

Teil II – ausführliche Beschreibung

MemTecPlus – Stoffgewinnung durch Flachmembranfiltration

Teilprojekt 5 – Vowalon: „Entwicklung und Erprobung der Membranherstellung in der großtechnischen Fertigung“

Durchgeführte Arbeiten

AP VOWALON 1.5 Konzept zur Übertragung der Laborverfahren in den Technikums- und Produktionsmaßstab

Im Rahmen des Arbeitspaketes 1.5 wurde ein Konzept zur Übertragung der Laborverfahren in den Produktionsmaßstab erarbeitet. Dabei wurden die vielfältigen Einflussgrößen und Zielparameter für eine erfolgreiche Hochskalierung in Betracht gezogen. Dies sind unter anderem die folgenden Größen:

- Pastenviskosität
- Entlüftbarkeit / Blasenfreiheit
- Papierbenetzung / Verlauf
- Gelierverhalten
- mechanische Eigenschaften der Membran
- Mischparameter

Bezüglich der Pastenviskosität wurde im Rahmen der Konzeptionierung ein Zielkorridor von 3 – 6 Pa·s als anstrebenswert definiert. Dieser Viskositätswert wird mit einem Brookfield-Viskosimeter mit einer Umdrehungszahl von 62,5 min⁻¹ ermittelt. Diese Viskosität liegt einerseits niedrig genug, um eine gute Entlüftung der Paste zu gewährleisten, andererseits ist sie wiederum hoch genug, um ein Absetzen der dispergierten Partikel möglichst gering zu halten. Die Entlüftung der Paste ist entscheidend, um eine dichte Folie im Streichverfahren herstellen zu können. Andernfalls würden makroskopische Löcher in der Membran entstehen, die einer Filterwirkung entgegenstünden.

Absetzerscheinungen sind möglichst zu vermeiden, um eine hohe Topfzeit der Paste zu gewährleisten, was für die Praktikabilität der Umsetzung im Produktionsmaßstab von hoher Bedeutung ist. Damit verbunden ist auch die Erhaltung einer homogenen Verteilung der dispergierten Partikel, welche die Voraussetzung für eine regelmäßige Porenstruktur nach dem Verstrecken darstellt. Auch ist ein Nachdicken der Pasten zu vermeiden, um eine Lagerstabilität zu erzielen und gute Streichergebnisse auch nach einer Standzeit von mehreren Tagen zu erzielen, was für reibungslose Produktionsabläufe erforderlich ist.

Beim Viskositätsverhalten unter Scherratenhöhung wird ein möglichst newtonsches oder leicht pseudoplastisches Fließverhalten angestrebt. Dies ist bei den angestrebten Schichtdicken von 50 – 70 µm pro Strich erforderlich, um einen gleichmäßigen Pastenauftrag gewährleisten zu können.

Im Laufe des Projektes erfolgte eine Korrektur an der angegebenen Zielvorgabe. Die Paste wies im niedrigen Scherratenbereich eine deutlich höhere Viskosität auf, so dass diese mit den oben angegebenen Bedingungen nicht mehr messbar war. Vom FILK Freiberg wurden im niedrigen Scherratenbereich bis ca. 100 s⁻¹ Viskositäten zwischen 60 und 185 Pa·s ermittelt. Es zeigte sich, dass sich mit geeignet gewählten Parametern dennoch die Entlüftung bewerkstelligen ließ. Auch das Aufstreichen der Paste funktionierte ohne Schwierigkeiten, da die Paste im für das Streichen relevanten Scherratenbereich über 100 s⁻¹ ein deutlich scherverdünnendes Verhalten zeigt. Damit ist bezüglich des rheologischen Anforderungsprofils ein deutlicher Erkenntnisgewinn zu verzeichnen: Der angestrebte Zielkorridor für die Viskositätswerte konnte, in Abhängigkeit des Fließverhaltens der Paste bei Scherraten über 100 s⁻¹, zahlenmäßig deutlich aufgeweitet werden. Maßgeblich ist die genaue

Beurteilung der Verarbeitungsfähigkeit in jedem einzelnen Produktionsschritt.

Die Papierbenetzung und der Verlauf der Pasten sind Parameter, welche durch die Rezeptur maßgeblich beeinflusst werden. Hierbei ist darauf zu achten, ob die Papieroberfläche durch die gefüllte PVC-Paste gleichmäßig benetzt wird, oder ob Oberflächenfehler entstehen. Sollte dies der Fall sein, müsste die Pastenzusammensetzung geprüft werden und gegebenenfalls mit geeigneten Oberflächenadditiven gegengesteuert werden. Dabei ist jedoch sehr vorsichtig vorzugehen, um die weiteren Eigenschaften der Membran nicht zu gefährden.

