,8	ohne Stufe
6b	2,3	1,00	0,79	37,6	ohne Stufe

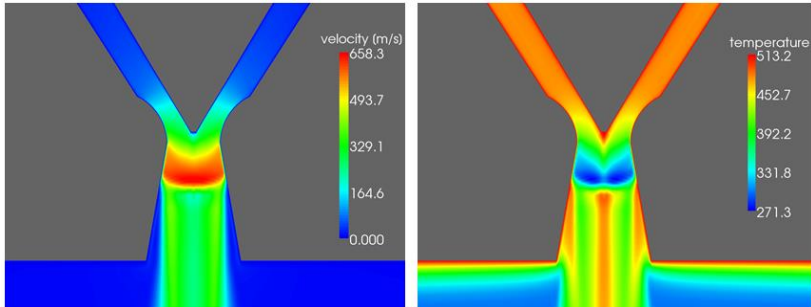
Damit erreichbare Veränderungen des Luftgeschwindigkeitsverlaufs sind in Abbildung 41 aufgezeigt.



**Abbildung 41: Spektrum der Geschwindigkeitsverläufe entlang der Achse einer Einkapillardüse bei Veränderung der Geometrie und konstantem Überdruck der Luft (1,05 bar) [85]**

Zunächst sticht die lavaldüsenartige Variante 5a mit den höchsten Geschwindigkeiten aus den Ergebnissen heraus. Die simulierte Lavaldüse erzeugt höhere Geschwindigkeiten (658 m/s bzw. 714 m/s), jedoch entsteht in der Düse ein Stoß, bei dem die Überschallströmung schlagartig wieder auf Unterschall abgebremst wird. Wie aus Abbildung 42 (rechts) ersichtlich wird, kommt es in diesem Falle zu einer extremen Abkühlung der Luft innerhalb der Lavaldüse. Die hohe Beschleunigung und der starke Druckabfall führen zu Temperaturen unter  $0\text{ °C}$  ( $< 273,15\text{ K}$ ). Zudem werden derartige Düsen immer für ein bestimmtes Druckgefälle ausgelegt, sodass wechselnde Primärluftdurchsatzmengen, die im Meltblow-Verfahren üblich sind, nicht sinnvoll eingesetzt werden können. Es besteht ferner die

Gefahr der Anlagerung der Schmelze an die Innenwand der Lavaldüse, was zu einem unkontrollierten Prozess führt. Aus diesen Gründen wurde der Ansatz der Beschleunigung der Luftströmung durch den Einsatz von Lavaldüsen nicht weiter verfolgt.



**Abbildung 42: Geschwindigkeits- (links) und Temperaturverlauf [K] (rechts) der Lavaldüsen-Variante 5a bei einem Überdruck von 1,05 bar [85]**

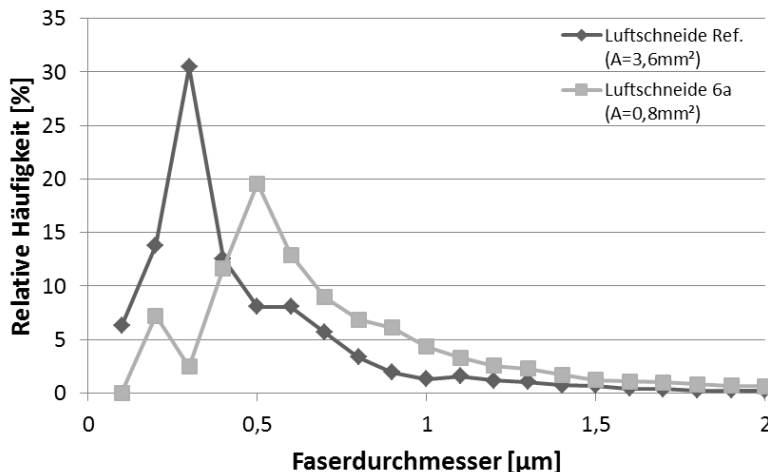
Die Variante 3c erscheint vorteilhaft durch die Erhöhung der Geschwindigkeit im oberen (uniaxialen) Bereich der Verstreckung. Allerdings bewirkt diese Beschleunigung ebenfalls eine schnellere Abkühlung der Luft im Freistrah, was diesen positiven Effekt wieder reduziert.

Interessante Geschwindigkeitsverläufe im Vergleich zur vorliegenden Meltblow-Düse (Referenz) nehmen auch die Varianten 2b und 2c (Abbildung 41) ein, da damit die hohen Luftgeschwindigkeiten für einen längeren Zeitraum aufrechterhalten bleiben. Dies ist in erster Linie auf die höhere Luftdurchsatzmenge unter vorgegebenem Druck (1,05 bar) bei einem vergrößertem End-gap zurückzuführen; energetisch betrachtet ist dies jedoch nachteilig.

Als energetisch günstig können die Varianten 6a und 6b eingestuft werden, da ein reduzierter End-gap schon bei geringer Luftdurchsatzmenge zu hohen Geschwindigkeiten der Luft führt. Die Variante 6a wurde gefertigt, Versuche damit durchgeführt und mit der Referenzdüse verglichen.

Zur Klärung, ob eine großer End-gap bzw. ein großer Austrittsquerschnitt Vorteile gegenüber einem reduzierten Querschnitt zeigt, wurden im Anschluss an die Simulation gezielt Versuche durchgeführt. Abbildung 43 zeigt ein Diagramm, welches die Vorteile einer großen Querschnittsfläche der Luftschneiden gegenüber einem engen End-gap demonstriert. Dabei konnte mit einer großen End-gap-Fläche an der Einkapillardüse im Referenzfall ( $A = 3,6 \text{ mm}^2$ ) ein Median der Faserdurchmesser von  $0,24 \text{ }\mu\text{m}$  erzielt werden.

Die Anzahl an Feinstfasern ist bei Verwendung der Luftschneide 6a, mit einer Faktor 4,5 kleineren End-gap-Fläche, deutlich geringer (Median  $0,57 \text{ }\mu\text{m}$ ). Bei diesen Versuchen wurde die Primärluftmenge auf einem vergleichbaren Niveau gehalten, was im Falle des kleineren End-gaps zwangsläufig einen höheren Luftdruck erfordert. Demnach kommt der energetische Vorteil einer kleinen Austrittsfläche hier nicht zum Tragen.



**Abbildung 43: Relative Häufigkeitsverteilung der Faserdurchmesserwerte zweier Vliesstoffe, mit unterschiedlichen Luftschniden hergestellt**

Die Begründung für feinere Fasern bei größerer End-gap-Fläche können aus Abbildung 41 abgeleitet werden. Es ist demnach förderlich, die Luftgeschwindigkeit möglichst lange auf einem hohen Niveau zu halten, um die turbulenten Kräfte der Primärluft auszunutzen und somit einen erhöhten sekundären Verstreckvorgang zu erreichen.

#### **5.4.12 Untersuchungen mittels statistischer Versuchsplanung**

In der Vergangenheit wurde bereits eine große Anzahl empirischer Studien mit der isolierten Betrachtung einzelner Parameter im Meltblow-Verfahren durchgeführt. Dabei wurden jedoch oftmals Wechselwirkungen zwischen den Parametern vernachlässigt, was die Qualität der Aussagekraft der Ergebnisse schmälert. Im Rahmen dieser Arbeit wird versucht komplexe

Zusammenhänge der Einflussgrößen auf den Faserdurchmesser im Meltblow-Verfahren mittels statistischer Versuchsplanung zu analysieren. Dabei werden zunächst Einkapillardüsen eingesetzt, um im ersten Ansatz den Einfluss von Faser/Faser-Interaktionen zu minimieren. Zudem bieten Einkapillardüsen den Vorteil geringer Bauteilkosten, sodass eine Vielzahl von Düsengeometrievariationen in einem vertretbaren Zeit- und Kostenrahmen hergestellt werden können.

Einen Überblick der gewählten Einfluss- und Zielgrößen gibt Tabelle 12. Der detaillierte Versuchsplan ist dem Anhang zu entnehmen.

**Tabelle 12: Einfluss- und Zielgrößen des DoE-Versuchsplans für das Einkapillardüsen-System; ln = natürlicher Logarithmus von Median und Standardabweichung (Stabw)**

Kategoriale Einflussgrößen					
<b>X1</b>	Düsengeometrie d/L [mm]	0,2/5d	0,2/10d	0,4/5d	0,4/10d
Kategoriale Einflussgrößen					
<b>X2</b>	Polymertypen (PP)	HL508FB	HL512FB	MF650X	MF650Y
Stetige Einflussgrößen		untere Grenze	obere Grenze		
<b>X3</b>	Polymerdurchsatz [g/ho/min]	0,01	0,05		
<b>X4</b>	Düsentemperatur [°C]	200	260		
<b>X5</b>	Luftdurchsatz [Nm³/h]	2,0	3,8		
Zielgrößen		Ziel			
<b>Y1</b>	ln Median [nm]	Minimieren			
<b>Y2</b>	ln Stabw [nm]	Minimieren			
<b>Y3</b>	Flylevel (ordinal)	Minimieren			

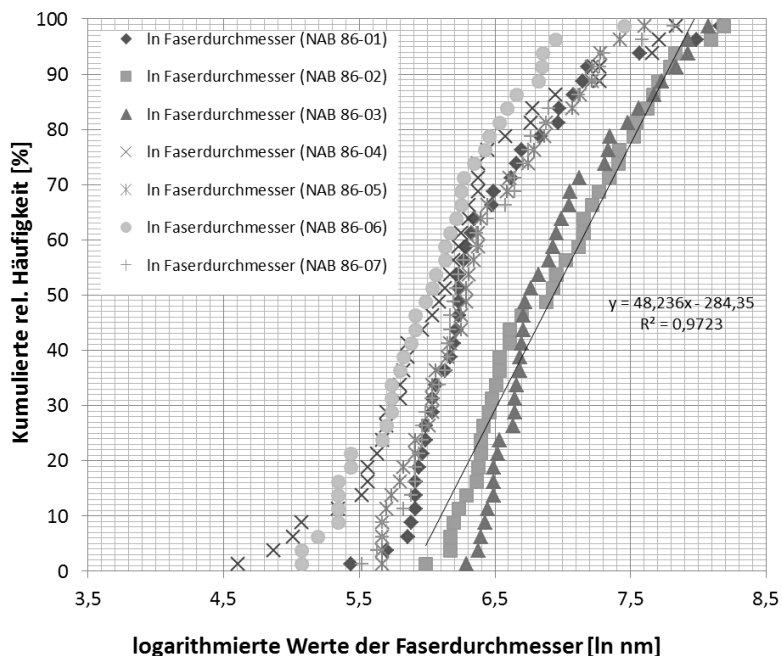
Für die Untersuchung werden die vier eingangs bereits untersuchten PP-Typen eingesetzt. Als stetige Einflussgrößen werden zunächst nur der Polymer- und Primärluftdurchsatz sowie die Düsentemperatur untersucht, alle anderen Stellgrößen werden auf einem konstanten Niveau fixiert. Als Zielgröße werden der Median der Faserdurchmesser als Lagenmaß sowie die Standardabweichung als Maß für die Streuung herangezogen. Zusätzlich wird das Auftreten von Faserflug (Flylevel) in Abhängigkeit der oben



genannten Prozessparameter untersucht. Das Flylevel wird während der Versuche visuell erfasst und auf einer Ordinalskala eingeordnet. Unter Berücksichtigung des Zielkonflikts zwischen Faserfeinheit und Faserflug soll dadurch ein Optimum für einen stabilen Prozess gefunden werden.

### ***Transformation der Messwerte***

Im Laufe der Analysen wurde festgestellt, dass die Faserdurchmesser nicht einer Normalverteilung (Gauß'sche Fehlerfunktion), sondern einer logarithmischen Normalverteilung folgen (siehe 5.3.8). Voraussetzung für statistische Betrachtungen ist, dass die Messwerte einer Normalverteilung folgen, andernfalls ist eine Transformation der Werte erforderlich. Dies wird durch Logarithmieren der Faserdurchmesserwerte mit einem natürlichen Logarithmus zur Basis  $e$  (Euler'sche Zahl) erreicht. Weiterhin müssen die Messwerte repräsentativ für die Grundgesamtheit sein, was durch eine zufällige Probenentnahme gewährleistet wird. Durch das Logarithmieren der Messwerte und Abtragen in ein Wahrscheinlichkeitsnetz lassen sich die Messpunkte näherungsweise durch eine Gerade beschreiben (Abbildung 44).



**Abbildung 44: Beispiels für ein Wahrscheinlichkeitsnetz der Versuchsreihe NAB86**

Das Wahrscheinlichkeitsnetz zeigt auf der Ordinate die relative kumulierte Häufigkeit der geordneten Messwerte nach der relativen Summenfunktion

$$i - \frac{0,5}{n} \cdot 100\% \quad (27)$$

Dabei sind:

$x_i$  = Beobachtungswerte 1 bis 40

$n = 40$  (in geordneter Rangfolge)

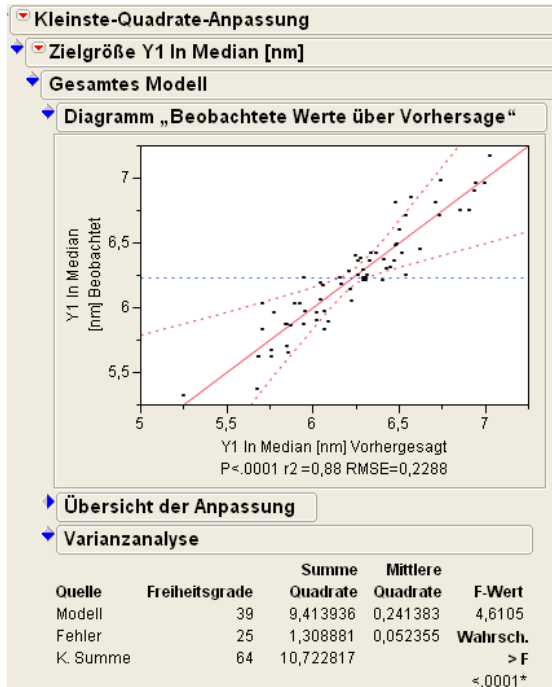
Auf der Abszissenachse in Abbildung 44 sind die zugehörigen Logarithmen der Faserdurchmesserwerte dargestellt. Der gröbste Vliesstoff NAB 86-02 wurde in diesem Beispiel mit  $0,99 \mu\text{m}$  im Median bestimmt, der feinste Vliesstoff NAB 86-06 mit  $0,41 \mu\text{m}$ . Die Logarithmen dieser zwei Beispiele liegen für ln 86-02 im Median bei  $6,9 \ln \text{nm}$  und für ln 86-06 bei  $6,0 \ln \text{nm}$ . Die logarithmische Normalverteilung wurde für alle Messungen innerhalb des DoE überprüft und zeigt eine ausreichende Linearität im Wahrscheinlichkeitsnetz. Nach dieser Transformation und der normalisierten Darstellung der Verteilung ist es möglich, die Streubreite der Faserdurchmesser zu vergleichen [37]. Auf Basis der Faserdurchmesseranalyse kann die, für die Filtration wichtige, spezifische Oberfläche der Vliesstoffe berechnet werden.

### ***Überprüfung der Modellvorhersagen***

Der Auszug aus den Ergebnissen des DoE (Residuenanalyse in Abbildung 45) stellt die Vorhersagegüte des Modells den beobachteten Werten des (ln) Median gegenüber. Das hohe Bestimmtheitsmaß  $r^2$  zeigt eine starke Korrelation. Der geringe P-Wert (Irrtumswahrscheinlichkeit) deutet auf ein sehr hohes Signifikanzniveau des gefunden Modells hin.

Der RMSE („root mean square error“) erlaubt die Abschätzung des Rauschens im Modell und sollte, wie hier mit  $0,2288$  gegeben, möglichst gering sein. Der F-Test ist eine statistische Testmethode (auf Basis der Nullhypothese); danach kann mit einer gewissen Konfidenz entschieden werden, ob zwei Stichproben aus unterschiedlichen, normalverteilten Populationen sich hinsichtlich ihrer Varianz wesentlich unterscheiden. Der gegebene F-Wert ( $< 0,0001$ ) bestätigt die hohe Signifikanz des Modells.

Das bedeutet, dass die gewählten Einflussgrößen eine gute Vorhersage des Median der Faserdurchmesser erlauben. Ähnlich hohe Signifikanz wird auch für die Standardabweichung und das Flylevel gefunden.



**Abbildung 45: Auszug aus den Ergebnissen des DoE - Residuenanalyse zur Bestimmung der Modellgüte für Y1 (In Median)**

### *Effekte der Einflussgrößen auf den Faserdurchmesser*

Signifikante Einflussgrößen auf den Median des Faserdurchmessers sind nach Tabelle 13 mit über 99,9%iger Wahrscheinlichkeit ( $< 0,001$ ) der Polymerdurchsatz (X3) und die Düsentemperatur (X4). Hierbei konnte eine klare Abhängigkeit festgestellt werden. Für bestimmte Polymere und

Düsengeometrien sowie für die Wechselwirkung aus Düsengeometrie und Düsentemperatur konnte ebenfalls ein relevanter Einfluss festgestellt werden. Der t-Test bestätigt, dass es sich um tatsächliche Abhängigkeiten handelt und die Unterschiede nicht zufällig sind. Als Ergebnis dieses statistischen Tests kann die Nullhypothese abgelehnt werden.

**Tabelle 13: Auszug aus den Ergebnissen des DoE- Parameterschätzer für Y1 (In Median). Dadurch werden signifikante Einflussgrößen auf den Median des Faserdurchmessers ermittelt**

Term	Schätzer	Std.-Fehler	t-Wert	Wahrsch.> t
X1 Düsengeometrie_[L/d][0,2/10d]	-0,107396	0,050301	-2,14	0,0427
X2 Polymer[HL508FB]	0,0996989	0,049878	2,00	0,0566
X2 Polymer[HL512FB]	0,1318424	0,050471	2,61	0,0150
X3 Polymerdurchsatz(0,01,0,05)	0,2869484	0,036213	7,92	<,0001
X4 Düsentemperatur(200,260)	-0,218636	0,029875	-7,32	<,0001
X1 Düsengeometrie_[L/d][0,4/10d]*X4 Düsentemperatur	-0,180777	0,05056	-3,58	0,0015

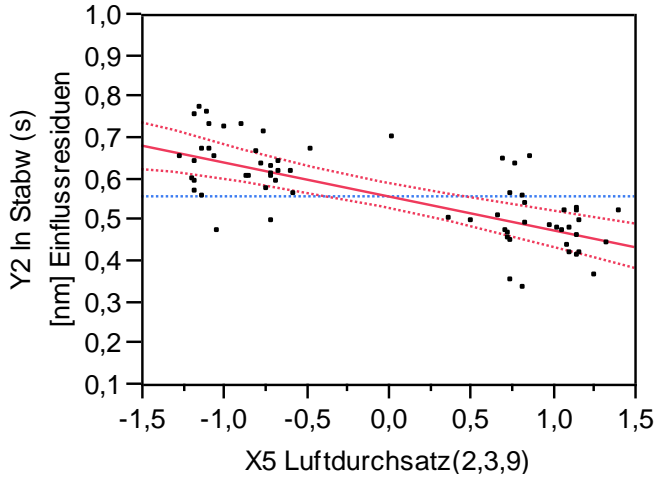
Es interessiert jedoch nicht nur, ob ein Effekt vorhanden ist, sondern auch wie groß der Effekt ist. Die Effektstärke bezeichnet daher ein (standardisiertes) statistisches Maß, das die (relative) Größe eines Effektes angibt. Aus diesem Grund wird die Effektstärke zur Verdeutlichung der praktischen Relevanz von signifikanten Ergebnissen herangezogen.

**Tabelle 14: Auszug aus den Ergebnissen des DoE-Effekttests für Y1 (In Median)**

Quelle	Anzahl Parameter	Freiheitsgrade	Summe Quadrate	F-Wert	Wahrsch. > F
X1 Düsengeometrie_[L/d]	3	3	0,2428366	1,5461	0,2273
X2 Polymer	3	3	0,9888873	6,2960	0,0025
X3 Polymerdurchsatz(0,01,0,05)	1	1	3,2873320	62,7890	<,0001
X4 Düsentemperatur(200,260)	1	1	2,8039773	53,5568	<,0001
X1 Düsengeometrie_[L/d]*X2 Polymer	9	9	0,8483557	1,8004	0,1184
X1 Düsengeometrie_[L/d]*X4 Düsentemperatur	3	3	0,6773158	4,3123	0,0139

Mittels Effekttests (Tabelle 14) wird die Auswirkung der Einflussgröße auf die Zielgröße ermittelt. Hierbei zeigen die Summe der Quadrate von Polymerdurchsatz und Düsentemperatur den stärksten Effekt. Aber auch die Düsengeometrie, das Polymer und die Wechselwirkung dieser Faktoren zeigen einen leichten Einfluss. Die Düsengeometrie scheint ebenfalls zusammen mit der Düsentemperatur den Median zu beeinflussen. Dies ist insofern plausibel, als dass es bei großen Kapillardurchmessern und hohen Temperaturen leichter zu Abrissen und somit Shots kommen kann. Der Luftdurchsatz zeigt keinen eindeutigen Effekt und wird daher im gewählten Versuchsraum (2,0 Nm<sup>3</sup>/h - 3,9 Nm<sup>3</sup>/h) als nicht signifikant auf die Zielgröße In Median berechnet und daher auch nicht in der Tabelle der Effekttests aufgeführt. Die Primärluftmenge sollte daher ggf. in weiteren Untersuchungen in einem breiteren Spektrum variiert werden, um klare Abhängigkeiten ausmachen zu können. Zudem wurde die Lufttemperatur nicht an die Düsentemperatur oder den Luftdurchsatz angepasst, sodass es bei höherem Luftdurchsatz ggf. zum Abkühlen der Düse kam.

Für die Streubreite der Faserdurchmesser (Y2 In Stabw.) hingegen, war der Luftdurchsatz der entscheidende Faktor im DoE, wie Abbildung 46 verdeutlicht. Die Streubreite der Faserdurchmesser wird mit zunehmendem Luftdurchsatz signifikant enger.



**Abbildung 46: Einflussresiduen der Zielgröße Y2 (ln Stabw. der Faserdurchmesser) und der Einflussgröße X5 (Luftdurchsatz zwischen 2,0 Nm<sup>3</sup>/h und 3,9 Nm<sup>3</sup>/h)**

Zur übersichtlichen Analyse aller Abhängigkeiten kann eine Plattform, wie in Abbildung 47 gezeigt, verwendet werden.

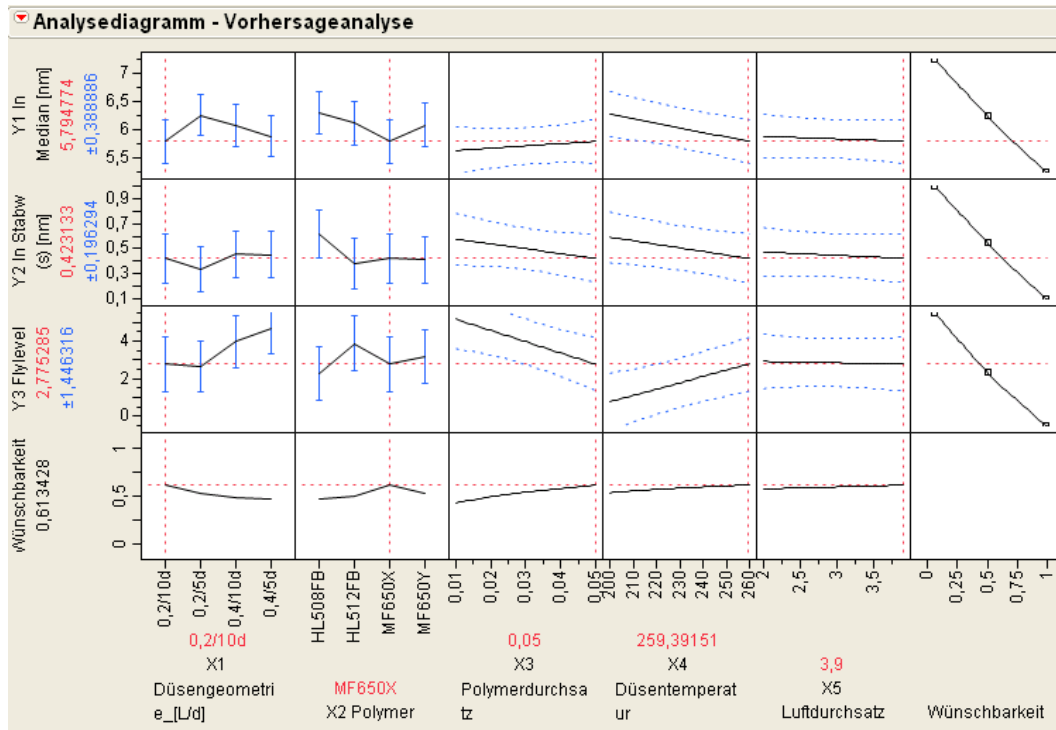


Abbildung 47: Analysediagramm - Vorhersageanalyse der Zielgrößen Y1-Y3 in Abhängigkeit der Einflussgrößen X1-X5 und der Wünschbarkeitsfunktion



Mit diesem Analysediagramm lassen sich alle Einstellungen innerhalb des Untersuchungsraums vorhersagen. Dadurch werden Vorhersagen der optimalen Einstellung innerhalb des Modells möglich. Extrapolation der Messwerte über die Grenzen des Untersuchungsraums ist dabei nicht erlaubt. Das Modell liefert Vorhersagewerte der Zielgrößen (Y1 - Y3) unter Berücksichtigung der Einflussgrößen (X1 - X5) sowie deren Wechselwirkungen. Die sog. Wünschbarkeitsfunktion bietet die Möglichkeit, die verschiedenen Zielgrößen unterschiedlich stark zu gewichten. Oben abgebildetes Beispiel zeigt eine Gewichtung Median 50 % / Stabw. 25 % / Flylevel 25 %. Hierbei liegt die Überlegung zugrunde, den mittleren Faserdurchmesser als oberstes Ziel zusammen mit der Streubreite und dem Faserflug zu betrachten. Als Zielwert wurde die Minimierung aller drei Zielgrößen definiert.

Nach Abbildung 47 wird die 0,2 mm/10d (d/L) Einkapillardüse, das Basell PP MF650X (MFR 1200 g/10min), ein hoher Polymerdurchsatz von 0,05 g/min, eine hohe Düsentemperatur von ca. 260 °C und der höchste Luftdurchsatz (3,8 Nm<sup>3</sup>/h) zur Maximierung der definierten Wünschbarkeit vom Modell berechnet. Der hohe Polymerdurchsatz lässt sich mit der Minimierung des Faserflugs begründen. Mit den damit vom Modell errechneten Zielgrößen (ln Median 5,8, ln Stabw. 0,4; Flylevel ca. 3) ergeben sich im realen Validierungsversuch die in Tabelle 15 gezeigten Daten. Die real ermittelten Werte liegen demnach bei allen Zielgrößen innerhalb der Modellvorhersage.

**Tabelle 15: Auszug der Messdaten zur Validierung der Modellvorhersage. Die DoE-Einflussparameter sind mit X1 - X5 gekennzeichnet, die Zielgrößen mit Y1 - Y3**

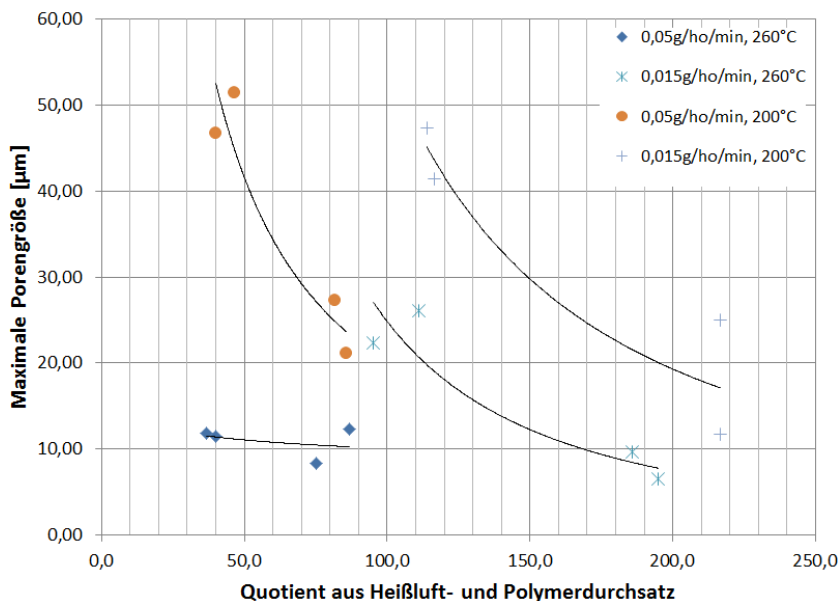
	X1	X2			X3	X4	X5
Versuchs-Nr.	Düse	Material	Hersteller	Charge	Düsenmasse/ Kapillare	Temperatur Spinddüse	Luftdurchsatz
	d/L				g/min	°C	Nm <sup>3</sup> /h
65-4	0,2/10	PP	Basell	MF650X	0,05	260	3,8

Y1	Y2	Y3	Faserdurchmesseranalyse					Porengröße			Flächenmasse
In Median	In Stabw	Flylevel	Mean	Stabw	Quartil 25%	Median 50%	Quartil 75%	Min	MFP	Max	
[nm]	[nm]		[nm]	[nm]	[nm]	[nm]	[nm]	[µm]	[µm]	[µm]	[g/m <sup>2</sup> ]
6,0	0,4	3	420	170	330	390	520	5,4	6,8	12,3	8,1

Es muss auch die Unschärfe des Modells und mögliche Abweichung berücksichtigt werden. Dieses Modell beruht auf ca. 60 Einzelversuchen in vier Blöcken und somit ca. 15 Versuchen für jede der vier Düsen- und Polymerkategorien. Um die Vorhersage noch robuster zu machen, müssten noch umfangreichere Versuche durchgeführt werden. Dennoch zeigt das Modell eine gute Anwendbarkeit der statistischen Versuchsplanung auch für das komplexe Meltblow-Verfahren sowie einen überdurchschnittlichen Erkenntnisgewinn für die geringe Versuchsanzahl.

Alle Muster wurden zudem mittels Porometer auf ihre Porengröße untersucht, um die Messungen der Faserdurchmesser zu validieren. Zudem wurde an den dafür ausgestanzten Ronden die Flächenmasse der Vliesmitte bestimmt. Mit einem Polymerdurchsatz durch die Einkapillardüsen von 0,05 g/min wurden je nach Faserflug und Luftdurchsatz eine Flächenmasse

im Bereich 9,5 - 11 g/m<sup>2</sup> hergestellt, mit 0,015 g/h<sup>0</sup>/min eine Flächenmasse von 3,0 - 4,0 g/m<sup>2</sup>. Die wesentlichen Erkenntnisse sind dabei, dass mit der z. T. sehr geringen Flächenmasse aufgrund der feinen Fasern auch sehr kleine Porengrößen erzielt werden konnten. Die Werte der mittleren Faserdurchmesser zeigen eine starke Korrelation zu den Porengrößen, außer bei sehr extremen Einstellungen bei denen der Einfluss der Störgrößen (Shots und Faserflug) sehr groß wird, was ebenfalls die Flächenmasse beeinflusst. In Abbildung 48 ist die maximale Porengröße („Bubble Point“) über dem Quotienten aus Primärluft- und Polymerdurchsatz abgetragen, der in engem Zusammenhang mit dem Faserdurchmesser steht, jedoch bei variierender Flächenmasse besser mit der Porengröße korreliert werden kann (siehe hierzu auch Kapitel 5.3.10).

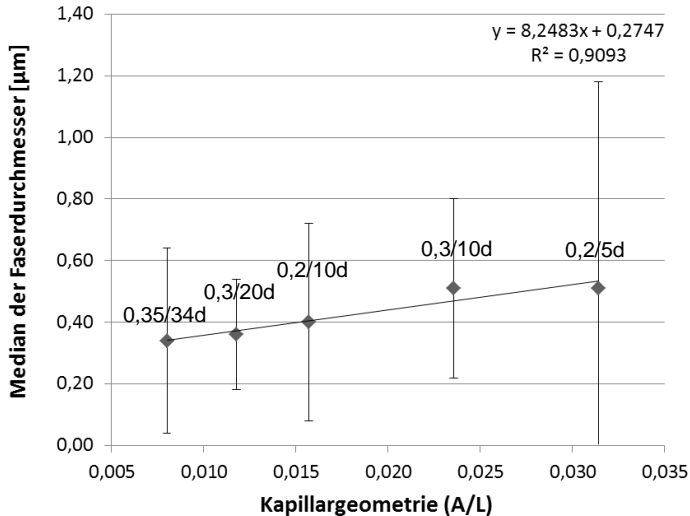


**Abbildung 48: Max. Porengrößen („Bubble Point“) von Vliesstoffen in Abhängigkeit von Primärluft- und Polymerdurchsatz**

### 5.4.13 Optimierung der Kapillargeometrie

Da der Einfluss der Kapillargeometrie (Kapillardurchmesser und -länge) im Rahmen des DoEs nicht eindeutig geklärt werden konnte, wurden zusätzliche Untersuchungen angestellt. Dazu wurde das Modell durch die Einkapillardüsen 0,3 mm/20d und 0,35 mm/34d (d/L) ergänzt. Bei sonst konstanten Anlagenparametern ergibt sich ein Zusammenhang aus Median der Faserdurchmesser und den Kapillargeometrien (in Abbildung 49 ausgedrückt durch den Quotienten aus Kapillarquerschnitt und -länge). Zwischen 0,3/10d und 0,3/20d (d/L) liegt beispielsweise eine deutliche Reduktion des mittleren Faserdurchmessers vor. Gleiches gilt für die Einkapillardüsen mit 0,2 mm Durchmesser und die Kapillarlängen 5d und 10d. Der erzielte Median des Faserdurchmessers nimmt demnach scheinbar mit einer linearen Funktion der Kapillarlänge bezogen auf die Austrittsfläche linear ab. Dies gilt allerdings nur für den hier untersuchten, sehr geringen Polymerdurchsatz pro Kapillare von 0,015 g/min.

Durch die feinen und langen Kapillaren erfolgt eine bessere Molekülkettenorientierung und damit eine gleichmäßigere Strömung durch die Kapillaren. Der höhere Druck führt zu einer besseren Füllung der Kapillaren und somit zu einer geringeren Tendenz der Faserabrisse (Shots) bedingt durch eine ungleichförmige Polymerströmung. Bei höheren Polymerdurchsatzraten war dieser Trend nicht feststellbar, sodass hier auch mit den kürzeren Kapillaren und größerem Querschnitt gute Ergebnisse erzielt werden konnten. Die Streuung der Faserdurchmesserwerte ist in Abbildung 49 durch die Standardabweichung in den Fehlerbalken dargestellt. Die für das Meltblow-Verfahren typische große Streuung der Faserdurchmesser verhindert es, exakte Analysen anzustellen.



**Abbildung 49: Abhängigkeit des Faserdurchmessers von der Kapillargeometrie verschiedener Einkapillardüsen. A: Kapillarquerschnitt, L: Kapillarlänge**

Zusätzliche Versuche mit einem Kapillardurchmesser von 0,1 mm waren im Rahmen dieser Arbeit nicht erfolgreich. Bereits nach kurzer Zeit war die Kapillare verstopft und eine Faserbildung nicht mehr möglich. Kleinste Verunreinigungen im System und im Polymer können bereits zur Verstopfung führen. Selbst mit dem niederviskosesten Polypropylen MF650Y der Untersuchungsreihe war bei Düsen- und Primärlufttemperaturen von 230 °C - 260 °C und Düsendrücken von 0 - 80 bar kein kontinuierlicher Prozess möglich. Eine Vermutung über die Ursache dieses Effekts, für diese extrem feinen und industriell nicht üblichen Kapillaren, liegt in einer unzureichenden Schmelzefiltration. Die fragile Bauweise und damit die Anfälligkeit im täglichen Gebrauch sowie die kostenintensive Fertigungstechnik sind weitere Gründe, die gegen den

Einsatz von 0,1 mm Kapillarbohrungen sprechen. Die Reinigung und optische Überprüfung solcher Kapillaren sind ebenfalls kritisch.

Zur Klärung des Einflusses der Kapillargeometrie müssen zukünftig weitere Untersuchungen an Mehrlochdüsen erfolgen.

### **5.5 Übertragung der Erkenntnisse auf die Herstellung von Feinstfasern mittels Mehrlochdüsen**

Aufgrund der hohen Anforderungen an die Produktivität bei gleichzeitig möglichst geringerem Bauraum, hat sich bei den Meltblow-Verfahren das Exxon-Prinzip mit einreihig nebeneinander angeordneten Kapillarbohrungen industriell durchgesetzt. Die Austrittsfläche des End-gaps ist bei derartigen Mehrlochdüsen spaltförmig ausgeführt. Im Gegensatz zu dem in dieser Arbeit verwendeten Einkapillardüsen-System findet an den eingesetzten Mehrlochdüsen keine optimale Umströmung jeder einzelnen Kapillare mit der Primärluft statt. Zur Realisierung vergleichbarer Luftgeschwindigkeiten, mit limitierten Luftmengen, wurde an den Mehrlochdüsen mit einem engen End-gap gearbeitet. Dies führt einerseits zu einem ökonomisch sinnvollen Betrieb, andererseits ergeben sich dadurch die in Kapitel 5.4.11 diskutierten Nachteile.

Bei Mehrlochdüsen kann der Einsatz von ungeeigneten Schmelzeverteiltern in Verbindung mit einem geringen Druck vor den Kapillaren, insbesondere bei Polymeren geringer Viskosität, zu inhomogenen Strömungen durch die verschiedenen Kapillaren führen (Abbildung 50 rechts), was bei Einkapillardüsen nicht der Fall ist. Dies verursacht in den meisten Fällen störende Schmelzeabrisse in Form von Shots oder zumindest von Faserflug. Zudem ist bei Mehrlochdüsen stets mit einer Interaktion benachbarter

Filamente und damit einer höheren Tendenz zur Faserbündelung zu rechnen. Neben der Zunahme der Faserdurchmesser durch Verkleben, kann ein frühes Aneinanderlagern benachbarter Faserstränge die weitere Ver Streckung bereits im Spinnprozess reduzieren und wirkt sich somit in mehrfacher Hinsicht negativ auf die Feinstfaserbildung und die Filtrationseigenschaften aus.



**Abbildung 50: 30 mm Meltblow-System: Visualisierung der Faserbildungszone (links) und ungleichmäßige Schmelzeverteilung bei geringem Polymerdurchsatz (rechts)**

Das eingesetzte Absauggebläse für die Mehrlochdüsen-Systeme war im Vergleich zum Einkapillardüsen-System um ein vielfaches schwächer, bezogen auf den vorhandenen Primärluftdurchsatz und die Ablagefläche der Vliesbildungszone. Dies führt zur Zunahme von störendem Faserflug und sekundären Faserverwirbelungen und somit zu einem instabileren Prozess. Die subjektive Wahrnehmung von Faserflug unterscheidet sich zudem deutlich, ob mit Einkapillardüsen oder Mehrlochdüsen mit 27 Kapillaren

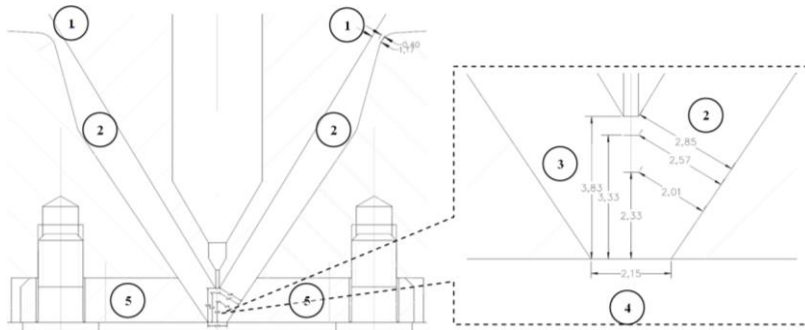
oder mit mehreren hundert Kapillaren gearbeitet wird, was einen objektiven Vergleich von Faserflug zwischen den Systemen verhindert.

Da an der 500 mm breiten Technikum-Anlage kein Online-Rheometer zur Verfügung stand, konnten hier keine Viskositätsmessungen im Prozess erfolgen. Die Verweilzeit ist bei dieser Anlage (ähnlich wie bei industriellen Anlagen) bei einem vergleichbaren Kapillardurchsatz um ca. Faktor zehn geringer als am Einkapillardüsen-System. Man kann bei gleichen Prozess-Temperaturen davon ausgehen, dass die Viskosität an den Mehrlochdüsen dadurch etwas höher ist, wenngleich sich auch die Schergeschwindigkeiten innerhalb der Systeme deutlich unterscheiden. Die Verweilzeit ist insbesondere beim Einsatz reaktiver Additive ein maßgebender Parameter, wie bereits in den Kapiteln 5.4.5 und 5.4.6 diskutiert.

### **5.5.1 Düsenoptimierung an Mehrlochdüsen**

An 30 mm breiten Mehrlochdüsen erfolgten ebenfalls Untersuchungen zur Luftdüsengeometrie. Es wurden zunächst der Verlauf der Air-gaps (2) und die Auswirkung einer Staustufe in Form eines engen oberen Spalts (1) betrachtet. Dabei ist in der Konstruktion der 30 mm breiten Düse zu beachten, dass der obere Luftspalt standardmäßig den engsten Querschnitt im System der Luftströmung ausbildet. Zudem können die Luftschneiden (5) einfach ausgetauscht werden, um Variationen von Air-gap (2), Set-back (3) End-gap (4), und Lufteinfallswinkel vorzunehmen.

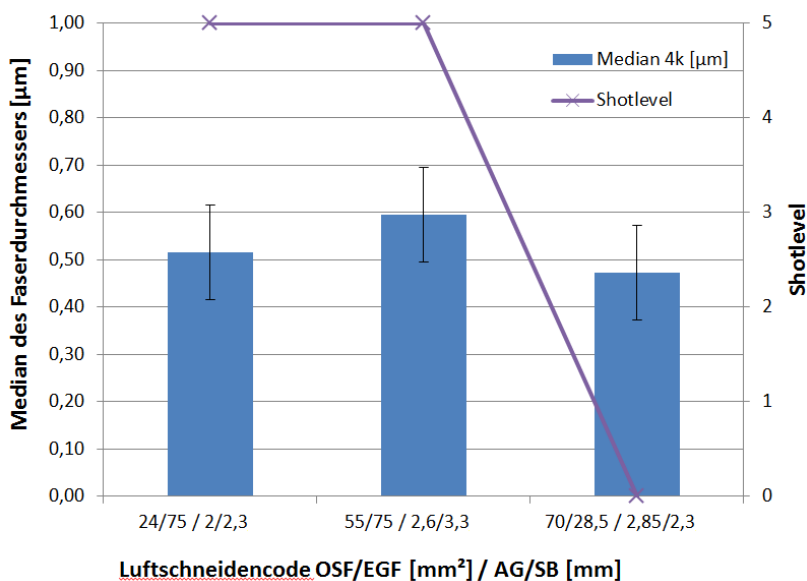




**Abbildung 51: Querschnitt des 30 mm breiten Meltblow-System mit möglichen Einstellvarianten**

Neben diesen Stellgrößen wurde zudem das Flächenverhältnis des oberen Spalts zum End-gap betrachtet. Hintergrund der Untersuchung war, dass Simulationen des *ITWM* auf ungünstige Strömungsverhältnisse bei einem oberen Engspalt ( $<$  End-gap) hingewiesen hatten. Diese Ergebnisse konnten im Praxistest bestätigt werden, sodass die Neukonstruktion der Luftdüse ohne oberen Engspalt erfolgte. Abbildung 52 zeigt den Einfluss verschiedener Luftschneidengeometrien auf den Median des Faserdurchmessers und das sog. „Shotlevel“. Beim Shotlevel handelt es sich dabei wie beim Flylevel um ordinalskalierte Werte: 0 = keine Shots, 5 = sehr viele Shots im Vliesbild. Das Shotlevel wurde wie bereits das Flylevel, subjektiv vom Operator eingestuft. Zur Ermittlung des Median der Faserdurchmesser wurden drei REM-Aufnahmen (4k-fach vergrößert) automatisiert vermessen und der arithmetische Mittelwert der drei Medianwerte gebildet und im Diagramm mit dem Fehlerbalken (Standardabweichung) abgetragen. Da die Luftschneiden-Einstellungen wechselseitig miteinander verknüpft sind, musste, zur Vermeidung von Stufen im Luftströmungsbereich, der Anströmwinkel variiert werden. Der Vergleich der beiden Balken (Abbildung 52) links und mittig, bei denen mit

Unterlegscheiben die obere Spaltfläche und der Set-back verändert wurden, zeigt keinen signifikanten Unterschied. Der rechte Balken zeigt das Ergebnis einer Einstellung mit modifizierter Luftschneide. Hier wurde die obere Spaltfläche erhöht und gleichzeitig die End-gap-Fläche reduziert. Dadurch konnte ein deutlich homogeneres Vlies ohne shotbedingte Fehlstellen erzeugt werden. Die Möglichkeit, den hier eingestellten, sehr geringen Schmelzedurchsatz von 0,015 g/min je Kapillare in Kombination mit einem hohen Luftdurchsatz von 38 Nm<sup>3</sup>/h auf 0,03 m Breite (1267 Nm<sup>3</sup>/h pro Meter) shotfrei zu erzeugen, zeigt die hohe Relevanz der Luftschneidengeometrie.



**Abbildung 52: Einfluss var. Luftschneidengeometrien auf den Faserdurchmesser. Luftschneidencode Geometriedaten: Obere Spalt Fläche (OSF), End-gap Fläche (EGF), Air-gap (AG), Set-back (SB), Meltblow-Setting: 0,015 g/h<sup>0</sup>/min; 38 Nm<sup>3</sup>/h; T<sub>Düse</sub> = T<sub>Luft</sub>: 260 °C**

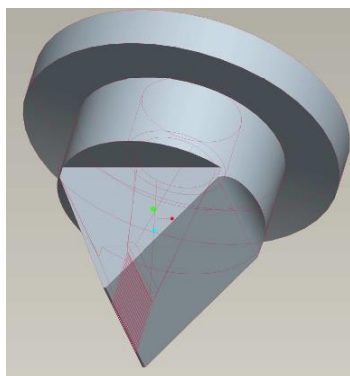
Ein weiterer Ansatz war, den uniaxialen Teil der Verstreckung über einen sehr hohen Set-back ins Innere zu verlegen um damit ein höheres Verstreckpotenzial zu erreichen. Bei einem Set-back oberhalb von 3,5 mm kam es jedoch zu Verklebungen mit den Luftschneiden und dadurch zu Schmelzeabrissen. Demnach ist eine Variation des Set-backs, je nach Einstellung anderer Parameter, nur im Bereich zwischen 0,5 mm und 3,0 mm sinnvoll.

Abgeleitet aus diesen Untersuchungen erfolgte eine Neukonstruktion der 30 mm breiten Düsen und der Luftzufuhr. Dabei wurde das Innenvolumen der Spinddüsen deutlich reduziert, um die Verweilzeit auch bei sehr geringem Schmelzedurchsatz im akzeptablen Rahmen zu halten. Die Schmelze-Einlaufzone hin zu den Kapillaren wurde strömungsoptimiert (hyperbelförmig) erodiert. Zudem kam eine neue Luftdüsenkonstruktion zum Einsatz. Diese wurde hinsichtlich der Luftströmung optimiert. Die obere Engstelle wurde entfernt und zur verbesserten Vergleichmäßigung über die Breite wurde ein verlängerter Air-gap konstanter Abmessung und eine gleichmäßige obere Anströmung über die Breite realisiert. Tabelle 16 gibt einen Überblick über die eingesetzten Spinddüsengeometrien, die neu konstruierten Düsen sind in fetter Schrift hervorgehoben.

**Tabelle 16: Geometriedaten der eingesetzten 30 mm breiten Düsen**

Kapillaranzahl	Durchmesser [mm]	Länge [mm]	Aspektverhältnis [L/d]	Kapillardichte [hpi]
15	0,4	3,2	8	27
27	0,2	1,8	9	29
<b>27</b>	<b>0,2</b>	<b>4,0</b>	<b>20</b>	<b>35</b>
<b>27</b>	<b>0,3</b>	<b>6,0</b>	<b>20</b>	<b>35</b>
<b>27</b>	<b>0,3</b>	<b>15,0</b>	<b>50</b>	<b>35</b>

Mit dem neuen Design wurden gezielt Versuche wiederholt, die mit der alten Düsenkonfiguration die besten Ergebnisse geliefert hatten. Bei einem Vergleich der Düsensysteme wurde deutlich, dass für die Herstellung feiner Fasern die 0,2 mm Kapillardurchmesser vorteilhaft gegenüber 0,3 mm sind. Es konnten Faserdurchmesser im Median im Bereich von  $0,4\ \mu\text{m}$  mit der 0,2 mm/20d und der 0,3 mm/50d Düse erzielt werden.



**Abbildung 53: 3-D Zeichnung einer 30 mm breiten Meltblow-Schmelzedüse mit  $d = 0,3\ \text{mm}$  und  $L = 50d$ , 27-Kapillaren mit 35 hpi**

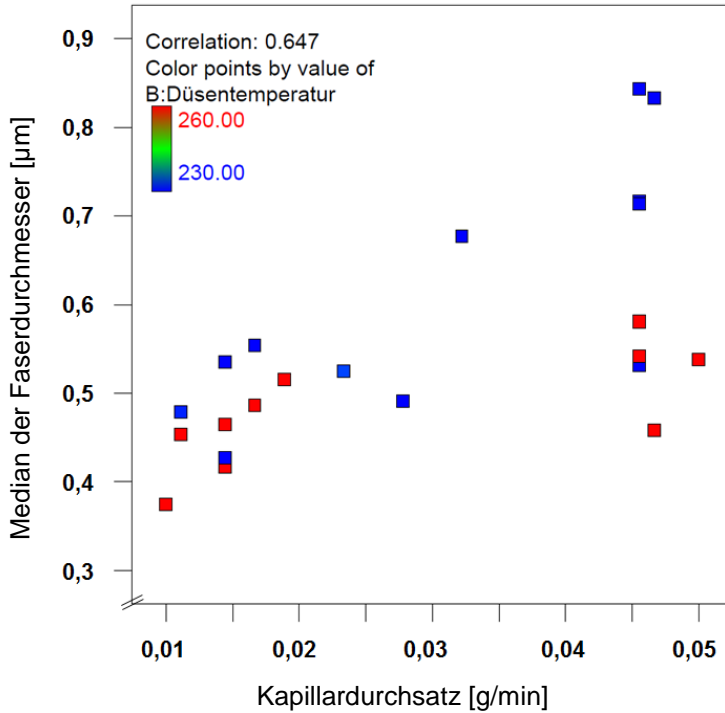
Für die defektfreie Vliesherstellung eignen sich insbesondere Kapillaren mit einem geringen Durchmesser und einer großen Kapillarlänge z. B.  $L = 50d$  (Abbildung 53). Durch die große Länge der Kapillaren entsteht ein höherer Druck im Einlaufbereich vor den Kapillaren, was für eine optimale Schmelzeverteilung in diesem Bereich sorgt. Im Vergleich der 0,3 mm/20d Düse zur 0,3 mm/50d Düse verdoppelt sich der Düsendruck bei  $0,05\ \text{g/h}^\circ/\text{min}$  mit dem PP MF650X von 1 bar auf 2 bar durch die langen Kapillaren. Da der Durchmesser quadratisch in den Querschnitt eingeht, wurde ein Druck von ca. 6,5 bar bei gleichen Parametern mit der 0,2 mm/20d Düse gemessen. Dadurch werden die Kapillaren mit einem

homogenen Massestrom versorgt, der wiederum im Spinnprozess zu weniger Faserabrissen (Shots) führt. Mit Hilfe dieser Kapillaren ist die störungsfreie Verarbeitung sehr niederviskoser Polymere mit extrem geringem Kapillardurchsatz ( $\leq 0,3$  g/min) möglich. Zudem wird das Bauteil von konstruktiver Seite deutlich durch lange Kapillaren druckstabiler, da der Schwachpunkt am Kapillareintrittspunkt von der Düsen Spitze aus gesehen deutlich weiter oben positioniert ist, wo die Düse eine größere Wanddicke aufweist.