Das Gelierverhalten der Paste ist das maßgebliche Kriterium für die Temperaturführung in den Heißluftkanälen der Beschichtungsanlage. Die im Labor gefundenen Geliertemperaturen dienen dabei als erster Anhaltspunkt. Angepasst an die deutlich variierenden Strömungsverhältnisse im Heißluftkanal werden daraus die erforderlichen Temperaturverläufe abgeleitet, um eine homogene Filmbildung zu gewährleisten.

Bezüglich der mechanischen Eigenschaften der Membran wurden Kenngrößen definiert (Zugfestigkeit, Bruchdehnung, statische Dehnung unter Last, bleibende Dehnung), welche beim Übergang von der Beschichtung im Labor zur großtechnischen Fertigung nicht signifikant differieren dürfen, um ein gleichbleibendes Eigenschaftsprofil der Filtermembran gewährleisten zu können.

Voraussetzung für die vorgenannten Schritte ist eine optimale Dispergierung aller Rezepturbestandteile. Dafür sind die exakt abgestimmten Mischparameter zu finden. Wiederum dient das im Labor ermittelte Mischregime als Grundlage. In Hochskalierungsschritten müssen die Laborparameter evaluiert und gegebenenfalls modifiziert werden. Es können auch an dieser Stelle geringfügige Rezepturanpassungen erforderlich werden. Oft genügt auch eine Umstellung der Zugabeschritte oder eine Anpassung der Rührgeschwindigkeiten, um den Mischprozess an das spezielle Pastensystem anzupassen. Diese Modifikationen wurden konzeptionell erarbeitet und müssen jeweils auf die konkrete Rezeptur abgestimmt werden.

Damit konnte die Konzeptionierung der Übertragung der Versuche vom Labormaßstab in den Produktionsmaßstab wie geplant abgeschlossen werden.

AP VOWALON 2.5, 3.5 und 4.5

- AP VOWALON 2.5: Entwicklung geeigneter Produktionsrezepturen für die Membranen**
- AP VOWALON 3.5: Versuchsdurchführung zur Membranerzeugung auf einer Produktionsanlage**
- AP VOWALON 4.5: Optimierung des Membranfertigungsprozesses in der Produktion**

Im Rahmen des Arbeitspaketes 2.5 wurden die Membran-Rezepturen gemeinsam mit dem FILK weiter optimiert, um bestmöglich verarbeitbare Pasten zu erzielen. Vorausgegangen war beim FILK die grundlegende Rezepturentwicklung im Labormaßstab. Diese stand vor zahlreichen Herausforderungen, da die vorhandene Wissensgrundlage, aufgrund zahlreicher notwendig gewordener Materialaustausche, keine tragfähige Basis bildete, auf die hätte aufgebaut werden können. Gründe für die auszutauschenden Materialien waren teilweise regulatorische Bestimmungen sowie bei einigen Materialien die Einstellung der Produktion seitens der Lieferanten.

Für die Überführung der Laborrezepturen in einen größeren Maßstab musste besonderes Augenmerk auf die genaue Einhaltung der Rezeptur gelegt werden. Jeder kleine Parameter hat großen Einfluss auf die nach dem Verstrecken erzielbaren Durchflussraten der Membran. Hierbei wurden seitens des FILK zahlreiche Rezepturmodifikationen vorgenommen, um Prozessstabilität in der Folienherstellung mit bestmöglichen Durchflusseigenschaften während der Anwendung des Materials als Filtermembrane im verstreckten Zustand zu

vereinen. Letztendlich konnte eine modifizierte Rezeptur unter Einsatz von PVC-Copolymeren gefunden werden, welche eine hervorragende Verarbeitbarkeit und gute Durchflussraten im verstreckten Zustand aufweist.

Für das Arbeitspaket 3.5 wurden Versuche durchgeführt, die innerhalb des Arbeitspaketes 2.5 optimierten Pasten an einer kontinuierlich arbeitenden produktionsnahen Technikums-Beschichtungsanlage zu einer Folie zu verarbeiten. Dazu erfolgten mehrere Versuche mit unterschiedlichen Rezepturen, um bestmögliche Membranen zu erzielen. Innerhalb des Arbeitspaketes 4.5 wurde der Membranfertigungsprozess an der kontinuierlich arbeitenden Technikums-Beschichtungsanlage weiter optimiert und ausgebaut.