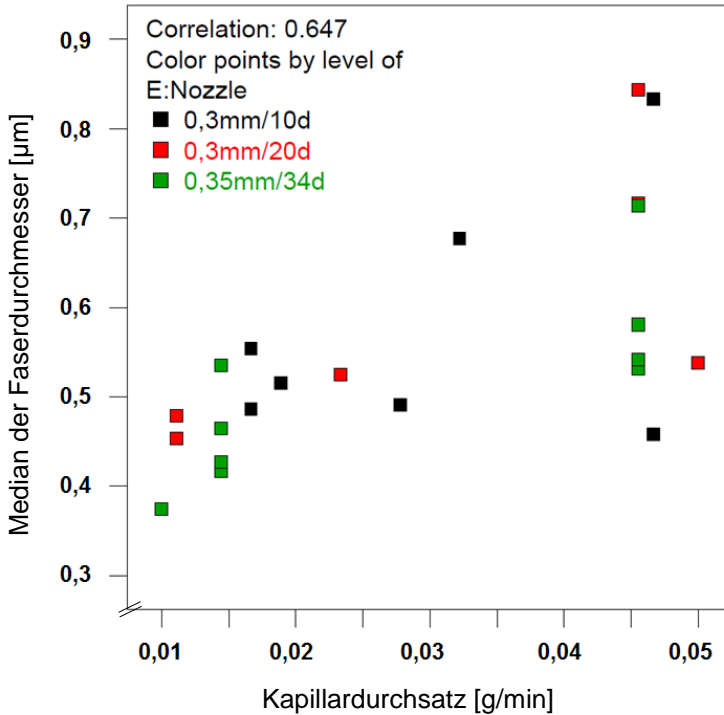
### **5.5.2 Untersuchung mittels statistischer Versuchsplanung an Mehrlochdüsen**

Für die Überprüfung der Übertragbarkeit der Ergebnisse des Einkapillardüsen-Systems auf die Mehrlochdüsen wurde ebenfalls ein DoE durchgeführt. Hierfür wurde die Design-Expert<sup>®</sup> Software verwendet.

Abbildung 54 zeigt ein Beispiel für die gekoppelte Auswirkung der Einflussgrößen Kapillardurchsatz und Düsentemperatur auf den Median des Faserdurchmessers. Es wird deutlich, dass beide Faktoren in Wechselwirkung zueinander Einfluss auf den Faserdurchmesser nehmen. Der Effekt dieser Faktoren kann daher nur gemeinsam betrachtet werden. Mit höheren Düsentemperaturen können demnach auch bei gesteigerter Produktivität Feinstfasern im Durchmesserbereich Median  $\leq 0,5$   $\mu\text{m}$  hergestellt werden, was bei geringerer Temperatur nur mit reduziertem Kapillardurchsatz möglich ist. Was Abbildung 54 jedoch nicht wiedergibt ist, dass höhere Düsentemperaturen auch zu vermehrtem Faserflug führen.



**Abbildung 54: Einfluss und Wechselwirkung von Düsentemperatur und Kapillardurchsatz auf den Median der Faserdurchmesser im Meltblow-Verfahren**



**Abbildung 55: Gekoppelte Auswirkung der Einflussgrößen Polymerdurchsatz und Kapillargeometrie auf den Median der Faserdurchmesser, ermittelt in der automatischen Analyse (AA)**

Das Diagramm in Abbildung 55 stellt die Auswirkung verschiedener Kapillargeometrien auf den Median der Faserdurchmesser ebenfalls in Abhängigkeit der Produktivität dar. Daraus werden ein Vorteil der feinen Kapillarbohrungen (0,3 mm/20d) sowie ein Vorteil der langen Kapillaren (0,35 mm/34d) gegenüber der Standardgeometrie (0,3 mm/10d) ersichtlich. Die langen Kapillaren waren zur Herstellung feiner Fasern am besten geeignet, mit den feinen Kapillarbohrungen wurden jedoch die wenigsten Defekte (Shots und Faserflug) im Vliesstoff und während der Herstellung festgestellt. Von den beiden hier untersuchten PP-Typen HL512FB und

MF650X (beide MFR 1200 g/10 min) konnte sich auch bei den Mehrlochdüsen das MF650X durchsetzen.

Generell konnten die Aussagen des DoE des Einkapillardüsen-Systems bestätigt werden. Allerdings war aufgrund bereits diskutierter Gründe eine Herstellung von mittleren Faserdurchmessern unterhalb  $0,3\ \mu\text{m}$  mit den Mehrlochdüsen nicht realisierbar. Der detaillierte Versuchsplan ist mit weiteren Ergebnisdiagrammen dem Anhang zu entnehmen.

### **5.6 Untersuchung zur Temperierung der Sekundärluft**

Ziel der Untersuchung war das Prozessfenster der erreichbaren Faserfeinheiten deutlich nach unten zu verschieben, ohne die bereits an die Grenzen geführten Prozessparameter weiter auszureizen.

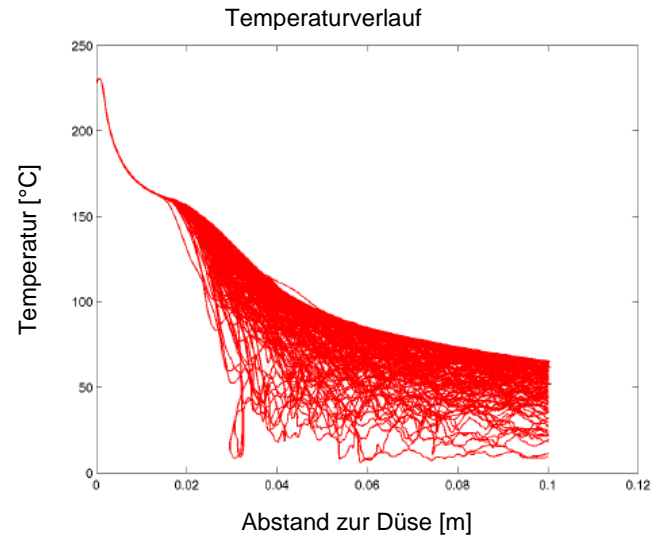
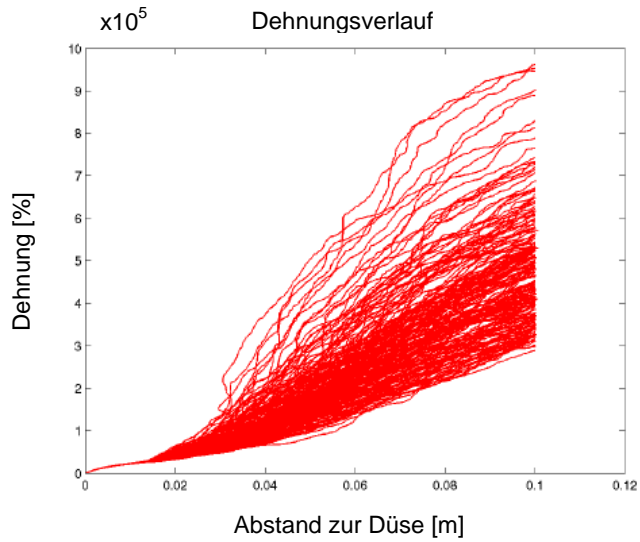
Der Freistrahл zieht in großem Maß Sekundärluft an, die bei der heute üblichen Technologie nicht erhitzt ist. Die Sekundärluft kühlt den Freistrahл und damit die darin befindlichen Fasern ab und limitiert deren Dehnungsfähigkeit. Würde die Sekundärluft so temperiert, dass die Abkühlung der Fasern im Freistrahл deutlich verzögert wird, sollten feinere Fasern und eine verbesserte Spinnstabilität erreichbar sein.

Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die Fasern nach dem Verlassen der Düse schnell in einen metastabilen, nicht mehr schmelzflüssigen Zustand kommen, da sonst die Gefahr der Rückknäuelung der Molekülketten in der turbulenten Umgebung besteht (Tropfenbildung, grobe Fasern). Als eine Möglichkeit erschien die Verstreckzone zu verlängern. Entsprechend wurde die Möglichkeit der kontrollierten Erwärmung der Umgebungsluft (Sekundärlufterhitzung), zunächst simulationsbasiert und dann im Laborversuch evaluiert.



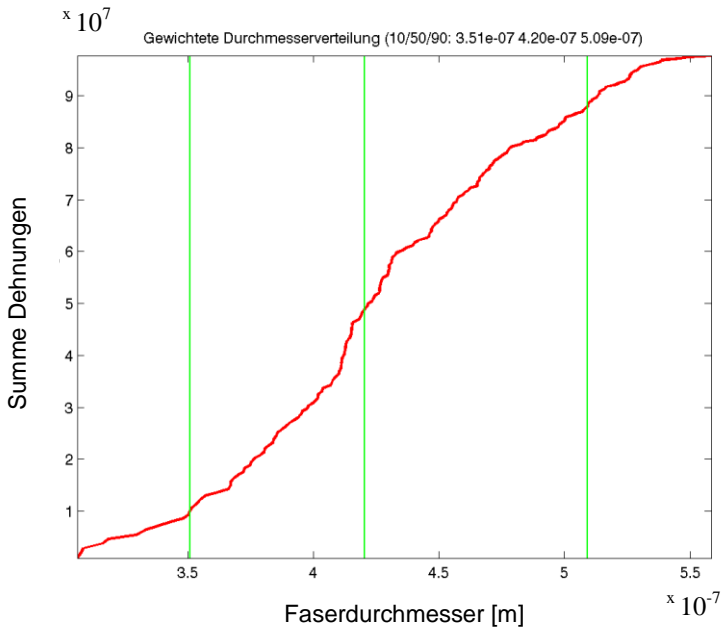
### 5.6.1 Erkenntnisse aus der Simulation

Abbildung 56 zeigt ein Spektrum von Einzelsimulationen für einen Referenzfall hinsichtlich des Dehnungs- (links) und des Temperaturverlaufs (rechts), wie bereits in Kapitel 5.4.9 erläutert. Jede einzelne Simulation beschreibt die Realisierung eines stochastischen Prozesses. Zur Ermittlung aussagekräftiger Kenngrößen ist es erforderlich über eine Reihe von Realisierungen zu mitteln. Hierfür wurden am *ITWM* zunächst 200 Einzelsimulationen durchgeführt, deren Anzahl später ohne relevanten Verlust der Verlässlichkeit auf 50 reduziert werden konnte. „Diese Grafiken zeigen einerseits eindrücklich die durch uniaxialen Verzug geprägte erste Phase bis etwa 0,015 m nach Düsenaustritt und den sich anschließenden stochastisch geprägten Teil mit hoher Schwankungsbreite der Ergebnisse. Diese zweite Phase ist einerseits für die hohen Gesamtdehnungen verantwortlich, andererseits zeigt der Temperaturverlauf mit Werten deutlich unter 100 °C, dass das Verstreckungspotenzial aufgrund des Einfrierens der Schmelze nicht voll ausgenutzt werden kann.“ [85].

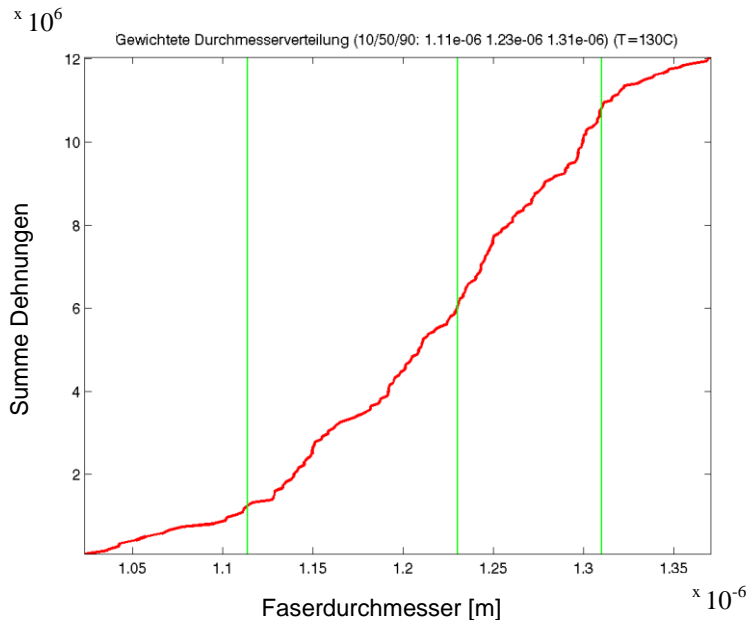


**Abbildung 56: Spektrum der Dehnungs- und Temperaturverläufe für einen Referenzfall (Massepunkt) bei ca. 100 Realisierungen [85]**

In den Simulationen wird dieser Tatsache dadurch Rechnung getragen, dass die Dehnung nur bis zu einer gewissen Temperaturschwelle berücksichtigt wird. Für den Referenzfall zeigt Abbildung 57 daher die resultierenden Durchmesserverteilungen ohne und mit Berücksichtigung einer Temperaturschwelle, deren Wert für Polypropylen zunächst auf einen Schätzwert von 130 °C festgeschrieben wurde.



**Abbildung 57: Berechnete (Faser-)Durchmesserverteilung ohne Temperaturschwelle in Abhängigkeit von der normalisierten Summe der Dehnungen [85]**



**Abbildung 58: Berechnete Durchmesserverteilung mit Temperaturschwelle bei 130 °C [85]**

Durch Berücksichtigung einer Temperaturschwelle steigt der Median der Faserdurchmesser (mittlere grüne Linie) in diesem Szenario von ca. 0,42  $\mu\text{m}$  (Abbildung 57) auf ca. 1,23  $\mu\text{m}$  (Abbildung 58). Die Simulation verdeutlicht damit, wie entscheidend das lange Aufrechterhalten der Dehnungsfähigkeit über die Temperatur für die endgültige Faserfeinheit ist.

Auf Basis dieser Auswertungen sind in einer Vielzahl von Szenarien gezielte Veränderungen des Meltblow-Verfahrens untersucht worden, um die resultierenden Durchmesser weiter zu verringern. Die Untersuchungen zeigen die bessere Nutzung des Dehnungspotenzials durch Reduktion der Kühlwirkung der angesaugten Sekundärluft auf die Filamente.

Hierzu tragen vor allem Änderungen der relevanten Prozesstemperaturen bei. Aufgrund der starken Abkühlung des Freistrahls durch die Mischung mit der Umgebungsluft liegt es nahe dessen Temperatur relevant zu erhöhen. Selbst eine Erhöhung der Primärlufttemperatur von 265 °C auf 330 °C erbrachte in der Simulation nur eine Reduktion des mittleren Faserdurchmessers um 7 % und bleibt damit noch weit vom eigentlichen Verstreckpotenzial entfernt. Die sinnvollere Maßnahme ist daher die Erwärmung der Sekundärluft, die sich mit dem Freistrahл mischt. Da eine komplette starke Aufheizung der Umgebung nicht praktikabel ist, bietet sich die gezielte Zuführung bzw. Bereitstellung von erhitzter Sekundärluft an. Die Simulationen hierzu zeigen, dass die Erwärmung der Sekundärluft auf 50 °C nur eine geringe Reduktion der Filamentdurchmesser von 6 % erzeugt, aber bereits die Erhitzung auf 100 °C den größten Teil des theoretischen Verstreckpotenzials aktiviert.

Neben der Temperatur der Sekundärluft ist selbstverständlich auch relevant, in welcher Menge diese aktiv zugeführt oder durch den Freistrahл passiv angesaugt wird. Das Verhältnis der Menge an Sekundär- zur Primärluft entscheidet letztlich darüber, bis zu welcher Höhe der Freistrahл durch erhitze Sekundärluft umströmt wird.

Da die Simulationen des *ITWM* das Potenzial der Sekundärlufttemperierung theoretisch stützten, war es Teil dieser Arbeit, die konstruktive Umsetzung der temperierten Sekundärluftzufuhr experimentell zu realisieren und zu optimieren.

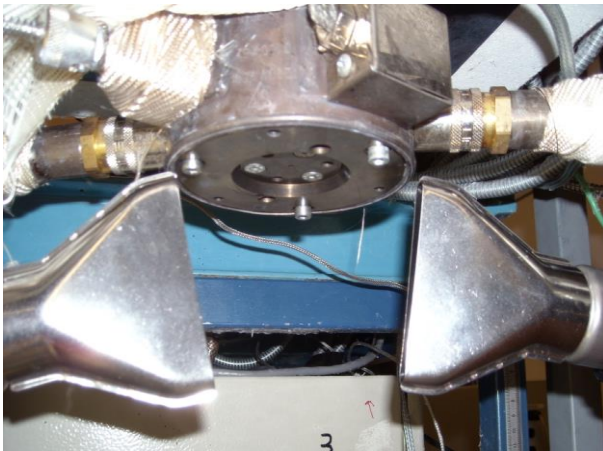
## 5.6.2 Verifizierung mit Polypropylen

### *Vorversuche*

In den empirischen Untersuchungen sollte zunächst geklärt werden, welche Strategie zur Bereitstellung der temperierten Sekundärluft geeignet ist. Dabei standen eine fokussierte aktive Anblasung über Düsen (flächige aktive Anströmung) oder alternativ eine passive Bereitstellung der temperierten Sekundärluft zur Disposition.

Unten dargestellte Abbildung 59 zeigt die Meltblow-Laboranlage mit einer eingebauten Einkapillardüse. Zur Nacherhitzung wurden hier zunächst zwei handelsübliche Heißluftföne verwendet. Der Versuch mit zwei Heißluftfönen mit Längsdüsenaufsatz (Höhe: 75 mm, Breite: 8 mm) erfolgte mit einer Stelltemperatur von 260 °C bei einem Luftdurchsatz von 2x 500 l/min. Der Quer-Abstand zwischen Fön-Mitte und Faserstrahl betrug ca. 40 mm.

Im Prozess ist bei Einschalten der Heißluftföne eine instantane Änderung des Ablagebilds optisch erfassbar, was auf einen signifikanten Einfluss der Nacherhitzung auf die Faserbildung schließen lässt. Mit diesem einfachen Setup konnte bereits eine deutliche Reduktion des mittleren Faserdurchmessers von über 0,8 µm auf ca. 0,55 µm erreicht werden. Dabei kam eine Einkapillardüse ( $d = 0,3$ ,  $L = 70d$ ), das PP MF650X bei einem Kapillardurchsatz von 0,05 g/min zum Einsatz.

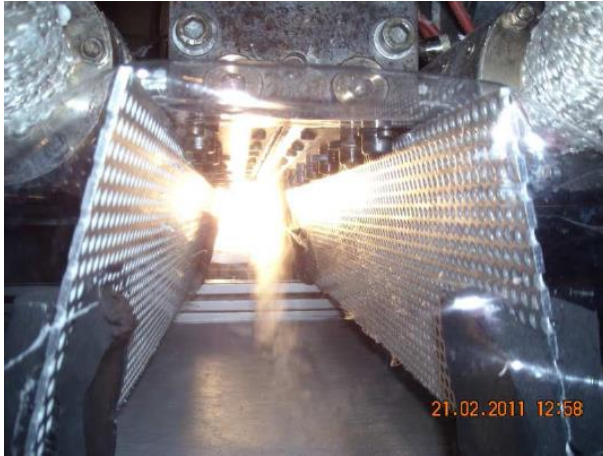


**Abbildung 59: Vorversuche mit Heißluftföhen; oben: Änderung des Ablagebilds durch zusätzliche Nacherhitzung; unten: Detailansicht der Einkapillardüse mit zusätzlicher Sekundärluftverhitzung**

### *Untersuchungen eines Systems zur passiven Temperierung über Konvektion*

Im Rahmen von Vorversuchen wurde das generelle Verhalten der Auslenkung des Freistrahls, Faserverklebungen und der Vliesablage bei einer Störung der Sekundärluftströmung untersucht. Dazu wurden verschiedene Einbauten in Form von Lochblechkonstruktionen (Abbildung 60 links) unterhalb der Meltblow-Düse angebracht. Zudem wurde mittels Rauchröhrchen die Luftströmung durch diese Einbauten hindurch visualisiert. Ein Thermo-Anemometer wurde eingesetzt, um die Strömungsgeschwindigkeit der angesaugten Sekundärluft, mit und ohne Lochbleche, bei unterschiedlichen Prozessparametern, in verschiedener Lage zum Freistrahls zu bestimmen.

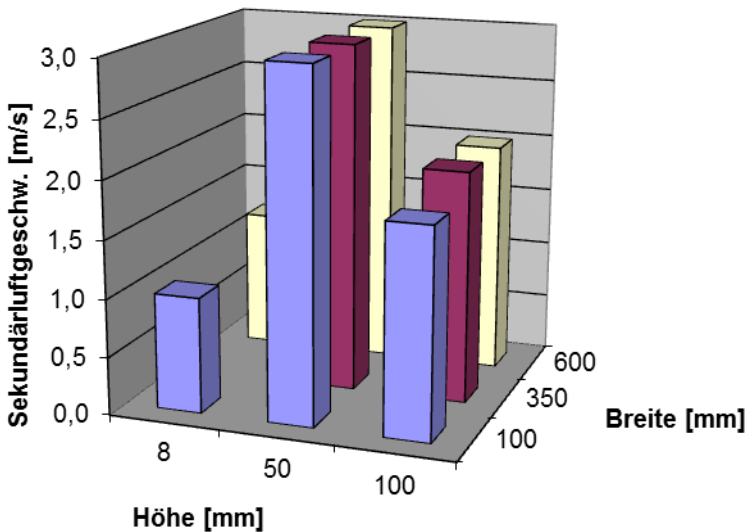




**Abbildung 60: Vorversuche zur passiven Sekundärluftströmung mit Lochblecheinbauten**

Diese Untersuchungen führten zu dem Ergebnis, dass es möglich ist, in einem Abstand von mindestens 60 mm senkrecht zum Faservorhang und über eine Höhe von 150 mm eine Reduktion des freien Querschnitts von ca. 70 % beidseitig zuzulassen, ohne den Faserstrahl zu stören. Die Geschwindigkeit der angesaugten Luft konnte je nach Prozessparameter und

Abstand von der Düse im Bereich zwischen 1 - 3 m/s ermittelt werden (Abbildung 61), was wiederum bezogen auf die, als maßgeblich angesehene, Ansaugfläche von ca. 0,07 m<sup>2</sup> zu einem Volumenstrom von 250 - 750 m<sup>3</sup>/h je Seite führt. Das bedeutet, dass der Freistrah (Primärluft) die ca. 5 - 10-fache Menge Sekundärluft aus der Umgebung anzieht. Diese Erkenntnis stimmt auch sehr gut mit Erkenntnissen aus der Simulation überein.



**Abbildung 61: Messpunkte der passiv angesaugten Sekundärluftgeschwindigkeit (Anblasbreite 700 mm); Parameter: vordere Luftschneide, Querabstand 60 mm, ohne Absaugung, DCD 400 mm, T<sub>Luft</sub> 200 °C**

Die Abschätzung der Wärmebedarfsberechnung von Luftheizern führt zu folgender Gleichung:

$$\dot{Q} = \frac{c_p \cdot \delta \cdot \dot{V} \cdot \Delta T}{3600} \quad (28)$$

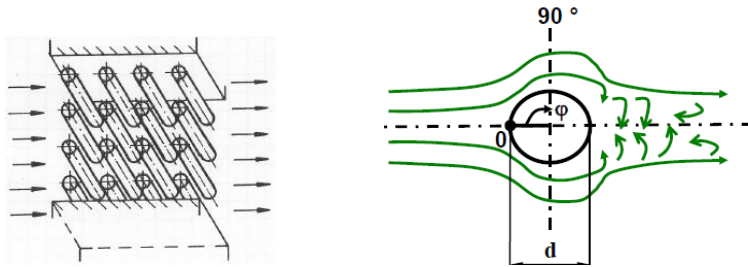
Dabei sind:

$\dot{Q}$	Wärmeleistung	[KW]
$c_p$	spez. Wärmekapazität	[kJ/kg K]
	$c_{p\text{Luft}} \sim 1,0 \text{ kJ/kg K}$	
$\delta$	Dichte	[kg/m <sup>3</sup> ]
$\dot{V}$	Volumenstrom	[m <sup>3</sup> /h]
$\Delta T$	Temperaturdifferenz Innen/Außen	[K]

Geht man von einer spez. Wärmekapazität der Luft von 1,0 kJ/kg\*K, einer Dichte der Luft bei 20 °C von ca. 1,2 kg/m<sup>3</sup>, sowie einem Volumenstrom von 400 m<sup>3</sup>/h aus, sowie einer Temperaturerhöhung von 130 K, so ergibt sich nach eine notwendige Wärmeleistung von ca. 17 kW.

$$\dot{Q} = \frac{1,0 \cdot 1,2 \cdot 400 \cdot 130}{3600} = 17,3 \quad [kW]$$

Um eine möglichst hohe Wärmeübertragung zu gewährleisten, wurde eine maximal dichte Anordnung von möglichst kleinen Heizstabdurchmessern gewählt. Die limitierenden Faktoren sind hier der zu überwindende Druckverlust und die kompakte Baugröße. Abbildung 62 zeigt die geordnete Anordnung von mehreren Einzelkörpern und deren Einfluss auf die Strömungsgeschwindigkeit und den Strömungsquerschnitt.



**Abbildung 62: Haufwerk überströmter Zylinder (links), Ablösepunkt und Wirbelbildung an einem Zylinder in der Nähe von  $\varphi = 90^\circ$  (rechts) [97]**

Das Lückenvolumen bzw. die Porosität ( $\beta$ ) des Haufwerks ist definiert als:

$$\beta = 1 - \frac{V_K}{V_{Ges}} \quad [-] \quad (29)$$

Dabei sind:

$V_K$                       Volumen der Körper                      [ $m^3$ ]

$V_{Ges}$                       Gesamtvolumen                      [ $m^3$ ]

Es ergibt sich dann für die Strömungsgeschwindigkeit ( $v$ ):

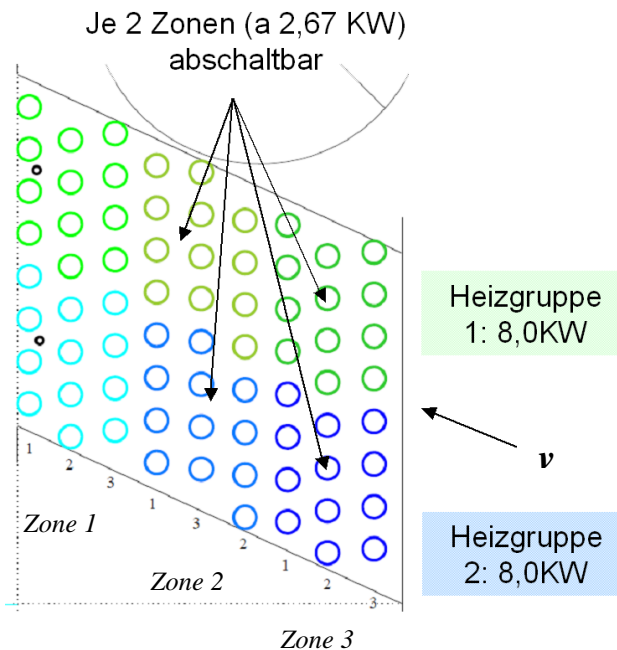
$$v = \frac{\dot{V}}{A_{Ges} \cdot \beta} \quad [m/min] \quad (30)$$

Dabei ist:

$A_{Ges}$                       Strömungsquerschnitt ohne Körper                      [ $m^2$ ]

Daraus abgeleitete Überlegungen führten zum Design zweier Lufterhitzer (Abbildung 63) unter Einsatz von je 72 Edelstahl-Heizstäben, welche in

einem definierten Bauraum (BxHxT: 120x100x700 mm) mit einem Lückenvolumen von ca. 50 % angeordnet wurden. Das Gehäuse musste anlagenbedingt in einem Winkel von 70° ausgeführt werden. Es wurden darin jeweils zwei Heizgruppen mit einer Leistung von je 8 KW integriert, davon sind wiederum jeweils 2 Zonen abschaltbar. Die Temperatur wird über düsenseitig angebrachte Temperaturfühler geregelt. Mit Hilfe dieses speziellen Designs der Heizaggregate war es möglich, eine rein passive Sekundärlufterhitzung zu realisieren. Die vom Freistrahл angesaugte Luft durchströmt gezielt die Lufterhitzer, wobei sie erhitzt wird und damit die Verstreckzeit für die Fasern gegenüber einer nicht erhitzten Sekundärluft verlängert werden kann.



**Abbildung 63: Querschnitt eines Lufterhitzers: Anordnung der Heizstäbe für die 500 mm breite Meltblow-Anlage**

Die Frage nach der Strategie zur Bereitstellung der temperierten Sekundärluft ist von elementarer Bedeutung, da sie die Ausführung grundsätzlich beeinflusst. Sie ist maßgeblich abhängig von der Funktion a) minimal möglicher Abstand, bei dem der Freistrahle nicht gestört wird und b) maximal möglicher Abstand, bei dem unerwünschte Tertiärluft ausgeschlossen werden kann. Daraus ergibt sich die Konsequenz, dass zunächst Versuche gemacht werden müssen, die diese Fragen beantworten. Weiterhin ist die Wahl der Strategie von anderen Gesichtspunkten abhängig, die im Folgenden tabellarisch dargestellt und bewertet werden.

**Tabelle 17: Bewertung unterschiedlicher Strategien der Sekundärlufttemperierung [98]**

Nr.	Kriterium	Aktiv; gerichtet**	Aktiv, flächig	Passiv
1	Neg. Beeinflussung des Freistrahls*	++	+	?
2	Risiko auf Tertiärluft*	o	+	-
3	Abkühlzone	+	-	+
4	Invest	- (zusätzliche Kompressorleistung)	- (zusätzliche Kompressorleistung)	+(nur Lufterhitzung)
5	Betriebskosten	-	-	o
6	Temperaturkontrolle	+	+	+
7	Messung des Luftvol.-stroms	+	+	+
8	Steuerung des Sekundärluftvolumen	+	+	o (nur Drosselung möglich)
9	Selbstregulation	-	-	+
10	Baugröße	++ (kleine Düsen möglich)	o	o
11	Nachrüstbar	++ (durch kleine Baugröße)	+	+

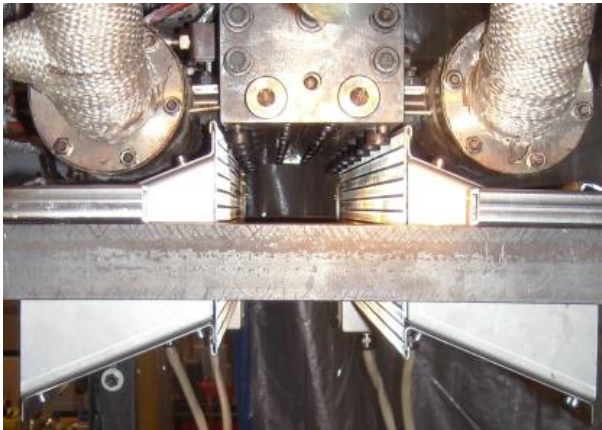
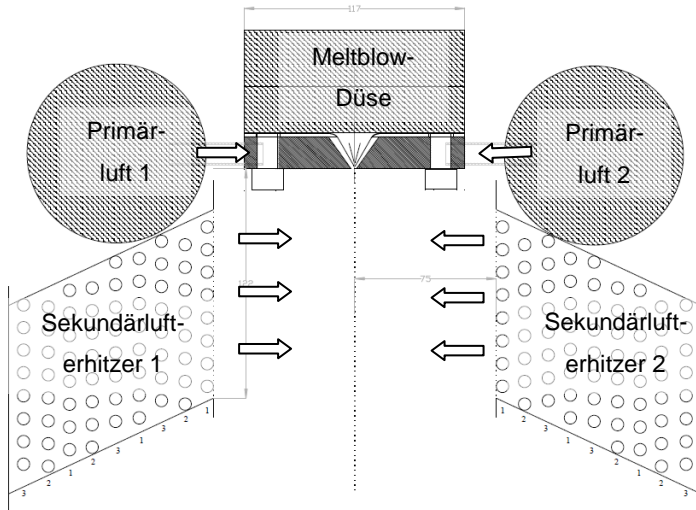
(++) „sehr vorteilhaft“, (+) „vorteilhaft“, (-) "negativ", (o) „fehlender Effekt“; (\*) Ausschlusskriterium für die Strategie, wenn negative Auswirkung nicht verhindert werden kann. (\*\*) Gerichtete Anblasung entspricht einer aktiven Lufteinblasung über Düsen auf geringer Fläche.

Generell sind sowohl aktive als auch passive Systeme möglich, eine aktive Anströmung wurde jedoch aufgrund des erhöhten apparativen Aufwandes nicht weiter untersucht.

### ***Versuche mit passiver Lufterhitzung***

Bzgl. der Anordnung der Heizaggregate (Abbildung 64) hat sich eine Mindesthöhe von ca. 50 - 100 mm unterhalb der beheizten Zone hin zum Förderband positiv auf die Faserablage sowie die Prozessstabilität ausgewirkt. Da der Faserstrahl sich in unteren Regionen stark aufweitet, besteht immer die Gefahr der Faseranhaftung an die Heizaggregate. Dies ist vor allem der Fall, wenn mit einer passiven Sekundärlufterhitzung möglichst nahe an den Freistrahler herangefahren werden muss (geringer Querabstand). Zudem muss den Filamenten eine ausreichende Abkühl- bzw. Kristallisationszeit zur Verfügung stehen, damit Verklebung mit dem Förderband und Versprödung des Vlieses verhindert werden.

In einem nächsten Schritt sollte geklärt werden, welche Temperatur der Sekundärluft anzustreben ist. Es hat sich dabei gezeigt, dass Temperaturen oberhalb von 150 °C für die Erzeugung einlagiger Meltblow-Vliesstoffe aus PP nicht sinnvoll sind. Die Fasern kühlen dann bei gängigem DCD zwischen 100 - 500 mm nicht ausreichend ab. Dies führt dazu, dass sie im viskoelastischen Zustand auf dem Ablageband auftreffen und mit diesem verkleben. Ein Ablösen des Vliesstoffes vom Förderband ist dann nicht mehr zerstörungsfrei möglich. Ob es ggf. sinnvoll ist diesen Umstand zu nutzen, um eine Verbindung mit einem Substrat herzustellen, muss im Einzelfall überprüft werden. Zudem verlieren die Vliesstoffe an Elastizität. Dies kann mit einem Rückknäulen der Polymerketten begründet werden. Zusätzlich verhindern die stark verklebten Fasern das Abgleiten der Fasern gegeneinander, was wiederum zu einem verstärkt brüchigen und spröden Charakter der Materialien führt. Des Weiteren führt eine Sekundärlufttemperatur ab ca. 80 °C bei niederviskosen PP-Typen zu verstärktem Faserflug.



**Abbildung 64: Querschnittszeichnung der 500 mm breiten Meltblow-Anlage:  
Anordnung der Sekundärluftherhitzer (oben) und Foto der real  
installierten Aggregate (unten)**

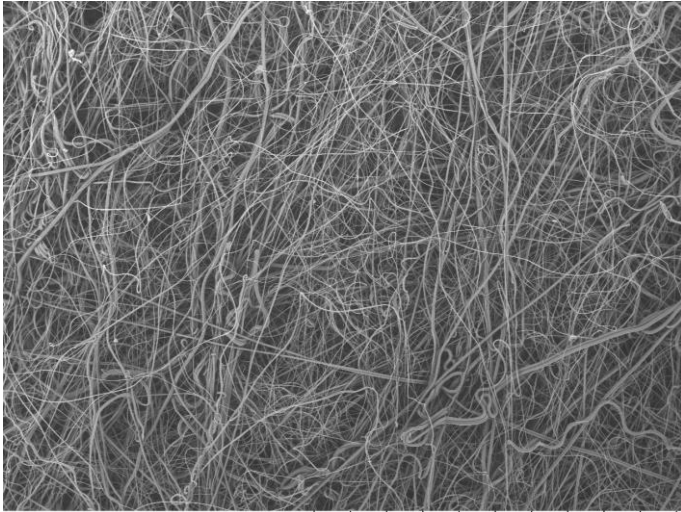
Dies ist in gewisser Weise auch der Faserfeinheit zuzurechnen, da feinere Fasern eine viel höhere Bandversperrung verursachen und somit die Absaugleistung deutlich reduzieren. Die nicht vollständig abgesaugte Primärluft führt dann dazu, dass sich ein Luftstrom entlang des Vlieses



ausbildet, der absteigende Faserbündel aus dem Vliesverbund herauslöst (Bandverwirbelungen). Zur Reduzierung dieser unerwünschten Effekte müsste die Absaugleistung deutlich erhöht werden. Zusätzliches Potenzial liegt in der Anpassung der Primärlufteinstellung sowie der weiteren Optimierung der Sekundärluftströmung. Im Laufe der Untersuchung hatte sich insbesondere die *Basell-PP-Type Metocene* MF650X mit einem MFR von 1200 g/10min als geeignet zur Erzeugung feiner Fasern herausgestellt.

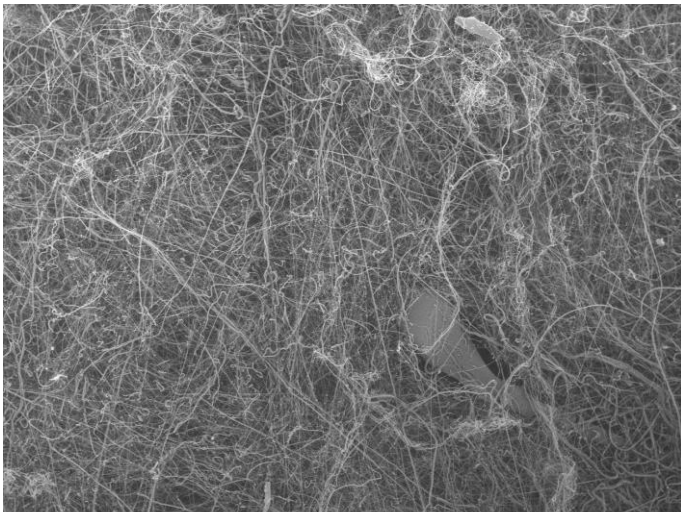
Aus der Untersuchungsreihe (Abbildung 66) wird weiterhin deutlich, dass der mittlere Faserdurchmesser mit zunehmender Temperatur der Sekundärlufterhitzer abnimmt, bei sonst konstanten Parametern. Es konnte eine beachtliche Reduktion auf ca. 1/3 erreicht werden (von 1,55  $\mu\text{m}$  auf unter 0,59  $\mu\text{m}$  im Median). In diesem Versuch wurde eine 141-Kapillardüse mit  $d = 0,2$  und  $L = 10d$ , bei einem Kapillardurchsatz von 0,066 g/min und einem Primärluftdurchsatz von nur 180  $\text{Nm}^3/\text{h}$  verwendet. Die Polymertemperatur lag bei 220 °C, die Primärlufttemperatur in der Düse bei 240 °C. Dieses Ergebnis verdeutlicht auch eindrücklich die Produktivitätssteigerung bei Herstellung feiner Fasern mit Hilfe der Sekundärlufterhitzung, da derart feine Fasern bislang nur mit deutlich geringeren Kapillardurchsatzraten hergestellt werden konnten.

Ab einer Temperatur der Sekundärlufterhitzer von ca. 80 °C ist eine deutliche Zunahme von Faserflug zu verzeichnen, wie in Abbildung 66 auf der zweiten y-Achse (Liniendiagramm) dargestellt. Ab 120°C Sekundärlufttemperatur nimmt der Faserflug wieder leicht ab. Dies ist bei dieser Temperatur und darüber auf die starke Verklebungsneigung der Filamente zurückzuführen. Zudem haften die Fasern sehr stark am Förderband, sodass keine Bandverwirbelungen mehr auftreten.



ITV-11-6755

2011.06.20 11:56 L D2,1 x100 1 mm

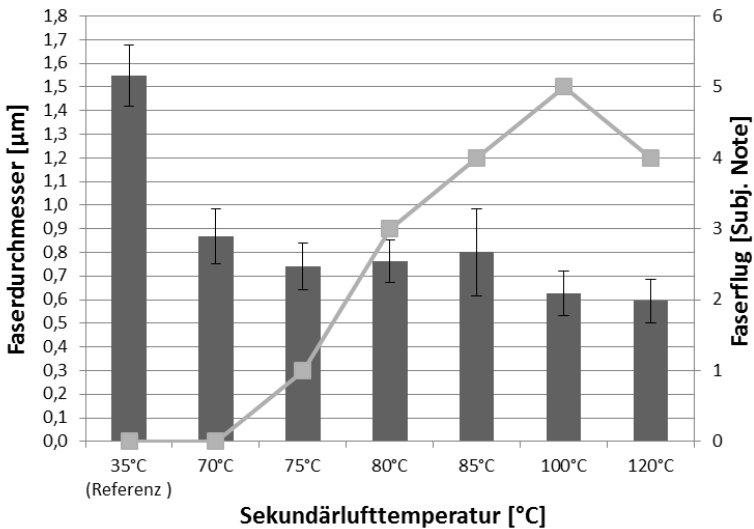


ITV-11-6717

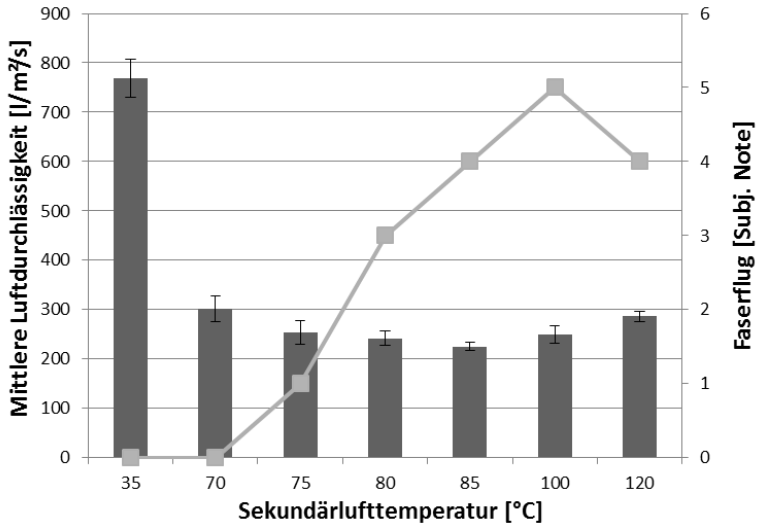
2011.06.17 18:02 L D2,2 x100 1 mm

**Abbildung 65: REM-Aufnahmen (100x-vergrößert): oben - Referenz ohne Sekundärlufterhitzung, unten - Sekundärlufttemperatur 120 °C (starke Veränderung der Vliesstruktur mit Verklebungen, Shots und Kurzfasern)**

Vergleicht man die Luftdurchlässigkeitswerte (Abbildung 67) der Untersuchungsreihe mit den Faserdurchmessern (Abbildung 66) fällt auf, dass der Trend bis zu einer Temperatur von ca. 85°C wie erwartet verläuft. Bei den höheren Temperaturen wurden jedoch, trotz feinerer Fasern, wieder etwas höhere Luftdurchlässigkeitswerte gemessen. Dafür gibt es zwei Erklärungsansätze. Erstens wurde durch den Faserflug und die starke Bandverwirbelung ein gewisser Anteil an Fasern nicht im Vlies gefangen, was sich auch durch eine Flächengewichtabnahme bemerkbar macht, zweitens kann es durch stärkere Verklebung der Fasern bei hohen Temperaturen zu Strukturveränderungen im Vlies kommen.



**Abbildung 66: Einfluss der Sekundärlufttemperatur auf den Median der Faserdurchmesser (Balken: automatische Messung je 5 REM-Aufnahmen x4,0k) und den Faserflug (Linie), Polymer: PP MF650X**

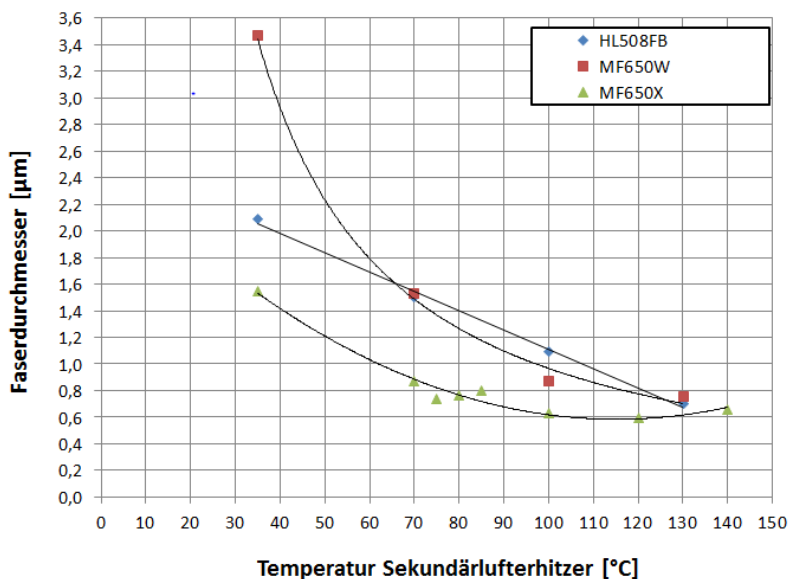


**Abbildung 67: Einfluss der Heizaggregattemperatur auf Luftdurchlässigkeit (Balken) und Faserflug**

Zur Ermittlung des Polymereinflusses wurden verschiedene Versuche mit passiver Sekundärluftherhitzung unternommen, um den Einfluss der Sekundärluft auf die Faserdurchmesser und den Faserflug in Abhängigkeit der Viskosität genauer zu betrachten. Das *Borealis PP Borflow HL508FB* mit einem MFR von 800 g/10min sowie das *Basell Metocene MF650W* mit einem MFR von 500 g/10min wurden dazu ausgewählt. Abbildung 68 zeigt die ermittelten Faserdurchmesser der automatischen Faserdurchmesseranalyse in Abhängigkeit der Sekundärlufttemperatur für diese zwei höherviskosen PP-Typen im Vergleich zum PP MF650X. Alle Parameter bis auf die Sekundärlufttemperatur wurden dabei konstant gehalten.

Es konnte bei allen PP-Typen eine rapide Abnahme der Faserdurchmesser mit steigender Sekundärlufttemperatur verzeichnet werden. Der Median

konnte mit den *Basell* Polymeren allein durch die Erhöhung der Lufterhitzer von 35 °C (Referenzeinstellung: Heizer abgeschaltet) auf 70 °C halbiert werden. Die höherviskoserer Typen neigen erst ab einer Sekundärlufttemperatur von 100 °C zu Faserflug. Das *Borealis* Material zeigt eine sehr lineare Abnahme des Faserdurchmessers und eine geringere Tendenz zum Faserflug bei höheren Temperaturen im Vergleich zur niederviskosen *Basell* Type. Dennoch konnten die Faserfeinheit des MF650X nicht erreicht werden.



**Abbildung 68: Abhängigkeit des Median der Faserdurchmesser von der Sekundärlufttemperatur (passiv); Parameter: 0,06 g/h<sup>0</sup>/min, 2x90 Nm<sup>3</sup>/h, T<sub>Polymer</sub> 220 °C, T<sub>Luft</sub> 240 °C**

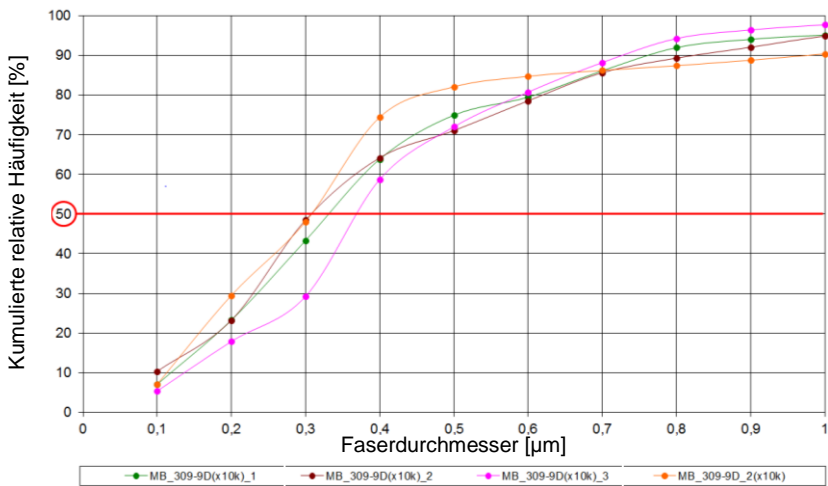
Versuche mit verändertem Schmelzedurchsatz sowie Primärluftdurchsatz und -temperatur zeigen die Tauglichkeit des Systems auch für Parametervariationen. Des Weiteren eignet sich die Sekundärlufterhitzung

dafür den Prozess zu stabilisieren, da mit deutlich geringerer Primärluftanblasung gearbeitet werden kann und trotzdem sehr geringe Faserdurchmesser erzielt werden.

Die Machbarkeit von Vliesstoffen mit einem Median der Faserdurchmesser unter  $0,4\ \mu\text{m}$  an der  $500\ \text{mm}$  breiten Anlage konnte mit folgenden Parametern dargestellt werden:

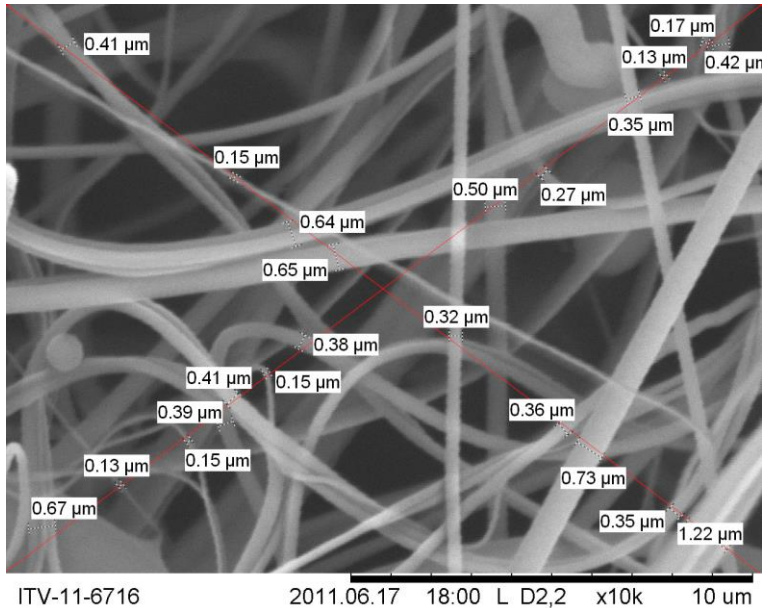
Kapillardurchsatz:	0,01 g/min
Primärluftdurchsatz:	$2 \times 150\ \text{Nm}^3/\text{h}$
DCD:	400 mm
Stelltemperatur der Heizaggregate:	$140\ ^\circ\text{C}$ (passiv)

Abbildung 69 zeigt die kumulierte relative Häufigkeitsverteilung und darin den Median (rote Linie) der Verteilungskurven zwischen  $0,3\ \mu\text{m}$  und  $0,4\ \mu\text{m}$  für alle vier untersuchten REM-Aufnahmen in 10.000-facher Vergrößerung.



**Abbildung 69: Ergebnisdiagramm der automatischen Faserdurchmesseranalyse von vier REM-Aufnahmen eines Vliesstoffes, hergestellt an der 500 mm breiten Meltblow-Anlage unter Einsatz der passiven Sekundärlufterhitzer**

Abbildung 70 zeigt die Überprüfung der automatischen Vermessung mit der manuellen Messmethode an einer REM-Aufnahme. Auch hier konnten Faserdurchmesser im Median unter 0,4 µm gemessen werden. Die Defektbewertung ergab für dieses Muster jedoch Faserflug und leichte Shots sowie sphärische Polymer-Partikel. Daher ist es im Weiteren noch notwendig die Prozessparameter in Richtung Prozessstabilität weiter zu optimieren.



**Abbildung 70: 10.000-fach vergrößerte REM-Aufnahme mit manueller Faserdurchmesseranalyse**

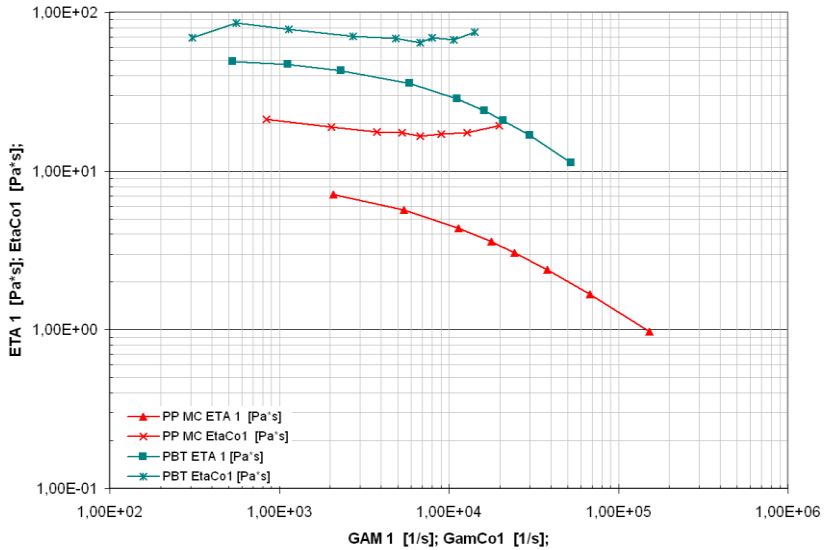
Bei hohem Primärluftdurchsatz war das gewählte Design der Sekundärlufterhitzer nicht gleichermaßen effektiv wie bei geringerem Durchsatz ( $< 200 \text{ Nm}^3/\text{h}$ ), sodass deutlich geringere Verbesserung im Median erreicht werden konnten. Dies kann auf eine unzureichende Heizleistung der Stäbe bei schnell strömender Sekundärluft sowie das Ansaugen von kalter Luft aus dem Raum unterhalb der der Lufterhitzer zurückgeführt werden.

### 5.6.3 Verifizierung mit Polybutylenterephthalat

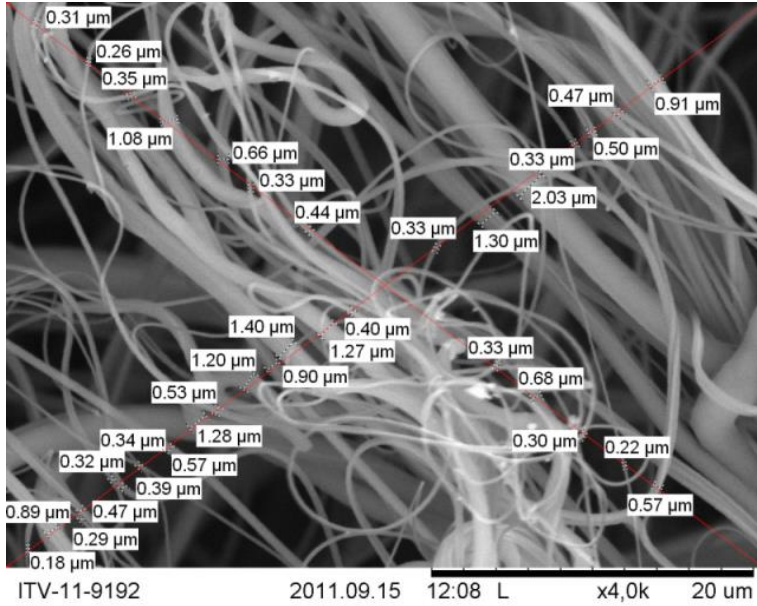
Zur Validierung der Untersuchungen mit PP wurden verschiedene, kommerziell erhältliche PBT-Typen auf ihr Potenzial zur Feinstfaserbildung



getestet. Die MVR der drei untersuchten Polymere (*Ticona* Celanex 2008, *Evonik* Vestodur X7065, *Lanxess* Pocan B700) lag nach den Herstellerangaben im Bereich 180 - 300 cm<sup>3</sup>/10min (2,16 kg, 250 °C). Vor der Verarbeitung wurden alle Typen nach Vorgabe der Hersteller getrocknet. Die Verarbeitung fand unter Schutzgas-Zuführung (Stickstoff) im Extruder-Einzugsbereich statt. Ohne wesentliche Änderungen der bereits beschriebenen Anlagentechnik vorzunehmen und ausschließlich durch Anpassung der Extrusions- und Lufttemperaturen (Primär- und Sekundärluft) war es möglich, mittlere Faserdurchmesser unterhalb 0,5 µm bei einem Kapillardurchsatz von 0,05 g/min mit geringem Faserflug herzustellen (siehe Abbildung 72). Die Ergebnisse waren damit feiner als zunächst erwartet, da die Scherviskosität (bei 2000 s<sup>-1</sup>) der PBT-Typen bei 250 °C um mindestens Faktor fünf höher liegen als die des niederviskosen PP (MFR 1200 g/10min bei 220 °C) im Vergleich (siehe Abbildung 71). Auch die Dehnviskosität ist um einen Faktor von mindestens drei höher, bevor bei höheren Dehngeschwindigkeiten ebenfalls eine Tendenz zur Dehnverfestigung messbar ist. Dies ist auch eine Erklärung der deutlich höheren Spinnstabilität der PBT-Materialien gegenüber PP.



**Abbildung 71: Scher- (ETA 1) und Dehnviskosität (EtaCo1) in Abhängigkeit von der Scher- (GAM1) oder Dehngeschwindigkeit (GamCo1). Vergleich einer PP-Type (220 °C) und der niedrigviskosesten PBT-Type (250 °C) der Untersuchung gemessen mit einem Göttert Rheograph 75®**



**Abbildung 72: 4.000-fach vergrößerte REM-Aufnahme mit manueller Faserdurchmesseranalyse eines Feinstfaser Meltblow-Vliesstoffes aus PBT, mit einem Faserdurchmesser von 0,5  $\mu\text{m}$  im Median**

## 6. Diskussion der Ergebnisse

Ziel dieser Arbeit war es, ein fundiertes Verständnis der Faserbildungsvorgänge im Meltblow-Verfahren zu erarbeiten, um die Entwicklung eines Feinstfaser Meltblow-Verfahrens zu ermöglichen. Damit sollten Feinstfasern im Durchmesserbereich zwischen  $0,1\ \mu\text{m}$  und  $1,0\ \mu\text{m}$  mit dem thermoplastischen Werkstoff Polypropylen in einem ökonomisch sinnvollen Produktivitätsfenster (Kapillardurchsatz:  $0,01 - 0,1\ \text{g/min}$ ) hergestellt werden.

*Hills Inc., West Melbourne/Florida, USA* nimmt mit speziellen Herstellungsverfahren für Spinnpakete und Spindüsen derzeit eine Pionierrolle im Bereich des Maschinenbaus für Feinstfaser- und Bikomponentenspinntechnologien ein. Darüber hinaus stellen die Ergebnisse von *Ellison et al.* [18, 36, 37] und *Bhat et al.* [38] zusammen mit Ergebnissen des *ITV* [52] den aktuellen wissenschaftlichen Stand der Feinstfaserentwicklung dar. Neben dem Meltblow-Verfahren verfügen auch das Forcespinning [50] und das Zentrifugenspinnen [42, 49] über großes Potenzial zur Herstellung von Feinstfasern aus Polymer-Systemen. Somit sind wirtschaftliche Alternativen zum Elektrospinnen vorhanden, wenngleich mittlere Faserdurchmesser im Nanometerbereich ( $< 0,1\ \mu\text{m}$ ) bislang noch nicht erreicht werden.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte erstmalig die Erzeugung eines Faserdurchmessers im Median  $< 0,2\ \mu\text{m}$  aus Polypropylen mit dem Meltblow-Verfahren demonstriert werden (siehe Kapitel 5.4.5 und Anhang A1). Bei diesem Vliesstoff sind ca. 20 % der Faserdurchmesser feiner als  $0,1\ \mu\text{m}$  und über 65% feiner als  $0,2\ \mu\text{m}$ , der Median liegt bei ca.  $0,15\ \mu\text{m}$ . Dabei kam ein speziell entwickeltes Einkapillardüsen-System zum Einsatz.

Weiterhin war es dafür notwendig, eine thermische Degradation des Polymers herbeizuführen, um die Viskosität der Schmelze zu reduzieren. Grundsätzlich kann ein kontrollierter thermischer Abbau zur Erzeugung von Feinstfasern eingesetzt werden. Zur Beherrschung des Abbaus ist jedoch die Implementierung einer Online-Viskositätskontrolle während der Extrusion notwendig.

### **6.1 Ergebnisse der Untersuchungen der Polymereigenschaften**

Messungen mittels Online-Kapillarrheometer liefern tatsächliche, prozessinhärente Materialdaten und geben Hinweise auf Degradationserscheinungen, die durch starke thermische Belastung infolge einer langen Verweilzeit und durch hohe Scherbeanspruchungen entstehen können. Rheologische Untersuchungen mittels Kapillarrheometer machen deutliche Unterschiede der eingesetzten PP-Typen sichtbar. Durch Dehnviskositätsmessungen konnte das komplexe Verhalten der unterschiedlichen Meltblow-Polymere unter Dehnbelastungen dargestellt werden. Jedoch ist es derzeit nicht möglich die im Meltblow-Verfahren auftretenden hohen Dehnraten unter realistischen Temperaturverläufen messtechnisch zu erfassen. Polymere mit niedriger Molmasse und damit geringer Viskosität bzw. hohem MFR begünstigen die Erzeugung von Feinstfasern. Es ist zu berücksichtigen, dass bei einer zu geringen Molmasse keine ausreichende Spinnstabilität mehr vorhanden ist und vermehrt Kurzfasern (Faserflug) und sphärische Polymertropfen entstehen können. Es konnte gezeigt werden, dass eine enge Molekulargewichtsverteilung bzw. Polydispersität, die beispielsweise bei Einsatz von Metallocen-Katalysatoren in der Polymerisation erzielt wird, die Spinnstabilität bzw. Dehnviskosität im Meltblow-Verfahren verbessert. Inwieweit diese

Erkenntnis für die Herstellung maßgeschneiderter Polymere für das Meltbow-Verfahren berücksichtigt wird, müssen künftige Entwicklungen zeigen.

Mit sehr niederviskosen Polymeren kommt es im turbulenten Spinnprozess verstärkt zu Faserabbrissen. Diese Störgrößen müssen durch geeignete Maßnahmen reduziert bzw. kontrolliert werden. Möglichkeiten ergeben sich durch optimierte Kapillar- und Luftschneidengeometrien sowie durch zusätzliche Luftführungselemente. Ein starkes Absauggebläse in Verbindung mit einer zusätzlichen Anblasluft in Hauptströmungsrichtung kann den Faserflug deutlich eindämmen und einen stabilen Prozess gewährleisten. Die Verwendung von Düsen mit geringer Kapillarezahl ist eine verfahrenstechnische Option. Bei gewissen Polymeren könnte auch das Anlegen einer elektrischen Spannung sinnvoll sein. Zudem sollten feinfasrige Vliesstoffe mit geringer Flächenmasse ( $> 5 \text{ g/m}^2$ ) mit stabileren Medien (z. B. Spinnvliesstoffen) verbunden werden, da die mechanische Stabilität sehr gering ist und weitere Verarbeitungsschritte verhindert. Die Verfestigung kann zudem über ein geeignetes Bindemittel oder Kalandrieren erfolgen. Inwieweit ein derartiger Prozess für die Herstellung von Feinstfaservliesstoffen im industriellen Maßstab geeignet ist, muss in zukünftigen Versuchen geklärt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden ebenfalls Versuche mit Zugabe eines reaktiven Additivs (Irgatec<sup>®</sup> CR76) in verschiedenen Konzentrationen durchgeführt. Der entscheidende Vorteil bei der Verarbeitung hochmolekularer PP-Typen (MFR 35 g/10min), deren Molekülketten erst während der Extrusion aufgespalten werden, liegt darin, dass feine Fasern ohne die Bildung von Faserflug hergestellt werden können. Dieser positive Effekt kann wiederum einer besseren Spinnstabilität durch eine engere

Molekulargewichtsverteilung zugeschrieben werden. Polymere mit kontrollierter Viskosität bieten demnach ein hohes Potenzial zur defektfreien Feinstfasererzeugung. Allerdings war es im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich, über den Einsatz von Irgatec® CR76 in der Kombination mit Meltblow-PP-Typen eine Verbesserung der Faserfeinheit zu erzielen. Im direkten Vergleich sind niederviskose Meltblow-Typen für die Erzeugung von Feinstfasern besser geeignet. Zudem sind beim Einsatz von Additiven immer verarbeitungstechnische Limitierungen und zusätzliche Kosten zu berücksichtigen.

## **6.2 Zusammenfassende Beschreibungen des Verstreckvorgangs**

Mit Hilfe von Strömungssimulationen und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen an einem Meltblow-Einkapillardüsen-System konnte die Bildung von Feinstfasern aus einem Polymerstrang in einem hoch turbulenten Freistrahle genauer analysiert werden. Das Zusammenspiel einer simulationsbasierten quantitativen Bewertung und systematischer Versuche erlaubt somit die gezielte Analyse des Meltblow-Verfahrens.

Im Meltblow-Verfahren nimmt der Durchmesser des Schmelzestrangs nach dem Austritt aus der Kapillare rapide ab. Die Verstreckkräfte setzen sich aus drei Komponenten zusammen, der Gewichtskraft  $F_G$ , der axialen Verzugskraft der Primärluft  $F_{Air}$  und den stochastischen turbulenten Verzugkräften  $F_{Turb}$ . Die Gewichtskraft ist dabei vernachlässigbar klein. Die turbulenten Kräfte beinhalten zudem Effekte, die durch Faden/Faden-Interaktion entstehen.

Diesen Kräften stehen die Oberflächenspannung und die Rückknäulungstendenz von Polymeren entgegen. Die intermolekularen

Kräfte in der Schmelze bestimmen die Schmelzestabilität. Das Gleichgewicht zwischen den angreifenden Kräften und den intermolekularen Kräften muss bei dem Ziel der Feinstfaserbildung bis an die Grenzen ausgereizt werden.

Man kann am Austrittspunkt von einem Faserdurchmesser ausgehen, der dem Kapillarbohrungsdurchmesser entspricht. Die Strangaufweitung spielt im Meltblow-Verfahren, aufgrund der üblicherweise sehr geringen Viskosität der Polymere und den geringen Kapillardurchsatzraten keine Rolle (siehe auch Kapitel 2.4.4). In der uniaxialen Region der Faserbildung unmittelbar nach Düsenaustritt ist die Relativgeschwindigkeit der angreifenden Primärluft zur Austrittsgeschwindigkeit des Polymerstrangs am höchsten. Dies führt, in Verbindung mit der noch hohen Temperatur in dieser Region, zu hohen Dehnungen der metastabilen Faser. Dennoch zeigen Aufnahmen nahe dem Austrittspunkt keinerlei Turbulenzen im Schmelzestrang, wengleich die Luftströmung im Freistrahls hier auf maximale Geschwindigkeiten, z. T. jenseits der Schallgeschwindigkeit beschleunigt wird und somit einen hohen Turbulenzgrad aufweist. Diese Beobachtung lässt sich zunächst mit dem Massenträgheitsansatz begründen.

In einigem Abstand zum Düsenaustritt treten turbulente Verstreckeffekte auf. Der vollständige laminar-/turbulente Umschlag des Polymerstranges erfolgt üblicherweise in der Region von 1 mm- 20 mm unterhalb des Austrittspalts. Bis hin zu dieser Region wird der Strang soweit verstreckt, dass Massenträgheitskräfte und Scherkräfte innerhalb der Faser so weit abnehmen, dass die Faser den Richtungsänderungen der angreifenden Luftkräfte folgt. Ab diesem Punkt folgt die Faser dem wirbelnden Luftstrom in dreidimensionaler Ausprägung. Dies führt zur Auslenkung der Faser und aufgrund von wechselnden Zug- und Druckkräften zu einer zusätzlichen



lokalen Dehnung. Man spricht hier auch von einem Peitschen- oder im englischen Sprachgebrauch vom sog. „whipping“-Effekt, der insbesondere für das Elektrospinnen intensiv untersucht ist [99]. Allerdings wirkt im Meltblow-Verfahren einzig die turbulente Prozessluft auf die Faser ein [100], im Elektrospinnverfahren ist die Ladungsverteilung innerhalb der Polymerlösung und die elektrostatische Pulsation innerhalb der labilen viskoelastischen Polymerlösung (engl. „bending instability“) die treibende Verstreckkraft [101].

Weiterhin tritt spätestens in diesem Bereich die Interaktion der Faser mit sich selbst und im Falle von Mehrlochdüsen mit benachbarten Fasern auf. Die durch Verstreckkräfte hervorgerufene Verjüngung der Faser verursacht eine Vergrößerung der Oberfläche, was wiederum die Abkühlung und den Phasenübergang (flüssig/fest) beschleunigt.

Der Freistrah (Primärluft) saugt beim Eintritt in die Umgebung ein hohes Volumen der Umgebungsluft (Sekundärluft) an. Die Mischung mit der Sekundärluft führt zu einer schnellen Abkühlung der Luft im Freistrah und der darin befindlichen Faser (-schmelze). Die Temperatur der Primärluft die vor Düsenaustritt in der Regel mindestens das Niveau der Düsentemperatur bzw. Schmelzetemperatur beträgt, sinkt im Zuge dieser Durchmischung auf der kurzen Strecke zum Ablageband rapide ab. Unterschreitet die Fasertemperatur den Bereich von 130 - 110 °C (siehe Kapitel 2.3.3) kommt es bei PP zur Kristallisation der Schmelze und es findet keine weitere Verstreckung mehr statt.

Es wurde gezeigt, dass es durch eine Kombination aus geeigneter Polymerviskosität, hoher Primärluftdurchsatzmenge und optimierten Düsen- und Luftschneidengeometrien möglich ist, Faserdurchmesser im Median bis

0,5  $\mu\text{m}$  bei moderatem Faserflug auf der 500 mm breiten Technikum-Anlage herzustellen.

### **6.3 Ergebnisse der statistischen Versuchsplanung**

Betrachtet man ausschließlich den Faserdurchmesser oder die geringste Porengröße als Zielwert, so setzt sich das niederviskoseste PP MF650Y (MFR 1800 g/10min) klar durch. Mit diesem Material werden Faserdurchmesser im Bereich um 0,2  $\mu\text{m}$  im Median mit den Einkapillardüsen erreicht. Allerdings führt die geringere Schmelzestabilität bzw. Dehnviskosität dieser extrem niederviskosen Type zu starkem Faserflug im Prozess.

Mit dem verwendeten Polymer und Anlagen-Setup war es durch Optimierungen innerhalb des DoE möglich, Faserdurchmesser im Median von 0,39  $\mu\text{m}$  bei moderatem Faserflug herzustellen. Überraschend war die Tatsache, dass diese Faserfeinheit auch bei einem hohen Kapillardurchsatz von 0,05 g/min erzielt werden konnte. Neben dem Polymerdurchsatz ist die Schmelztemperatur entscheidend für die Faserfeinheit. Hohe Temperaturen und Verweilzeiten führen immer zu einer Abnahme der Viskosität und damit zur Reduktion der Faserdurchmesser. Gleiches gilt auch für die Ausgangsviskosität (hier ausgedrückt durch die Materialtypen bzw. deren MFR).

Es besteht zudem eine starke Wechselwirkung zwischen Düsengeometrie und Düsentemperatur bzw. Polymer in der Wirkung auf den Faserdurchmesser. Dies erscheint insoweit schlüssig, als dass eine geringe Viskosität in Verbindung mit großen Kapillardurchmessern mit geringer Länge zu einer verstärkten Bildung von Shots führt und somit gröbere

Faserdurchmesser hervorrufen. Ein weiterer Grund für frühe Schmelzeabrisse kann durch einen pulsierenden Polymerfluss durch die Kapillare aufgrund eines zu geringen Drucks im Kapillareinlauf entstehen. Der Einfluss des Luftdurchsatzes auf den Median des Faserdurchmessers unterliegt im gewählten Bereich keinem linearen Zusammenhang mehr. Jedoch ist der Luftdurchsatz für die Streubreite der Faserdurchmesser entscheidend: je höher er gewählt wurde, desto enger war die Verteilungsbreite.

Bei den *Borealis* Polymer-Typen HL508FB und HL512FB konnten sich im unteren Polymerdurchsatzbereich (0,01 - 0,05 g/min) die 0,2 mm Kapillardurchmesser gegenüber den 0,4 mm durchsetzen. Sowohl der Medianwert als auch die Faserdurchmesserstreuung lagen bei 0,2 mm signifikant unterhalb der 0,4 mm Kapillaren. Grundsätzlich ist diese Aussage auch für die *Basell* PP-Typen MF650X und MF650Y zutreffend, wenn auch nicht mit entsprechend hoher Aussagekraft der Ergebnisse.

Durch die kontrollierte Beeinflussung der Viskosität der Polymere, die Optimierung der Kapillar- und Luftschneidengeometrie und insbesondere durch den Einsatz sehr hoher Primärluftdurchsatzmengen ist es möglich, mit Einkapillardüsen mittlere Faserdurchmesser bis hinunter zu 0,2  $\mu\text{m}$  im Median herzustellen. Die Tendenz zu Faserflug und Schmelzeabrisse kann durch die Wahl des Polymers beeinflusst werden.

#### **6.4 Ergebnisse der Düsenoptimierung**

Feine Kapillarbohrungen in Kombination mit hohen L/d-Verhältnissen sind vorteilhaft zur Herstellung von Feinstfasern. Diese Erkenntnis konnte sowohl für die Mono-, 27-Kapillar- als auch den 500 mm breiten Düsen für

geringe Kapillardurchsatzraten ( $\leq 0,05$  g/min) bestätigt werden. Der Einfluss von Set-back, Air-gap und End-gap wurde auf 30 mm und 500 mm breiten Düsen-Systemen überprüft.

Mit der 500 mm breiten Technikum-Anlage war es möglich defektfreie Vliesstoffe im Bereich von  $0,4 \mu\text{m}$  im Median mit niederviskosen PP-Typen herzustellen. Mittlere Faserfeinheiten von  $0,2 \mu\text{m}$  konnten mit dieser Anlage nicht erreicht werden. Gründe dafür liegen in der Anlagentechnik die gegenüber dem Einkapillardüsen-System und industrietypischen Anlagen hinsichtlich Primärluftdurchsatzmenge, Leistung der Lufterhitzer, Absaugleistung und Geometrievariation der Kapillaren und Luftschneiden limitiert war. Aufgrund der zur Verfügung stehenden Luftvolumen konnten keine Luftgeschwindigkeiten im Überschallbereich realisiert werden. Zudem reichte die Leistung der Lufterhitzer nicht aus, um die benötigten Luftmengen für einen längeren Zeitraum über  $220 \text{ }^\circ\text{C}$  zu erhitzen. Ebenfalls führten Faserabrisse zu starkem Faserflug, der mit dem vorhandenen Absauggebläse nicht aufgefangen werden konnte, was wiederum zu einer Faserbündelung und Verwirbelung von Fasern entlang des Förderbandes führte.

Es konnte gezeigt werden, dass es möglich ist, Feinstfasern mittels Meltblow-Verfahren mit verschiedenen Düsenbreiten zu generieren. Dies kann mit einer optimierten Anlagentechnik und ideal gewählten Prozessparametern erreicht werden.

Die klassischen Optimierungsmöglichkeiten durch die gängigen Stellgrößen scheinen damit jedoch nahezu ausgereizt. Der Prozess stößt bei hohen Temperaturen und Dehnungen immer wieder an die Grenzen der Materialbelastbarkeit, was Störungen im Vliesbild verursacht. Daher sind anlagentechnische Veränderungen und Polymermodifikationen notwendig,

um das Verfahren weiter zu verbessern. Aus verfahrenstechnischer Sicht wurde neben der Variation der Spinddüsengeometrie vornehmliche die Temperierung der Umgebungsluft (Sekundärluft) untersucht.

## **6.5 Ergebnisse zur Sekundärlufterhitzung**

Mit Hilfe der Sekundärlufterhitzung können sowohl deutlich feinere Fasern bei konstanter Produktivität, als auch eine gesteigerte Produktivität bei gleicher Faserfeinheit erzielt werden. Eine rein passive Sekundärlufterhitzung über konvektive Wärmeübertragung ist darstellbar. Über den Einsatz von sekundären Lufterhitzern ist es hier beispielsweise gelungen, die Produktivität bei der Herstellung von Fasern mit einem Median von ca.  $0,7 \mu\text{m}$  um Faktor zwei zu steigern.

Vorteile des hier gewählten Lufterhitzer-Designs sind der kompakte Bauraum der Aggregate und das selbstregulierende Wirkprinzip, sodass sie mit geringem Aufwand an bestehenden Anlagen nachrüstbar sind. Steht eine energieeffiziente Produktion im Fokus, kann die Sekundärlufterhitzung zur Reduktion der Primärlufttemperatur und -intensität bei gleicher Faserfeinheit beitragen, was zudem eine schonende Verarbeitung mit geringerer Gefahr der Defekterzeugung bedeutet. Eine Auslenkung des Freistrahls und die Faseranhaftung an die Lufterhitzer müssen in jedem Falle verhindert werden.

Dadurch dass die Fasern in einem warmen Zustand auf dem Förderband auftreffen, was zu einer stärkeren Verklebung und weniger Haarigkeit führt, wird auch die mechanische Stabilität und Steifigkeit der Vliesstoffe erhöht, was beispielsweise die Plissierbarkeit verbessern kann.

Die Zugfestigkeit von Feinstfaser-Vliesstoffen aus PP nimmt durch die Sekundärlufterhitzung zunächst zu, bevor sie bei Temperaturen über 120 °C rapide abnimmt. Bei hohen Temperaturen besteht die Gefahr der Versprödung, was mit einer geringeren mechanischen Stabilität der Medien einhergeht. Dies wird auch aus Versuchen der *Oerlikon Neumag, Neumünster, Deutschland* deutlich [102].

Abbildung 73 zeigt eine Zusammenfassung der besten, reproduzierbaren Ergebnisse ohne Shots der Untersuchungen mit PP für verschiedene Düsensysteme. Die gestrichelte Linie steht für heute industriell herstellbare Faserfeinheiten (Stand der Technik). Zudem sind die besten Ergebnisse an der 500 mm breiten Anlage ohne Einsatz der Sekundärlufterhitzung abgetragen (rote Linie). Die grüne Linie zeigt Ergebnisse, die unter Einsatz der passiven Sekundärlufterhitzung an der 500 mm breiten Anlage erzielt wurden. Mit PP können demnach mittlere Faserdurchmesser im Bereich unter 0,5 µm im Median hergestellt werden. In erster Linie stehen die positiven Effekte auf die Filtrationseigenschaften im Vordergrund, die bereits diesem Bereich vorhanden sind (siehe Kapitel 6.6). Eine überwiegende Anzahl dieser und feinerer Faserdurchmesser konnte bei einem Kapillardurchsatz von 0,05 g/min mit den modifizierten Mehrlochdüsen ( $d = 0,2$  mm,  $L = 10d$ ) hergestellt werden. Den entscheidenden Vorteil, speziell bei höherem Polymerdurchsatz und geringem Luftdurchsatz, erbrachte der Einsatz der Sekundärlufterhitzung.

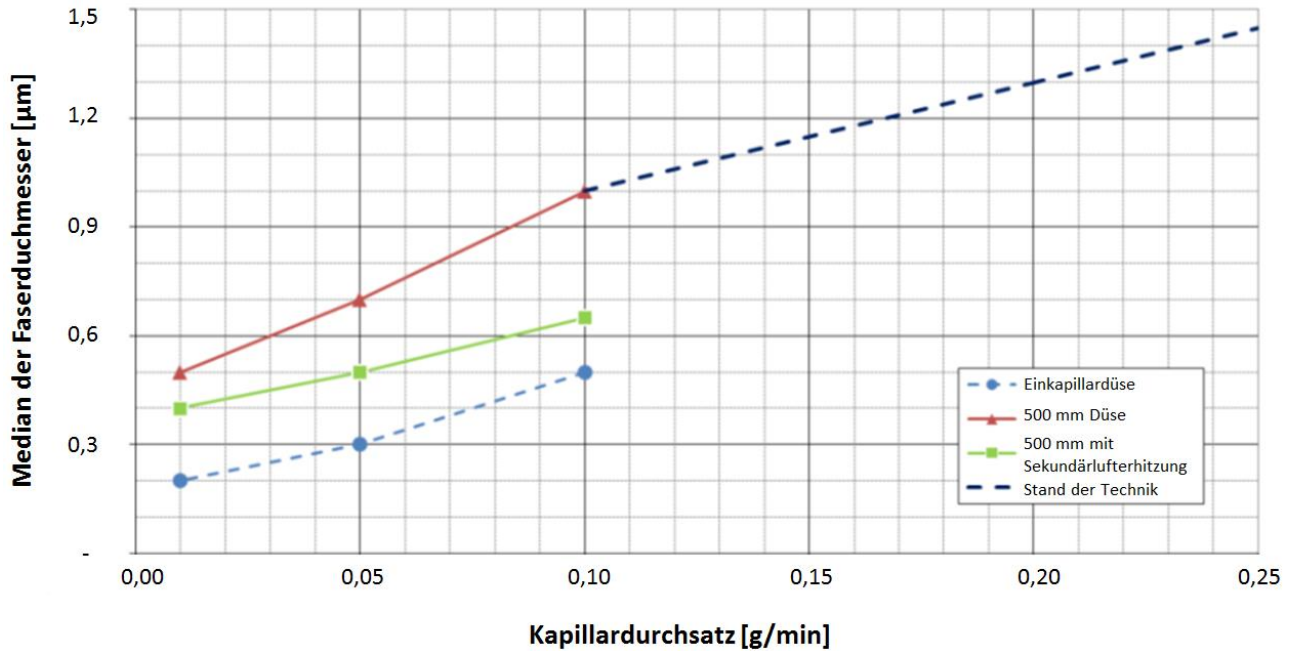


Abbildung 73: Median der Faserdurchmesser über der Produktivität (ausgedrückt durch den Kapillardurchsatz). Beste Ergebnisse mit PP MF650Y

Mit den Einkapillardüsen (blaue Linie) konnten bei allen Durchsatzraten noch feinere Fasern erzielt werden. Dies ist auf den bereits erläuterten, idealen Strömungs- und Verstreckvorgang zurück zu führen.

Auch eine aktive Sekundärlufterhitzung (gerichtet und flächig) wurde untersucht. Dabei stellten sich jedoch anlagentechnische Schwierigkeiten heraus, sodass die gewünschte homogene Luftverteilung über die Arbeitsbreite und ein entsprechend gleichmäßiger Temperatureintrag mit der gewählten Konstruktion nicht optimal umgesetzt werden konnte. Es konnte ebenfalls eine Faserdurchmesser-Reduktion erzielt werden, diese fiel aber deutlich geringer aus, als bei der passiven Variante. Zudem führt eine aktive Lufteinblasung häufig zu einem Auslenken des Freistrahls und der darin befindlichen Fasern, sodass auch negative Auswirkungen auf die Vliesstruktur entstehen können. Aus diesen Gründen wurde das selbstregulierende passive System zur Sekundärlufterhitzung im Rahmen dieser Arbeit intensiv untersucht.

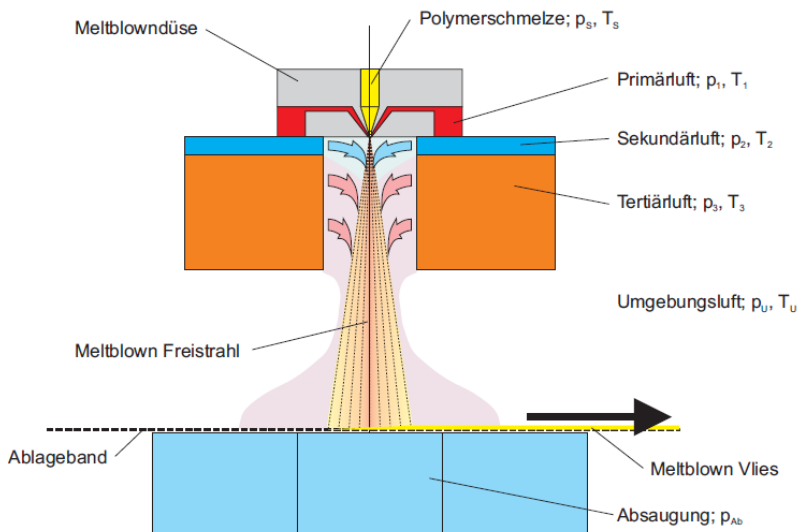
Im Umfeld der Sekundärlufterhitzung im Meltblow-Verfahren konnten zwei Patente identifiziert werden. In WO02/059403A1 (K&C 2001) wird ebenfalls eine Art von sekundärer Erhitzung beansprucht. Im Patent EP1637632A1 (Reifenhäuser 2004) wird ein „Meltblow-Blaskopf“ mit aktiver Sekundärblasluft beansprucht, diese Sekundärluft sollte Temperaturen höher 50 °C bzw. 60 °C aufweisen und wird von beiden Seiten im Winkel 50°-90° beaufschlagt und kann zeitlich konstant oder pulsierend sein.

Auf Basis von Simulationsergebnissen wurde offensichtlich, dass eine sekundäre Kaltluft (Umgebungsluft) gekoppelt mit einer anschließenden temperierten tertiären Warmluft die erforderliche Prozess- bzw. Spinnstabilität hervorruft (Abbildung 74). Dies entspricht auch der oben



bereits vorgestellten Lösung, bei der über einen Spalt zwischen Meltblow-Düse und Sekundärlufterhitzern nicht temperierte Luft in geringer Menge angesaugt werden kann. Im Patent wurde der Begriff „Tertiärluft“ eingeführt, der dem im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Begriff Sekundärluft entspricht. Im Patent wurde die angesaugte Kaltluft mit „Sekundärluft“ bezeichnet.

Eine Schutzrechtsanmeldung mit dem Titel: „*Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von superfeinen Polymerfasern durch Meltblown-Technik*“ wurde erarbeitet und eingereicht.



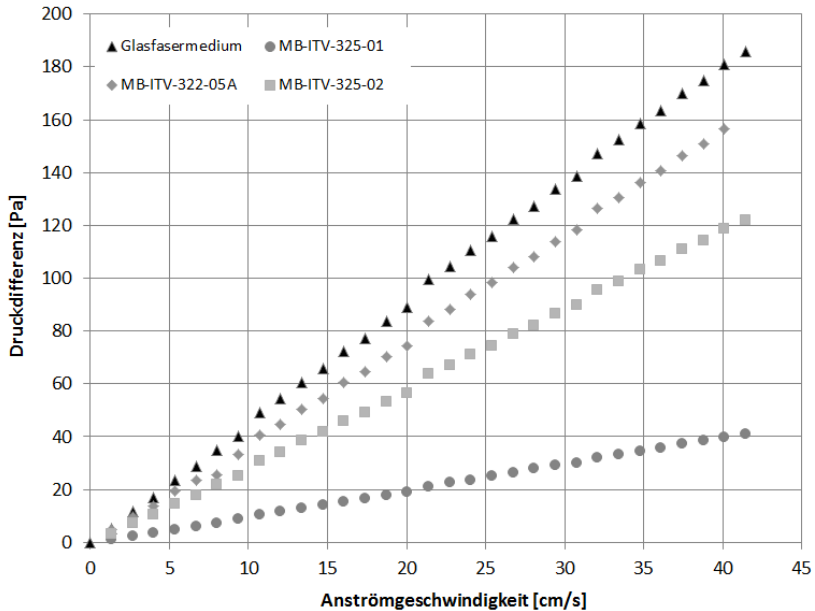
**Abbildung 74: NaBlo-Meltblow-Technologie mit kalter „Sekundärluft“ und erhitzter „Tertiärluft“ [102]**

## 6.6 Ergebnisse der Filterprüfung

Zur Demonstration des Effektes der Faserdurchmesserreduktion auf die Effizienz von Meltblow-Filtermedien werden in diesem Kapitel Ergebnisse aus Filterprüfungen der *Freudenberg Filtration Technologies KG* dargestellt, die mit Meltblow-Vliesstoffen gewonnen wurden, welche zum Abschluss dieser Entwicklung für die Firma *Freudenberg* hergestellt wurden.

Die Filterprüfung erfolgte in Anlehnung an DIN 71 460 an einem speziellen Flächenwarenprüfstand, der für sehr kleine Anströmgeschwindigkeiten ausgelegt ist. Dabei kam ein DEHS Prüfaerosol zum Einsatz. Alle Meltblow-Medien wurden auf ein Spinnvlies-Trägermaterial (30 g/m<sup>2</sup>) gesponnen und mit diesem getestet. Die hier getesteten Meltblow-Vliesstoffe besitzen alle eine mittlere Flächenmasse von 4 - 5 g/m<sup>2</sup> und wurden anströmseitig geprüft. Ein Glasfasermedium der Filterklasse F7 wurde als „Stand der Technik“ im selben Prüfverfahren getestet. Dieses voluminöse Material besitzt eine Flächenmasse von 100 g/m<sup>2</sup> sowie ein breites Faserdurchmesser-Spektrum zwischen 0,1 - 6,0 µm und wird bereits erfolgreich im Bereich der Staubfiltration eingesetzt.

Die Druckverlustmessung erbrachte die in Abbildung 75 dargestellten Messwerte.



**Abbildung 75: Druckverlustmessung verschiedener Meltblow-/Spinnvlies-Verbundmedien gegenüber einem F7 Glasfaserpapier [103]**

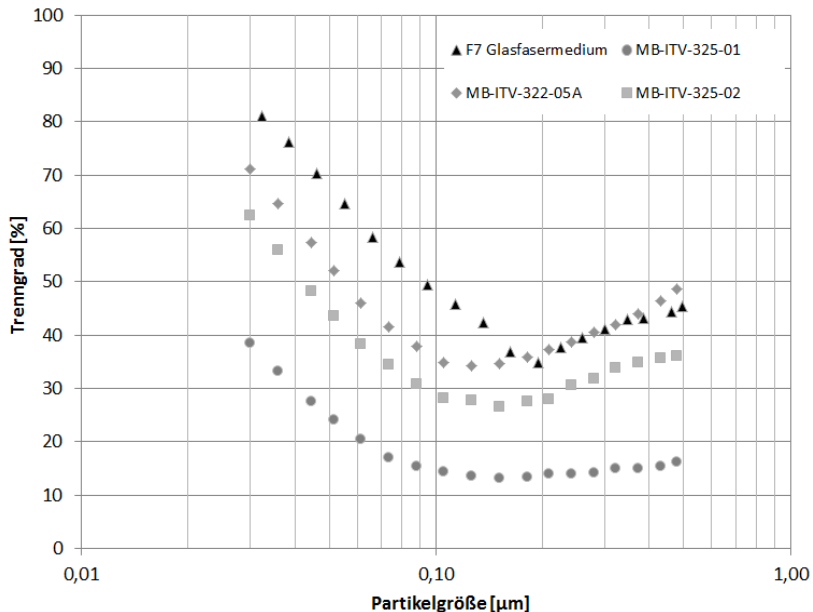
Es wird ersichtlich, dass die Druckverlustwerte aller Meltblow-/Spinnvlies-Verbundmedien unter dem des Glasfasermediums liegen und damit wirtschaftlicher eingesetzt werden können. Um den Einfluss der Sekundärluft auf Filtrationskennwerte zu demonstrieren, wurde das Material MB-ITV-325-01 als ein „Referenzmaterial“ ohne Sekundärluft der Untersuchung hinzugefügt. Es steht gleichzeitig für ein feines Standardmaterial, wie es heute bereits industriell herstellbar ist. Alle Meltblow-Parameter wurden bei Material MB-ITV-325-02 gleich gehalten, jedoch wurde hierbei die Sekundärlufterhitzung (passiv, 100 °C) implementiert. Die Produktivität bei der Herstellung war demnach für beide Vliesstoffe gleich. Die durch die Sekundärlufterhitzung entstandenen zusätzlichen Feinstfasern führen zu einem Anstieg des Druckverlusts, aber

auch zur Verdopplung des Trenngrades im MPPS-Bereich zwischen 0,1 - 0,2 µm Partikelgröße (Abbildung 76). Es kann demnach eine signifikante Steigerung der Abscheideeffizienz durch Einsatz temperierter Sekundärluft bei der Medienherstellung erzielt werden. Tabelle 18 fasst charakteristische Messwerte der Medien zusammen.

**Tabelle 18: Vergleich der Faserdurchmesser- und Luftdurchlässigkeitswerte sowie Produktionsparameter der Medien MB-ITV-325-01, ITV-MB-325-02, MB-ITV-322-05A**

	MB-ITV-325-01	MB-ITV-325-02	MB-ITV-322-05A
Faserdurchmesser (4k x): Median [µm]	0,8	0,45	0,35 (leichte Shots)
Faserdurchmesser (4k x): arithm. Mittelwert [µm]	1,2	0,5	0,5
Luftdurchlässigkeit mit Träger: arithm. Mittelwert [l/m <sup>2</sup> *s]	1852	840	600 (ohne Träger)
Luftdurchlässigkeit mit Träger: CV [%]	9	5	8
Sekundärlufterhitzung	ohne	100 °C (100 %)	100 °C (100 %)
Polymertyp (MFR)	MF650Y (1800)	MF650Y (1800)	MF650Y (1800)
Kapillardurchsatz [g/min]	0,1	0,1	0,016
Kapillargeometrie [mm]	0,3/20d	0,3/20d	0,2/10d

Zudem wurde ein weiteres Feinstfaser Meltblow-Vlies mit der Bezeichnung MB-ITV-322-05A getestet.



**Abbildung 76: Fraktions-Abscheideeffizienz (Trenngrad) verschiedener Meltblow-/ Spinnvlies-Verbundmedien gegenüber einem F7 Glasfaserpapier [103]**

Das effizienteste Meltblow-Medium der Untersuchung (MB-ITV-322-05A) zeigt für Partikelgrößen oberhalb 0,2 µm eine vergleichbar hohe Abscheideeffizienz wie das Glasfasermedium, jedoch mit einem flacheren Druckverlustverlauf. Allerdings verschiebt sich der MPPS Bereich zu feineren Partikeln, sodass der Trenngrad für Partikelgrößen kleiner 0,15 µm um ca. 10 % unter dem Glasfasermedium liegt. Dies kann mit Strukturvorteilen bedingt durch die hohe Flächenmasse und Dicke des Glasfaserpapiers begründet werden. Der strukturelle Aufbau und die mechanische Belastbarkeit der Meltblow-Vliesstoffe müssen im Zuge einer Medienentwicklung weiter verbessert werden. Dennoch zeigt diese erste Studie das hohe Potenzial der Meltblow Feinstfaser-Vliesstoffe, bei deutlich

effizienterer Materialausnutzung. Diese dünnen Medien könnten beispielsweise so genutzt werden, dass in einem zur Verfügung stehenden Bauraum sehr viel mehr Filterfläche in Faltenform eingebracht werden kann, was wiederum zur Erhöhung der Filterstandzeit beiträgt.

## 7. Fazit und Ausblick

Das Meltblow-Verfahren wird seit vielen Jahren zur Erzeugung von Mikrofaservliesstoffen im Bereich von  $1,0\ \mu\text{m}$  -  $20\ \mu\text{m}$  eingesetzt. Aus verfahrenstechnischen Gründen sind damit jedoch Faserdurchmesser unterhalb  $1,0\ \mu\text{m}$  bislang nur sehr begrenzt herstellbar. Dies schränkt die Effizienz und Einsatzmöglichkeiten dieser Vliesstoffmedien beispielsweise in Filtrationsanwendungen erheblich ein. Ziel der Arbeit war daher die Entwicklung eines optimierten Meltblow-Verfahrens zur Herstellung von Feinstfasern im Durchmesserbereich zwischen  $0,1\ \mu\text{m}$  und  $1,0\ \mu\text{m}$ . Dazu erfolgte eine umfassende Untersuchung von Modifikationen des Meltblow-Verfahrens, die zur Herstellung von Feinstfasern führen können.

Online-Rheometer-Messungen wurden durchgeführt, um die niederviskosen Polymer-Typen hinsichtlich prozessinhärenter Viskosität und Spinnstabilität zu bewerten und bilden damit die Grundlage für ein tieferes Verständnis des Materialverhaltens. Die Ergebnisse unterstreichen die hohe Bedeutung einer geringen Viskosität für die Ausbildung von Feinstfasern, zeigen aber auch Grenzen des Verfahrens auf. Im Rahmen dieser Arbeit konnten einige Versuche mit zusätzlicher Additivierung erfolgen. Das hohe Potenzial der defektfreien Feinstfasererzeugung aus PP-Typen mit kontrollierter Viskosität, durch die Zugabe von reaktiven Additiven im Extrusionsprozess, muss zukünftig näher untersucht werden.

Optimierte Prozessparameter und Parameterkombinationen wurden mittels statistischer Versuchsplanung zunächst an einem Einkapillardüsen-System analysiert. Hierbei wurde auch eine systematische Untersuchung der Kapillar- und Luftschneidengeometrie durchgeführt. Mit diesem System gelang es Faserdurchmesser im Median unter  $0,2\ \mu\text{m}$  herzustellen. Dies war

jedoch mit starkem Faserflug und Faserabbrissen aufgrund thermischer Degradation der Makromolekülketten verbunden, sodass ein derartiges System für den industriellen Einsatz weiter modifiziert werden müsste.

Betrachtet man ausschließlich den Median der Faserdurchmesser oder die geringste Porengröße als Zielwert, so erbringt das niederviskoseste, Metallocen katalysierte Homopolymer PP MF650Y (MFR 1800 g/10min) im hier durchgeführten Vergleich die besten Ergebnisse. Allerdings führt die geringere Schmelzestabilität bzw. Dehnviskosität dieser niederviskosen Type zu starkem Faserflug, sodass das Material PP MF650X (MFR 1200 g/10min) unter Berücksichtigung von Störgrößen zu bevorzugen ist. Die hier ebenfalls untersuchten Ziegler-Natta-katalysierten PP-Typen HL508FB und HL512FB erbrachten etwas gröbere mittlere Faserdurchmesser, eine breitere Faserdurchmesserstreuung und mehr Störungen. Dies kann wiederum mit einer breiteren Molekulargewichtsverteilung dieser Typen begründet werden. Inwieweit sich die Metallocen katalysierten PP-Typen aufgrund des höheren Preises industriell durchsetzen werden, bleibt abzuwarten.

Es besteht eine starke Abhängigkeit zwischen Düsengeometrie und Düsentemperatur sowie der Polymer-Type in der Wirkung auf den Faserdurchmesser. Es konnten Vorteile der feinen Kapillarbohrungen in Kombination mit hohen L/d-Verhältnissen zur Herstellung von Feinstfasern ermittelt werden. Diese Erkenntnis konnte sowohl für Mono-, 27-Kapillar- als auch die 500 mm breiten Düsen für geringe Kapillardurchsatzraten ( $\leq 0,05$  g/min) bestätigt werden.

Faserfeinheiten von  $0,2 \mu\text{m}$  konnten mit der 500 mm breiten Anlage nicht erreicht werden. Dies lag vornehmlich an der Limitation der eingesetzten Anlagentechnik gegenüber dem Einkapillardüsen-System hinsichtlich



Primärluftdurchsatz, Leistung der Lufterhitzer, Absaugleistung und Geometrievariation der Düsen und Luftschneiden.

Die klassischen Optimierungsmöglichkeiten durch Variation der gängigen Stellgrößen wurden nahezu ausgereizt. Der Prozess stößt mit hohen Temperaturen und Dehnungen immer wieder an die Grenzen der Materialbelastbarkeit. Daher waren anlagentechnische Veränderungen notwendig, um das Verfahren weiter zu optimieren.

Dies gelang durch die Implementierung eines Aggregates zur Temperierung der vom Freistrahler (Primärluft) angesaugten Umgebungsluft (Sekundärluft). Mit Hilfe einer Sekundärlufterhitzung konnten sowohl bis zu 70 % feinere Fasern (siehe Kapitel 5.6.2) bei gleicher Produktivität, als auch gleiche Faserfeinheiten bei Faktor zwei gesteigerter Produktivität erzielt werden. Eine rein passive Erwärmung der angesaugten Sekundärluft über konvektive Wärmeübertragung wurde hierfür aufgebaut und erfolgreich getestet. Steht eine energieeffiziente Produktion im Fokus, kann die Sekundärlufterhitzung zur Reduktion der Primärlufttemperatur und -intensität bei gleicher Faserfeinheit beitragen, was zudem eine schonende Verarbeitung mit geringerer Gefahr der Defekterzeugung bedeutet.

Dadurch dass die Fasern im warmen Zustand auf dem Förderband auftreffen, kommt es zu einer stärkeren Verklebung und weniger Haarigkeit, was bis zu einem gewissen Grad auch die mechanische Stabilität und Steifigkeit der Vliesstoffe erhöht. Bei hohen Temperaturen der Sekundärluft (> 120 °C für PP) besteht jedoch die Gefahr eines erhöhten Faserfluges sowie der Versprödung, was zu einer geringeren Dehnfähigkeit der Medien führt.

Eine aktive Sekundärluftterhitzung über Heißlufteinblasung wurde ebenfalls untersucht. Dabei stellten sich jedoch anlagentechnische Schwierigkeiten heraus, sodass die gewünschte homogene Luftverteilung über die Arbeitsbreite und ein entsprechend gleichmäßiger Temperatureintrag nicht optimal umgesetzt werden konnte. Es konnte ebenfalls eine Reduktion der Faserdurchmesser erzielt werden, diese blieb im Rahmen dieser Arbeit aber deutlich hinter der der passiven Variante zurück.

Auf Basis von Simulationsergebnissen wurde offensichtlich, dass das Ansaugen einer geringen Menge Kaltluft aus der Umgebung gekoppelt mit einer anschließenden temperierten Sekundärluft positive Effekte hinsichtlich Prozess- bzw. Spinnstabilität hervorruft. Eine derartige Anlagenkonfiguration erbrachte in ersten Vorversuchen bereits positive Effekte. Der Aufbau eines optimierten Designs an der 500 mm breiten Technikum-Anlage des *ITV* zur gezielten, mehrstufigen Sekundärlufttemperierung ist aufbauend auf diese Arbeit geplant.

Neueste Untersuchungen zeigen die Anwendbarkeit der Sekundärluftterhitzung auch auf weitere Polymer-Werkstoffe. Hierfür muss neben den primären Parametern auch die Temperatur der Sekundärluft-Heizaggregate auf das jeweilige Polymer angepasst werden. Im Rahmen dieser Arbeit konnten mit PBT bereits vielversprechende Ergebnisse erzielt werden (siehe Kapitel 5.6.3). Darüber hinaus ist auch die Verarbeitung von hochtemperaturbeständigen Thermoplasten wie PEEK und PPS unter Zuhilfenahme der Sekundärluftterhitzung bereits in der Entwicklung. Das Verfahren bietet zudem Potenzial das Schrumpfverhalten der Polymere positiv zu beeinflussen.

Um die mechanische Stabilität der sehr fragilen Feinstfaser-Vliesstoffe zu erhöhen, ist eine Verbindung mit größeren Fasern oder Trägermedien

(bspw. Spinnvlies) sinnvoll. Der Einsatz geeigneter Verfestigungsmethoden wie eine Online-Wasserstrahlverfestigung, (Ultraschall-) Strukturkalandrierung oder die Stabilisierung über ein Bindemittel vor dem Wickelaggregat sind mögliche Verfahrenstechniken. Die Verfestigung der Feinstfasern, insbesondere bei geringer Flächenmasse der Vliesstoffe, ist auch für einen reibungslosen Transfer der Medien in andere Verfahrensschritte unumgänglich. Eine darauf angepasste Anlagentechnik muss jedoch noch entwickelt werden.

Die Kombination der Feinstfasern mit groben Fasern innerhalb eines Vliesstoffes ist auch aus Filtrationsgesichtspunkten sinnvoll, da daraus ein Tiefenfiltermedium mit höherer Staubspeicherkapazität und geringerem Druckverlust hergestellt werden kann. In diesem Zusammenhang erscheint zukünftig auch eine Bikomponenten-Meltblow-Technologie interessant, da sich damit breitere Faserdurchmesserverteilungen realisieren ließen. Auch Meltblow-Fasern mit einer zusätzlichen, nachträglich herauslösbaren Komponente zur Erzeugung spleißender oder poröser Faserstrukturen könnte zusätzliche Faseroberfläche schaffen und dadurch positive Effekte hervorrufen.

Die Kombination optimaler Prozessparameter wie Polymerwerkstoff, Düsengeometrie, Temperatur und Durchsatz von Schmelze und Primärluft zusammen mit der Temperierung der Sekundärluft ermöglichen die Herstellung von Feinstfasern bei hoher Produktivität bzw. hohem Kapillardurchsatz ( $\sim 0,1$  g/min) und bilden somit die Grundlage für das hier entwickelte Verfahren. Damit gelingt es, defektfreie Vliesstoffe mit hohem Feinstfaseranteil ( $< 1,0$   $\mu\text{m}$ ) herzustellen.

Erste Filtertests zeigen das hohe Potenzial der erzeugten Feinstfaser-Vliesstoffe in der Feinstaubabscheidung und konnten ebenfalls den Effekt

der Sekundärlufterhitzung eindrücklich demonstrieren. Für einen Ersatz von Mikroglasfaserpapieren ist noch eine gezielte Filtermedienentwicklung notwendig. Das hier entwickelte Verfahren bietet eine wirtschaftliche Alternative zu elektrogesponnenen Vliesstoffen.

Die große Faseroberfläche der Feinstfaser-Vliesstoffe ermöglicht die Gestaltung neuartiger Vliesstoffe, die sowohl in Filtermedien aber auch in anderen Anwendungsfeldern verbesserte Produkteigenschaften erzeugen können.

## **Publikationen / Präsentationen**

Batt, T., Rieger, C., Dauner, M., Planck, H., „Entwicklung und Verfestigung von Feinstfaservliesstoffen für die Filtration“, 10. Symposium Textile Filter, Chemnitz, 9. März 2010

Batt, T., Dauner, M., Planck, H., „Experimentelle Grundlagen zur Faserbildung im Meltblow-Verfahren“, 25. Hofer Vliesstofftage, Hof, 10. November 2010

Batt, T., Dauner, M., Planck, H., „Experimental analysis of finest fiber generation in meltblow process“, Techtexil Symposium: Vortrag Nr.: 6.4, Frankfurt, 26. Mai 2011

Batt, T., Dauner, M., Planck, H., “Fundamental analysis of meltblow process, part II: Experiments, modification, validation”, ITMA Symposium, Barcelona, 24. September 2011

Batt, T., Dauner, M., Planck, H., „Wirtschaftliche Herstellung thermoplastischer Feinstfasern für die Filtration“, 11. Symposium Textile Filter, Chemnitz, 6. März 2012

Batt, T., Hietel, D., „‘Nano‘-Meltblown-Fasern: Technologieentwicklung durch Verknüpfung von Simulation und Experiment“, 27. Hofer Vliesstofftage, Hof, 7. November 2012

Batt, T., Dauner, M., Planck, H., “Innovative synthetic nonwovens for filtration”, International Berlin Conference 2013, Berlin, 14. Mai 2013

WING – das Jahrbuch 2008 und 2009, „Nano-Meltblown-Fasern für Filtermedien“, Handlungsfeld Nanotechnologische Werkstoffkonzepte, Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF)

Dauner, M., Batt, T., Rieger, C., et al., „Feinstfaservliesstoffe an der Schwelle zum Nanometerbereich“, 24. Hofer Vliesstofftage, Hof, 11. November 2009

Dauner, M., Batt, T., Funk, A., et al., „Aktuelle Entwicklungen zu Feinstfaservliesstoffen“, 49. Chemiefasertagung, Dornbirn, Österreich, 15. September 2010

Altendorf, H., Didas, S., Batt, T., „Automatische Bestimmung von Faserradienverteilungen“, Forum Bildverarbeitung, KIT, ISBN 978-3-86644-578-9, Regensburg, 2. Dezember 2010

Dauner, M., Batt, T., Fano, C., et al., „Bonding Strategies for Finest Fibre Webs“, EDANA - Nonwovens Research Academy (NRA), Göteborg, Schweden, 20. April 2012

Rieger, C., Batt, T., Dauner, M., Planck, H., „Feiner, stabiler: Neue Wege in der Melt Blown Technik“, 51. Chemiefasertagung, Dornbirn, Österreich, 21. September 2012

Dauner, M., Batt, T., „NaBio: Nano-Meltblown-Fasern für Filtermedien: Teilprojekt: Experimentelle Grundlagen zur Faser- und Vliesbildung im Meltblown-Verfahren“, Abschlussbericht zum BMBF-Projekt, Förderkennzeichen 13N9862, Verbund-Nr. 01063837, Institut für Textil- und Verfahrenstechnik Denkendorf, 2012

## Literaturverzeichnis

---

- 1 N.N., Umweltbundesamt, „Kurzinformation zum Thema ,Umweltzonen in Deutschland“,   
<http://www.umweltbundesamt.de/umweltzonen/umweltzonen.pdf>, Feb. 2012
- 2 N.N., „Luftqualität und saubere Luft für Europa“, Richtlinie 2008/50/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 21. Mai 2008
- 3 N.N., „Industrieemissionen (integrierte Vermeidung und Verminderung der Umweltverschmutzung) (Neufassung) in das innerstaatliche Recht“, Richtlinie 2010/75/EU des Europäischen Parlaments und des Rates vom 24. Nov. 2010
- 4 N.N., „Partikel-Luftfilter für die allgemeine Raumlufttechnik - Bestimmung der Filterleistung“, Entwurf, Deutsche Fassung prEN 779:2009, Anhang A S. 53
- 5 Albrecht, W., Fuchs, H., Kittelmann, W., „Vliesstoffe“, Wiley-VCH Verlag GmbH, 2000
- 6 Cheng, L., Rief, S., Wiegmann, A., „Simulation von Nanofasern und Filtrationsprozessen“, 10. Symposium "Textile Filter" – Chemnitz, März 2010
- 7 Schütz, S., „Grundlagen der Mechanischen Verfahrenstechnik“, Skriptum zur Vorlesung, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik, Universität Stuttgart, Wintersemester 2009/2010

- 
- 8 Kasper G., *“Filtertechnik für Gase 2012”, Schulungsunterlagen, Inst. für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Karlsruher Institut für Technologie, 2012*
  - 9 Kasper, G., Schollmeier, S., Meyer, J., Hoferer, J., *„The collection efficiency of a particle-loaded single filter fiber”, Journal of Aerosol Science, 2009*
  - 10 Graham, K., Ouyang, M., Raether, T., Grafe, T. et al.: *„Polymeric Nanofibers in Air Filtration Applications“, Donaldson C., Inc., Fifteenth Annual Technical Conference & Expo of the Filtration & Separation Society, Galveston, Texas, April 2002*
  - 11 Nguyen N.-T., *„Mikrofluidik: Entwurf, Herstellung und Charakterisierung“, Dissertation an der technischen Universität Chemnitz, ISBN: 3519004666 9783519004660, Teubner Verlag 2004*
  - 12 Cheng, L., Wiegmann, A., Rief, S., *„Filtration simulation on the nano scale – the influence of slip flow“, European Conference on Fluid-Particle Separation, 2010*
  - 13 Piesche, M., *„Grundlagen der Mechanischen Verfahrenstechnik“, Skriptum zur Vorlesung, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik, Universität Stuttgart, Sommersemester 2004*
  - 14 N.N., *DIN EN 1822:2011: „Schwebstofffilter EPA, HEPA und ULPA“, Filterklassen E10-E12, H13-H14 und U15-U17“*
  - 15 N.N., *ISO/TS 27687:2008: „Nanotechnologien – Terminologie und Begriffe für Nanoobjekte – Nanopartikel, Nanofaser und Nanoplättchen“*



- 
- 16 N.N., „Definition von Nanomaterialien“, *Empfehlung der Kommission (2011/696/EU) vom 18. Oct. 2011*
  - 17 Grafe, T., Graham, K., „Polymeric nanofibers and nanofiber webs: a new class of nonwovens“, *INTC 2002: International nonwovens technical conference, Atlanta, Georgia, 09.2002, Donaldson Co., Inc., Minneapolis*
  - 18 Tan, D., Ellison, C., et al., „Impact of Rheology on Meltblown Polymer Nanofibers“, *15<sup>th</sup> Int. Congress on Rheology, 2008*
  - 19 N.N., *ISO 9092:2011: “Textiles - Nonwovens - Definition”*
  - 20 Pinchuk, L.S., et al., „Melt Blowing“, *Springer ISSN 1434-9795*
  - 21 Dutton K. C., „Overview and Analysis of the Meltblown Process and Parameters“, *JTATM V. 6, Issue 1, 2008*
  - 22 Dauner, M., Planck, H., Linti, C., „Medizintechnisches Produkt sowie Verfahren zu seiner Herstellung“, *European Patent EP/1111112, Jun. 2001*
  - 23 Ward, G., „Meltblown Nanofibres for Nonwoven Filtration Applications“, *Nonwoven Technologies Inc. of Georgia, USA, Filtration & Separation, Nov. 2001*
  - 24 Fabbicante, A., Ward, G., Fabbicante, T., „Micro-denier nonwoven materials made using modular die units“, *United States Patent US/6,114,017, 05. Sep. 2000*

- 
- 25 Podórski, A., Balazy, A., Gradoń, L., „Application of nanofibers to improve the filtration efficiency of the most penetrating aerosol particles in fibrous filters“, *Chemical Engineering Science* 61, 2006
  - 26 Wilkie, A., “Hills, Inc. Announces Nanofiber Meltblown Fabric”, *Press Release*, <http://www.hillsinc.net/nanoMeltblownfabric.shtml>, USA Feb. 2007
  - 27 Brang, J., Wilkie, A., „Method and apparatus for production of Meltblown Nanofibres“, *Int. Patent WO/2007/121458 A2*, Hills, Inc., 25. Oct. 2007
  - 28 Bondesen, B., et al., “Multi-Plate Nozzle and Method for Dispensing Random Pattern of Adhesive Filaments”, *Nordson Co., United States Patent, US/7,798,434 B2*, Sep. 2010
  - 29 Bodaghi, H., et al., “Meltblown nonwoven webs including nanofibers and apparatus and method for forming such meltblown nonwoven webs”, *LLP (Nordson), United States Patent (US/2006/0084341 A1) and Int. Patent WO/2006/044141 A1*, 2006
  - 30 Haynes, B., et al, “Die For Producing Meltblown Multicomponent Fibers And Meltblown Nonwoven Fabrics”, *Kimberly-Clark Worldwide, Inc., United States Patent US/2007/150616B2*, Dec. 2006
  - 31 Berger, R., “Method And Apparatus For Spinning A Web Of Mixed Fibers, And Products Produced Therefrom”, *Hills Inc., United States Patent US/006/833104B2*, Dec. 2004
  - 32 Herman, P., et al., “Apparatus, system, and method for maximizing ultrafine meltblown fiber attenuation”, *Cummins Filtration Inc.*,

---

*United States Patent US2008/0122143A1 and Int. Patent  
WO/2008/067364A2, Jun. 2008*

- 33 *Gröner, M., "Meltblown method for melt spinning fine non-woven fibers and device for carrying out said method", Oerlikon Neumag, Int. Patent WO/2006/037371A1, Apr. 2006*
- 34 *Gerking, L., et al., "Nanoval splitspinning - from coarse to nano", Chemical Fibers International, Vol. 57, 2007*
- 35 *Lewandowski, Z., Ziabicki, A., et al., „The nonwovens formation in the melt-blown process“, Fibres & Textiles in Eastern Europe, Vol. 15, Jan/Dec. 2007*
- 36 *Ellison, C., Phatak, A., et al., "Melt blown nanofibers: Fiber diameter distributions and onset of fiber breakup", University of Minnesota, Apr. 2007*
- 37 *Phatak, A., "Melt Processing and Mechanical Properties of Polyolefin Block Copolymers", Dissertation der University of Minnesota, Nov. 2006*
- 38 *N.N., "Arthur G. Russell And NTI Inc. Release Test Results From University of Tenn. Testing", (<http://www.arthurgrussell.com/newsevents.shtml>), Oct. 1, 2009*
- 39 *Ramkumar, S., Singh, V., „ Nanofiber New Developments", Nonwovens Industry, Vol. 04/2011*
- 40 *Ruppertseder, W., Ertl, T., Seeberger A., et al., „Generating of polymer nanofibers by a solvent free process“, 9<sup>th</sup> Symposium Textile Filters, 4.-5. Mar. 2008*

- 
- 41 Jung, A., Seeberger, A., „Pleatable Non-Woven Material And Method And Device For Production Thereof”, Irema Filter GmbH, Int. Patent (WO/2007/112877), Oct. 2007
- 42 Dauner, M., Hoss, M., Ullrich, A. „Covering Filer Media with Finest Fibers“, 9<sup>th</sup> Symposium Textile Filters Chemnitz, Mar. 2008
- 43 N.N., „Nano-Meltblown-Fasern für Filtermedien“, Handlungsfeld Nanotechnologische Werkstoffkonzepte, Bundesministerium für Bildung und Forschung, WING – das Jahrbuch 2008
- 44 Homepage Fa. Elmarco, Tschechische Republik, <http://www.elmarco.com>, 2012
- 45 Homepage Fa. Toptec, Korea, <http://www.toptec.co.kr>, 2012
- 46 Gries, T., et al., „Melt Electrospinning – Method for manufacturing layers of submicron fibers”, Institut für Textiltechnik (ITA) und DWI der RWTH Aachen University, 2009
- 47 Góra, A., et al., “Melt-Electrospun Fibers for Advances in Biomedical Engineering, Clean Energy, Filtration and Separation”, Department of Mechanical Engineering, University of Singapore, Polymer Reviews 51, 2011
- 48 Warner, S., Fowler, A., et al., “Cost Effective Nanofiber Formation: Melt Electrospinning”, National Textile Center Annual Report: [www.ntcresearch.org](http://www.ntcresearch.org), Nov. 2005
- 49 Dauner, M., Hoss, M., „Fortschritte in der ‚Nanofaser‘-erzeugung“, Hofer Vliesstofftage, Nov. 2005

- 
- 50 *Fabbricante, A., Fabbricante, J., Fabbricante T., "Fiber and nanofiber spinning apparatus", United States Patent App. Pub. (US2008/0136054A1), Jun. 2008*
- 51 *Brang, J., "World's Best In Ultra-Fine Bicomponent Microfibers", Hills Inc., Press Release: <http://www.hillsinc.net/nanofiber.shtml>*
- 52 *Dauner, M., Batt, T., Funk, A., et al., „Aktuelle Entwicklungen zu Feinstfaservliesstoffen“, 49. Chemiefasertagung, Dornbirn, Österreich, 15. Sep. 2010*
- 53 *Daunerer, M., „Handbuch der Umweltgifte Ausgabe 6/2006“, ecomed MEDIZIN, Verlagsgruppe Hüthig Jehle Rehm GmbH, 2007*
- 54 *Ulbrich, D., Vollmer, M., „Makromolekulare Chemie 2001“, Industrielle Makromolekulare Chemie. Nachr. Chem., 2002*
- 55 *N.N., Chemical Market Associates, Inc., "World Polyolefins Analysis 2005-2015", 2011*
- 56 *Stern, C., „On the Performance of Polypropylene“, Dissertation, University of Twente, 2005*
- 57 *Tieke, B., „Makromolekulare Chemie. Eine Einführung“, Wiley-VCH, Weinheim. ISBN 978-3527293643, 2000*
- 58 *Ehrenstein, G.W., „Polymer-Werkstoffe: Struktur - Eigenschaften - Anwendung“, 2. Auflage, ISBN 3-446-21161-6-0, 1999*
- 59 *Ehrenstein, G. W., „Polymer-Werkstoffe - Struktur und mechanisches Verhalten: Grundlagen für das technische Konstruieren mit*

- 
- Kunststoffen.*”, 1. Auflage, Carl Hanser Verlag München Wien, ISBN 3-446-12478-0, 1983
- 60 Duplay, C., Monasse, B., Haudin, J.-M., “*Shear induced crystallization of PP: influence of molecular weight*”, Ecole des Mines de Paris, 2000
- 61 Sunder, J., „*Rheologie - Seminar und Workshop*“, Schulungsunterlagen Kapillarrheometrie, Göttfert Werkstoffprüfmaschinen GmbH, Stand 2012
- 62 Misra, S., Lu, F.-M., Spruiell, et al., “*Influence of Molecular Weight Distribution on the Structure and Properties of Melt-Spun Polypropylene Filaments.*”; *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 56, 1995
- 63 Van Krevelen, D. W., „*Properties of Polymers*“, Amsterdam, Elsevier, 1997
- 64 Plog, J. P., “*Einführung in die Rheologie*“, Schulungsunterlagen, Thermo-Scientific, 2011
- 65 Sunder, J., „*Prüfbericht 62-11*“, Interne Information, 05.12.2011
- 66 Meissner J, Hostettler J, “*A New Elongational Rheometer for Polymer Melts and Other Highly Viscoelastic Liquids.*”, *Rheologica Acta* 33, 1994
- 67 Münstedt, H., Laun N. M., “*Elongational Properties and Molecular-Structure of Polyethylene Melts*”, *Rheologica Acta* 20, 1981

- 
- 68 Cogswell, F. N., „Converging flow of polymer melts in extrusion dies”, *Poly. Eng. Sci.* 12, 1972
- 69 Cogswell, F. N., “Measuring the Extensional Rheology of Polymer Melts”, *Trans. Soc. Rheol.* 16, 1972
- 70 Kurzbeck, S., „Dehnrheologische Eigenschaften von Polyolefinschmelzen und Korrelationen mit ihrem Verarbeitungsverhalten beim Folienblasen und Thermoformen“, *Dissertation, Institut für Werkstoffwissenschaften, Lehrstuhl für Polymerwerkstoffe, Erlangen, 1999*
- 71 Ribitsch, V., „Rheologie“, *Vorlesungsmanuskript des Instituts für Chemie der Universität Graz, 2008*
- 72 Macosko, C., „Rheology: Principles, Measurements, and Applications“, *New York: VCH Publishers, ISBN: 1-56081-579-5, 1993*
- 73 Phan-Thien, N., Tanner, R. I., “A new constitutive equation derived from network theory”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* 2, 1977
- 74 Uyttendaele, M., Shambaugh, R., „Melt blowing-general equation development and experimental-verification, *AIChE J.* 36, 1990
- 75 Shambaugh, R., „Understanding and improving the process of melt blowing“, *TK/PB/04/1191, Nov. 1991*
- 76 Khan, A., “A fundamental investigation of the effects of die geometry and process variables on fiber diameter and quality of melt blown polypropylene webs“, *University of Tennessee Knoxville (UTK), 1993*

- 
- 77 Milligan, M., Haynes, B., „Empirical Models for Melt Blowing“, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 58, 159-163, 1995
- 78 Shambaugh, R., Bansal, V., “On-line Determination of Fiber Diameter and Temperature During the Melt Blowing Process“, *Int. Nonwovens Journal*, 1999
- 79 Marla, V., Shambaugh, R., “Three-Dimensional Model of the Melt-Blowing Process“, *Ind. Eng. Chem. Res.* 42, 2003
- 80 Wang, Y., „Application of Polymer Rheology in Melt Blowing Process and Online Rheological Sensor“, *Dissertation at the UTK*, 2004
- 81 Zachara A., Lewandowski, Z., “Mathematical modelling of pneumatic melt spinning of isotactic polypropylene. Part I. Modelling of the air jet dynamics“, *Fibres Text. East. Eur.* 16 (4), 2008
- 82 Jarecki, L., Ziabicki, A., “Mathematical modelling of the pneumatic melt spinning of isotactic polypropylene. Part II. Dynamic model of melt blowing“, *Fibres Text. East. Eur.* 16 (5), 2008
- 83 Jarecki, L., Lewandowski, Z., “Mathematical modelling of pneumatic melt spinning of isotactic polypropylene. Part III. Computations of the process dynamics“, *Fibres Text. East. Eur.* 17 (1), 2009
- 84 Tan, D., Zhou, C., Ellison, C., et al., „Meltblown fibers: Influence of viscosity and elasticity on diameter distribution“, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 165, 2010
- 85 Hietel, D., Rief, S., „Teilprojekt: Modellierung, Simulation und Optimierung von Meltblowprozess und Nanofaserfiltermedien“,



---

*Abschlussbericht BMBF-Projekt NaBlo - Nano Meltblown-Fasern für Filtermedien, FKZ 13N9861, Fraunhofer ITWM, Aug. 2012*

- 86 *Bresee, R., Qureshi, U., „Influence of process conditions on melt blown web structure. Part IV – fiber diameter”, Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Volume 1, Issue 1, 2006, [www.jeffjournal.org](http://www.jeffjournal.org)*
- 87 *N.N., „Borealis Polypropylene for Nonwoven Applications“, [http://www.borealisgroup.com/pdf/literature/borealis/brochure/IN0045\\_GB\\_FF\\_2004\\_09\\_B.pdf](http://www.borealisgroup.com/pdf/literature/borealis/brochure/IN0045_GB_FF_2004_09_B.pdf), 15.09.2008*
- 88 *Kleppmann, W., „Taschenbuch Versuchsplanung“, 6. überarbeitete Auflage, ISBN 978-3-446-42033-5, Carl Hanser Verlag, 2009*
- 89 *Altendorf, H., Didas, S., Batt, T., „Automatische Bestimmung von Faserradienverteilungen“, Forum Bildverarbeitung, KIT, ISBN 978-3-86644-578-9, Regensburg, 2. Dez. 2010*
- 90 *Altendorf, H., “3D Morphological Analysis and Modeling of Random Fiber Networks”, Common Dissertation of MINES Paris Tech und Technische Universität Kaiserslautern, Nov. 2011*
- 91 *Reumann, R.-D., „Prüfverfahren in der Textil- und Bekleidungstechnik“, ISBN: 3-540-66147-6, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, 2000*
- 92 *N.N., ISO 9073-15:2007: „Textilien – Prüfverfahren für Vliesstoffe – Teil 15: Bewertung der Luftdurchlässigkeit, Deutsche Fassung DIN EN ISO 9073-15:2008“, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, Beuth Verlag GmbH, Aug. 2008*
- 93 *Dickenson, T. C., „Filters and Filtration Handbook“, Elsevier, 1997*

- 
- 94 N.N., ISO 11443:2005-03:, “Determination of the fluidity of plastics using capillary and slit-die rheometers”, ISO 11443:2005-03, Berlin, Beuth Verlag GmbH, 2005
- 95 Pfaendner, R., “Hindered amines beyond stabilization: radical generators for efficient polymer modification presentation”, Polymer Processing Society 2003, Athens, 2003
- 96 Schilde, W., Blechschmidt, „Vliesstoffe: Rohstoffe, Herstellung, Anwendung, Eigenschaften, Prüfungen“, 2. vollständig überarbeitete Auflage, Editiert durch Fuchs, H., Albrecht, W., ISBN 978-3-527-31519-2, Wiley-VCH Verlag 2012
- 97 Spindler, K., „Vorlesungsmanuskript Wärmeübertragung WS 2010/11“, Institut für Thermodynamik und Wärmetechnik (ITW) der Universität Stuttgart, 2010
- 98 Dauner, M., „Überlegungen zur Sekundärluft-Temperierung“, Interne Information, Teilvorhaben ITV, 21.01.2011
- 99 Shin, Y. M., Hohman, M. M., Brenner, M. P., et al., „Electrospinning: A whipping fluid jet generates submicron polymer fibers”, *Appl. Phys. Lett.* 78, 1149, 2001
- 100 Xie, S., Zeng, Y., “Turbulent air flow field and fiber whipping motion in the melt blowing process: Experimental study”, *Ind. Eng. Chem. Res.* 2012
- 101 Yongchun, Z., Zeguangu, P., Xinhou, W., „Numerical simulation of whipping process in Electrospinning”, 8th WSEAS International

---

*Conference on Applied Computer and Applied Computational Science,  
ISBN: 978-960-474-075-8, 2008*

*102 Mähmann, I., „NaBlo: Nano-Meltblown-Fasern für Filtermedien,  
Teilprojekt: Meltblownverfahren zum Spinnen von Nanofasern“,  
Abschlussbericht zum BMBF-Projekt Förderkennzeichen: 13N10348,  
30.09.2012*

*103 Arnold, A., „Projekt NaBlo: Rückblick und Aktuelles“, Interne  
Information, Teilvorhaben Freudenberg Filtration Technologies,  
07.08.2012*

# **Anhang**

## **Inhalt**

**A1:** Zu Kapitel 5.4.5 Einfluss der Verweilzeit auf die Faserbildung

**A2:** Zu Kapitel 5.4.12 Untersuchungen mittels statistischer Versuchsplanung

**A3:** Zu Kapitel 5.5.2 Untersuchung mittels statistischer Versuchsplanung an Mehrlochdüsen

Darstellung des gekoppelten Einflusses von Polymerdurchsatz und Düsentemperatur auf den Faserdurchmesser für das DoE mit 30 mm breiten Düsen

Darstellung des gekoppelten Einflusses von Polymer-Type und Düsentemperatur auf den Faserdurchmesser

Analysediagramm - Vorhersageanalyse der Zielgrößen

**A4:** Eingesetzte Meltblow-Düsen

**A5:** Übersicht der Einflussparameter und deren Auswirkungen auf den Faserdurchmesser und die Störgrößen sowie die jeweils untersuchten Bereiche für verschiedene Düsensysteme.

## **Lebenslauf**

**A1:** Zu Kapitel 5.4.5 Einfluss der Verweilzeit auf die Faserbildung:  
 Automatische Faserdurchmesseranalyse des feinsten Meltblow-  
 Vliesstoffes der Untersuchungsreihe. Hergestellt mit dem  
 Einkapillardüsen-System, nach langer Verweilzeit.

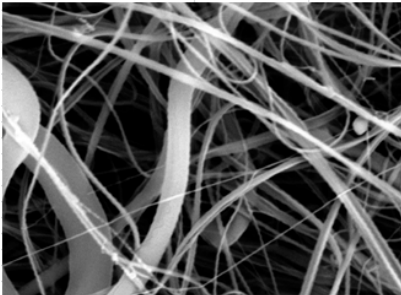
#_Directional-Diameter-Analysis				
#_File:	frh/NAB_73-02_besputtert(v10k)3			
#_Resolution:	0,01469 [um/pixel]			
#_Histogram-Width:	0,1 [um]			
#_Maximal-Probability-Range:	0,1-0,2 [um]			
#_Modal-range:	0,1-0,2 [um]			
#_Median(50%-Quantile):	0,147 [um]			
#_Mean-diameter:	0,200 [um]			

Mean	SD
<b>0,156</b>	<b>0,016</b>
<b>0,193</b>	<b>0,009</b>

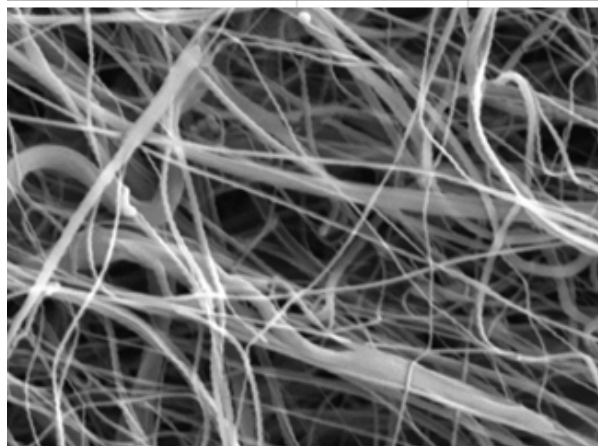
diameter-upper-limit[um]	absolute-quantity	relative-quantity[%]	cum. relative quantity [%]	Mean c. rel. q.	
0,1	14311,90	26,41	26,41	19,5	
0,2	23065,70	42,56	68,96	67,2	ca. 20 % feiner 100 nm
0,3	7696,19	14,20	83,16	85,2	ca. 70 % feiner 200 nm
0,4	4605,75	8,50	91,66	93,5	
0,5	1731,08	3,19	94,85	96,7	ca. 95 % feiner 500 nm
0,6	790,50	1,46	96,31	97,9	
0,7	233,65	0,54	96,85	98,5	
0,8	224,75	0,41	97,27	98,9	
0,9	196,78	0,36	97,63	99,1	
1	358,35	0,66	98,29	99,4	ca. 99 % feiner 1 µm
1,1	599,62	1,11	99,40	99,8	
1,2	96,99	0,18	99,58	99,9	
1,3	106,06	0,20	99,78	99,9	
1,4	65,35	0,12	99,90	100,0	
1,5	51,31	0,09	99,99	100,0	
1,6	5,12	0,01	100,00	100,0	
1,7	0,13	0,00	100,00	100,0	
1,8	0,00	0,00	100,00	100,0	
1,9	0,00	0,00	100,00	100,0	
2	0,00	0,00	100,00	100,0	

ITV-09-6722      2009.09.17 11:25 L      x10k 10 um  
 Nab 73-02 besputtert

## #\_Directional-Diameter-Analysis

#_File:	frh/NAB_73-02_besputtert(x10k)		
#_Resolution:	0,01469 [um/pixel]		
#_Histogram-Width:	0,1 [um]		
#_Maximal-Probability-Range:	0.1-0.2 [um]		
#_Modal-range:	0.1-0.2 [um]		
#_Median(50%-Quantile):	0,146 [um]		
#_Mean-diameter:	0,183 [um]		
diameter-upper-limit[um]	absolute-quantity	relative-quantit [%]	cum. relative
0,1	11466,30	17,99	17,99
0,2	33947,00	53,27	71,26
0,3	10352,60	16,24	87,50
0,4	4073,77	6,39	93,90
0,5	1718,88	2,70	96,59
0,6	863,76	1,36	97,95
0,7	622,80	0,98	98,93
0,8	376,54	0,59	99,52
0,9	148,04	0,23	99,75
1	91,30	0,14	99,89
1,1	51,56	0,08	99,97
1,2	14,55	0,02	100,00
1,3	1,82	0,00	100,00
1,4	0,51	0,00	100,00
1,5	0,08	0,00	100,00
1,6	0,34	0,00	100,00
1,7	0,04	0,00	100,00
1,8	0,00	0,00	100,00
1,9	0,00	0,00	100,00
2	0,00	0,00	100,00



ITV-09-6717

2009.09.17 11:12 L

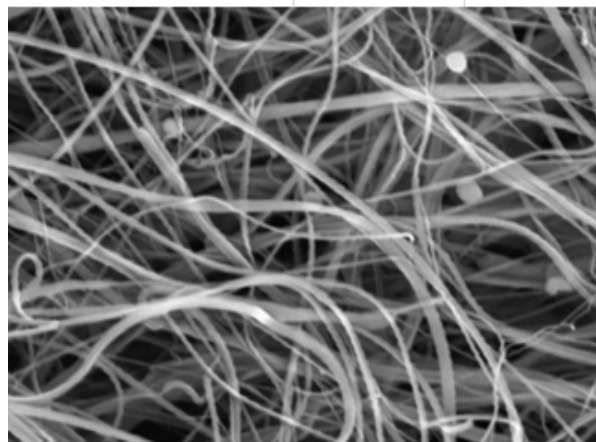
x10k 10 um

Nab 73-02 besputtert

## #\_Directional-Diameter-Analysis

#_File:	frh/NAB_73-02_besputtert(x10k)2
#_Resolution:	0,01469 [um/pixel]
#_Histogram-width:	0,1 [um]
#_Maximal-Probability-Range:	0.1-0.2 [um]
#_Modal-range:	0.1-0.2 [um]
#_Median(50%-Quantile):	0,174 [um]
#_Mean-diameter:	0,196 [um]

diameter-upper-limit[um]	absolute-quantity	relative-quantity[%]	cum. relative
0,1	8814,00	14,24	14,24
0,2	29248,10	47,26	61,50
0,3	14511,70	23,45	84,94
0,4	6235,05	10,07	95,02
0,5	2190,65	3,54	98,56
0,6	593,90	0,96	99,52
0,7	201,59	0,33	99,84
0,8	62,61	0,10	99,94
0,9	22,11	0,04	99,98
1	5,18	0,01	99,99
1,1	3,47	0,01	99,99
1,2	1,41	0,00	100,00
1,3	0,59	0,00	100,00
1,4	0,57	0,00	100,00
1,5	0,36	0,00	100,00
1,6	0,30	0,00	100,00
1,7	0,02	0,00	100,00
1,8	0,07	0,00	100,00
1,9	0,08	0,00	100,00
2	0,00	0,00	100,00



ITV-09-6718

2009.09.17 11:14 L

x10k

10 um

Nab 73-02 besputtert

**A2: Zu Kapitel 5.4.12 Untersuchungen mittels statistischer Versuchsplanung: Der detaillierte Versuchsplan für das Einkapillardüsen-System mit Einfluss- und Zielgrößen.**

	X1_Düsengeometrie_d(L)	X2_Polymer-Type	X3_Polymerdurchsatz_g(hö/min)	X4_Düsentemperatur_°C	X5_Luftdurchsatz_Nm³/h	Y1_Median Faserdurchmesser_µm	Y2_Faserdurchmesserstreuung_µm	Y3_Fj/level_2
1	0.2/10d	HL508FB	0.01	200	3,9	0,4	0,7	0,1
2	0.2/10d	HL508FB	0.01	260	2	0,3	0,3	5
3	0.2/10d	HL508FB	0.05	200	2	0,5	1,1	2
4	0.2/10d	HL508FB	0.05	260	3,9	0,4	0,2	3
5	0.2/10d	HL512FB	0.01	200	2	0,3	0,8	5
6	0.2/10d	HL512FB	0.01	260	3,9	0,4	0,3	5
7	0.2/10d	HL512FB	0.05	200	3,9	0,5	0,2	1
8	0.2/10d	HL512FB	0.05	260	2	0,37	0,4	3
9	0.2/10d	MF650X	0.01	200	3,9	0,5	0,4	3
10	0.2/10d	MF650X	0.01	260	2	0,4	0,2	5
11	0.2/10d	MF650X	0.05	200	2	0,6	0,3	2
12	0.2/10d	MF650X	0.05	260	3,9	0,5	0,2	2
13	0.2/10d	MF650Y	0.01	200	2	0,4	0,5	2
14	0.2/10d	MF650Y	0.01	260	3,9	0,4	0,2	4
15	0.2/10d	MF650Y	0.05	200	3,9	0,9	1,4	0
16	0.2/10d	MF650Y	0.05	260	2	0,5	0,7	3
17	0.2/5d	HL508FB	0.01	200	3,9	0,5	0,2	3
18	0.2/5d	HL508FB	0.01	260	2	0,3	0,3	4
19	0.2/5d	HL508FB	0.03	230	2,95	0,6	0,7	3
20	0.2/5d	HL508FB	0.05	200	2	0,9	0,6	2
21	0.2/5d	HL508FB	0.05	260	3,9	0,6	0,1	4
22	0.2/5d	HL512FB	0.01	200	2	0,4	0,7	3
23	0.2/5d	HL512FB	0.01	260	3,9	0,5	0,3	5
24	0.2/5d	HL512FB	0.05	200	3,9	0,6	0,3	1
25	0.2/5d	HL512FB	0.05	260	2	0,7	0,3	4
26	0.2/5d	MF650X	0.01	200	2	0,6	0,6	3
27	0.2/5d	MF650X	0.01	260	3,9	0,3	0,2	3
28	0.2/5d	MF650X	0.05	200	3,9	0,9	1,2	0
29	0.2/5d	MF650X	0.05	260	2	0,6	0,2	3
30	0.2/5d	MF650Y	0.01	200	3,9	0,5	0,2	4
31	0.2/5d	MF650Y	0.01	260	2	0,4	0,9	5
32	0.2/5d	MF650Y	0.05	200	2	0,8	0,7	0
33	0.2/5d	MF650Y	0.05	260	3,9	0,6	0,2	5
34	0.4/10d	HL508FB	0.01	200	3,9	0,5	0,2	5
35	0.4/10d	HL508FB	0.01	260	2	0,21	0,4	5
36	0.4/10d	HL508FB	0.05	200	2	0,6	0,9	3
37	0.4/10d	HL508FB	0.05	260	3,9	0,4	0,3	5
38	0.4/10d	HL512FB	0.01	200	2	1	1,6	3
39	0.4/10d	HL512FB	0.01	260	3,9	0,3	0,2	5
40	0.4/10d	HL512FB	0.05	200	3,9	0,9	0,7	1
41	0.4/10d	HL512FB	0.05	260	2	0,5	0,7	3
42	0.4/10d	MF650X	0.01	200	2	0,6	0,7	0
43	0.4/10d	MF650X	0.01	260	3,9	0,4	0,3	5
44	0.4/10d	MF650X	0.05	200	3,9	1,1	1,3	2
45	0.4/10d	MF650X	0.05	260	2	0,7	0,7	4
46	0.4/10d	MF650Y	0.01	200	3,9	0,7	0,4	1
47	0.4/10d	MF650Y	0.01	260	2	0,3	0,4	4
48	0.4/10d	MF650Y	0.05	200	2	1	1,7	3
49	0.4/10d	MF650Y	0.05	260	3,9	0,6	0,4	5
50	0.4/5d	HL508FB	0.01	200	2	0,5	0,4	3
51	0.4/5d	HL508FB	0.01	260	3,9	0,4	0,3	5
52	0.4/5d	HL508FB	0.05	200	3,9	1	0,3	0
53	0.4/5d	HL508FB	0.05	260	2	0,8	1,4	5
54	0.4/5d	HL512FB	0.01	200	3,9	0,6	0,7	2
55	0.4/5d	HL512FB	0.01	260	2	0,6	0,8	5
56	0.4/5d	HL512FB	0.05	200	2	1,5	2,1	1
57	0.4/5d	HL512FB	0.05	260	3,9	0,6	0,4	5
58	0.4/5d	MF650X	0.01	200	3,9	0,4	0,3	3
59	0.4/5d	MF650X	0.01	260	2	0,3	0,5	5
60	0.4/5d	MF650X	0.05	200	2	0,5	0,9	3
61	0.4/5d	MF650X	0.05	260	3,9	0,4	0,2	5
62	0.4/5d	MF650Y	0.01	200	2	0,3	0,5	3
63	0.4/5d	MF650Y	0.01	260	3,9	0,2	0,2	5
64	0.4/5d	MF650Y	0.05	200	3,9	0,9	1,2	2
65	0.4/5d	MF650Y	0.05	260	2	0,5	0,6	4



**A3:** Zu Kapitel 5.5.2 Untersuchung mittels statistischer Versuchsplanung: Der detaillierte Versuchsplan mit weiteren Ergebnisdiagrammen für ein DoE mit 30 mm breiten Düsen.

Std	Run	Factor 1 A: Polymerdurchsatz g/ho/min	Factor 2 B: Düsentemperatur °C	Factor 3 C: Luftdruck bar	Factor 4 D: Polymergrad	Factor 5 E: Nozzle	Response 1 AA-Median [nm]	Response 2 Shot Note
22	1	0.05	260.00	0.52	MF650X	0,35mm/34d	541.53	3
21	2	0.02	260.00	0.52	MF650X	0,35mm/34d	464.08	3
1	3	0.02	260.00	0.70	HL512FB	0,3mm/10d	515.15	3
4	4	0.05	260.00	0.35	HL512FB	0,3mm/10d	458.26	3
5	5	0.02	230.00	0.70	MF650X	0,3mm/10d	553.6	0
3	6	0.05	230.00	0.70	HL512FB	0,3mm/10d	833.14	1
2	7	0.03	230.00	0.35	HL512FB	0,3mm/10d	676.72	1
11	8	0.05	230.00	0.35	HL512FB	0,3mm/20d	843.58	0
8	9	0.01	231.00	0.35	MF650X	0,3mm/20d	478.39	0
12	10	0.05	230.00	0.70	HL512FB	0,3mm/20d	715.99	0
18	11	0.05	230.00	0.52	MF650X	0,35mm/34d	713.48	3
15	12	0.02	260.00	0.52	HL512FB	0,35mm/34d	416.32	4
13	13	0.05	260.00	0.70	HL512FB	0,3mm/20d	537.91	2
9	14	0.01	260.00	0.70	MF650X	0,3mm/20d	453.18	1
20	15	0.02	230.00	0.52	MF650X	0,35mm/34d	426.69	1
6	16	0.02	260.00	0.35	MF650X	0,3mm/10d	485.66	3
14	17	0.02	230.00	0.52	HL512FB	0,35mm/34d	535.15	1
19	18	0.05	260.00	0.52	MF650X	0,35mm/34d	580.5	2
16	19	0.05	230.00	0.70	HL512FB	0,35mm/34d	531.64	0
10	20	0.03	232.00	0.35	MF650X	0,3mm/20d	524.96	0
7	21	0.03	230.00	0.35	MF650X	0,3mm/10d	490.62	1
17	22	0.01	260.00	0.70	MF650X	0,35mm/34d	374.37	4

Factor Coding: Actual

AA-Median

843.581

374.366

X1 = A: Polymerdurchsatz

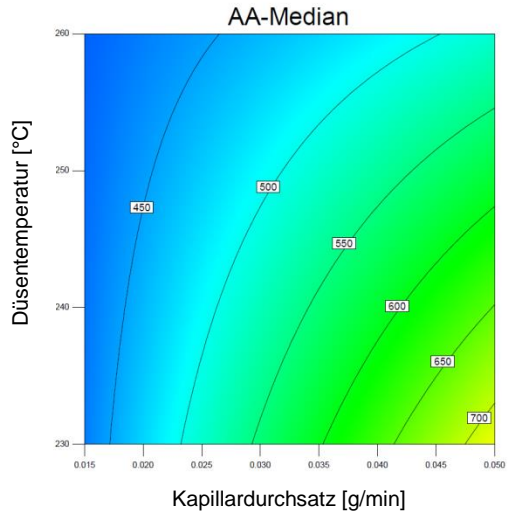
X2 = B: Düsentemperatur

Actual Factors

C: Luftdruck = 0,52

D: Polymergrad = MF650X

E: Nozzle = 0,35mm/34d



Darstellung des gekoppelten Einflusses von Polymerdurchsatz und Düsentemperatur auf den Faserdurchmesser (Median) für das DoE mit 30 mm breiten Düsen.

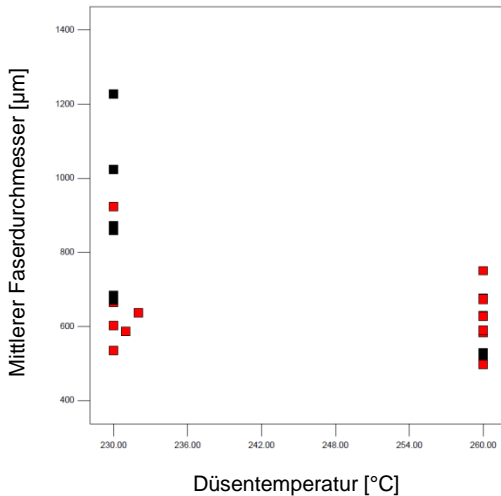
Correlation: -0.478

Color points by level of

D: Polymergrad

■ HL512FB

■ MF650X



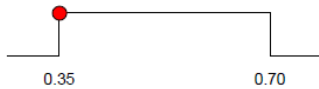
Darstellung des gekoppelten Einflusses von Polymer-Type und Düsentemperatur auf den Faserdurchmesser (Median) für das DoE mit 30 mm breiten Düsen.



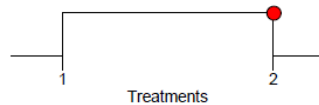
A: Polymerdurchsatz = 0.02



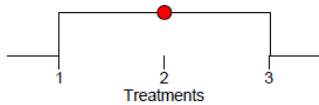
B: Düsentemperatur = 230.00



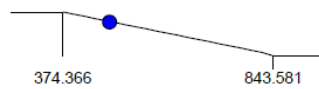
C: Luftdruck = 0.35



D: Polymergrad = MF650X



E: Nozzle = 0,3mm/20d



AA-Median = 479.796



Shot = 0.00335852



Fly = 0.0652529

Desirability = 0.887

Analysediagramm - Vorhersageanalyse der Zielgrößen: Median, Shot- und Flylevel in Abhängigkeit der Einflussgrößen: X1-X5 und der Wünschbarkeitsfunktion (desirability) für das DoE mit 30 mm breiten Düsen.

#### A4: Eingesetzte Meltblow-Düsen

Kapillanzahl	Arbeitsbreite [mm]	Kapillardurchmesser [mm]	L/d	Kapillanzahl /mm	Hpi	Bemerkung
1	-	0,1	5	-	-	-
1	-	0,2	5	-	-	-
1	-	0,2	10	-	-	-
1	-	0,2	20	-	-	-
1	-	0,3	10	-	-	Flache Spitze
1	-	0,3	10	-	-	-
1	-	0,3	20	-	-	-
1	-	0,35	34	-	-	-
1	-	0,3	70	-	-	-
1	-	0,4	5	-	-	-
1	-	0,4	10	-	-	-
15	30	0,4	8	1,0	26,5	Flache Spitze
27	30	0,2	9	1,1	28,6	-
27	30	0,2	20	1,4	35,0	Flache Spitze
27	30	0,3	20	1,4	35,0	Flache Spitze
27	30	0,3	50	1,4	35,0	Flache Spitze
141	500	0,2	10	0,3	7,1	Flache Spitze
141	500	0,3	20	0,3	7,1	Flache Spitze
561	500	0,3	8	1,1	28,3	Flache Spitze

**A5:** Übersicht der Einflussparameter und deren Auswirkungen auf den Faserdurchmesser und die Störgrößen sowie die jeweils untersuchten Bereiche für verschiedene Düsensysteme.

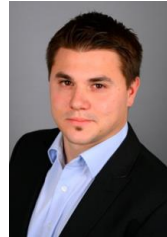
Meltblow Parameter	Bereich	Einheit	Einfluss auf Faserdurchmesser	Einfluss auf Störgrößen	Untersucht an		
					Monodüse	27-Loch-Düsen	500 mm Anlage
Polymertyp (Katalysatortyp)	ZN / MC		+	+	x	x	x
Polymertyp MFR	(35) 400 - 1800	g/10min	+++	++	x	x	x
Additiv (Irgatec CR76)	0,1 - 1,0	%	+	++	-	x	x
Polymerdurchsatz	0,01 - 0,10	g/h°/min	+++	+++	x	x	x
Polymer-Verweilzeit	5 - 100	min	+	++	x	x	-
Polymertemperatur	200 - 280	°C	+++	++	x	x	x
Luftdurchsatz	1,5 - 500	m³/h	++	+++	1,5 - 4,0	25 - 40 (90)	150 - 500
Luftgeschwindigkeit	100 - 750	m/s	++	+++	100 - 300 (600)	100 - 300 (750)	70 - 200
Lufttemperatur	200 - 300	°C	++	++	x	x	x
Kapillardurchmesser d	0,1 - 0,4	mm	+	+++	x	0,2 & 0,3	0,2 & 0,3
Kapillarlänge L/d	5 - 50	-	+	+++	5 - 40	10 - 50	8 - 20
Kapillaranzahl	7 - 35	hpi	+	++	-	-	x
End-gap	0,5 - 2	mm	+	++	x	x	-
Set-back	0 - 5	mm	+	+++	x	x	-
Die-Collector Distance DCD	100 - 400	mm	+	+	x	x	x
Absaugungs-Intensität	0,1 - 50	mbar	-	+	-	-	x
Ablagebandgeschwindigkeit	1 - 10	m/min	-	+	-	-	x
Sekundärlufterhitzung (aktiv)	-	-	+	+	x	x	x
Sekundärlufterhitzung (passiv)	70 - 140	°C	+++	++	-	-	x

# Lebenslauf

## Persönliche Angaben

---

Name Till Batt  
Anschrift Richard-Wagner-Str. 13  
D-71638 Ludwigsburg  
E-Mail tillbatt@gmail.com  
Geburtsdatum 26. Mai 1983 in Riedlingen  
Familienstand ledig



## Berufliche Tätigkeiten

---

Seit 08/2013 Entwicklungsingenieur bei der MANN+HUMMEL GMBH Ludwigsburg, Entwicklung Luftfilterelemente  
08/2008 - 08/2013 Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Textil- und Verfahrenstechnik (ITV) Denkendorf, Abteilung Vliesstoff- und Filamentgarntechnologien  
09/2007 - 03/2008 Praxissemester bei der Rökona Textilwerke GmbH, Tübingen im Bereich Automotive Textiles  
09/2005 - 03/2006 Praxissemester am ITV Denkendorf in der Abteilung Vliesstoff- und Filamentgarntechnologien

## Akademische Ausbildung

---

01/2010 - 04/2015 Promotion an der Universität Stuttgart  
10/2008 - 09/2010 Eignungsfeststellungsverfahren an der Universität Stuttgart  
10/2006 - 07/2008 Master of Science, Hochschule Reutlingen im Studiengang Textiltechnologie; Master Thesis bei der BMW Group München, Thema: „Objektivierung des Prüfverfahrens der Haptik an Textilien im Fahrzeuginnenraum“  
10/2003 - 07/2006 Bachelor of Engineering, Hochschule Reutlingen im Studiengang Textiltechnologie/-management; Bachelor Thesis am ITV Denkendorf, Abteilung Vliesstofftechnologien, Thema: „Untersuchung des Einflusses der Faserfeinheit auf die Eigenschaften von Wavemaker-Vliesstoffen“

## Schulbildung

---

06/2002 Abitur, Wirtschaftsgymnasium Hechingen