Im Rahmen der Beschichtungsversuche der Arbeitspakete 3.5. und 4.5 wurde noch einmal die Beschichtungskonzeption grundlegend überprüft: Neben dem vom FILK vorgeschlagenen Auftrag der Paste in 2 Schichten, der bei den geringen Auflagen technisch äußerst anspruchsvoll ist, wurde auch ein Versuchskonzept mit dem Auftrag der Paste in einem Strich durchgeführt. Es zeigte sich jedoch, dass diese Verfahrensweise nicht zielführend ist, da sie stellenweise zu relativ großen Poren in der Membran führt, die das Retentat nicht ausreichend zurückhalten und die final erzeugte verstreckte Membran daher für den Filtrationsprozess nicht geeignet ist. Somit konnte der ursprünglich konzipierte 2-Strich-Aufbau bestätigt werden. Daraufhin wurden von der finalen Rezeptur mPVC-55 ca. 100 laufende Meter an der produktionsnahen Technikumsanlage in 40 cm Breite gefertigt, die als Ausgangsware für die anschließende Verstreckung dienen konnten. Dabei konnte eine Dicke der Membran vor Verstreckung von 95 µm erzielt werden. Diese geringe Dicke erwies sich als günstig, um die Durchflussrate des zu filtrierenden Mediums zu erhöhen.

AP VOWALON 5.5: Verstreckung von Prototypenmembranen zur Erzeugung unterschiedlicher Porengrößen

Für das Arbeitspaket 5.5 wurde die Verstreckung der Prototypenmembranen als Dienstleistung von der Firma Hosokawa Alpine durchgeführt. Da die Kräfte der großtechnischen Anlage eine höhere Gefahr für Materialrisse darstellen, wurden technische Änderungen im Rahmen der konkreten Versuche erforderlich: Das Verstrecken im Labormaßstab am FILK konnte mit einem Reckverhältnis von 1:4 durchgeführt werden. Großtechnisch war hier eine Anpassung des Reckverhältnisses auf 1:2,4 bis 1:2,5 erforderlich.

Nach dem Verstrecken ist das Material zunächst noch instabil, seine Form betreffend. Daher wurde es nach dem Verstreckschritt noch einmal einer Wärmebehandlung unterzogen. Dieser Arbeitsgang wird als „Konditionieren“ bezeichnet und ist für die Konsolidierung der Materialform und die weitere Verarbeitung des Materials zu Filtertaschen unerlässlich. Dieses Konditionieren erfolgte an zwei Kalandern am FILK Freiberg (Tabelle 1).

Tabelle 1: Großtechnisches Verstrecken der mPVC-55 Membranen bei Hosokawa Alpine

	mPVC-55 Vowalon	mPVC-55 FILK
Schichtdicke Kompaktfolie	Ø 95 µm	Ø 135 µm
Breite Kompaktfolie	40 cm	60 cm
Bedingungen beim Verstrecken	80/50/45°C Einlauf: 3 m/min Auslauf: 7,6 m/min	80/50/45°C Einlauf: 3 m/min Auslauf: 7,9 m/min
Eingestelltes Verstreckverhältnis	1 : 2,4	1 : 2,5
Bedingungen bei Konditionierung	Collin-Dreiwalzen-Kalander 90/60/30°C Einlauf/Auslauf: 1 m/min	Schmelzwalzenkalander 90/60°C Einlauf/Auslauf: 1 m/min
Schichtdicke nach Verstrecken	Ø 47 µm	Ø 63 µm
Breite verstreckte Folie	≈ 30 cm	≈ 45 cm

Im Rahmen des Projektes konnten die vorgesehenen Arbeitspakete bearbeitet werden. Die Herstellung einer entsprechenden Folie ist somit möglich. Im Rahmen des Projektes gab es unerwartete Rückschläge, da die Ausgangsrezeptur aufgrund von Regulierungen seitens des Gesetzgebers und der Einstellung der Lieferung von Produkten seitens einiger Lieferanten nicht einsetzbar war. In der Folge musste am FILK in Freiberg eine fast vollständig veränderte Rezeptur entwickelt werden. Beim Einsatz von Klarwasser konnte mit diesen modifizierten Membranen die angestrebte Durchflussrate nicht vollumfänglich erreicht werden. Daraufhin wurden in Erweiterung des ursprünglichen Projektziels im Projektverbund auch Filtermembranen aus Polyethersulfon vergleichend zur PVC-Membran untersucht. Im weiteren Projektverlauf konnte die Leistungsfähigkeit der PVC-Membrane bei der Filtration von Bergbau-Abwässer unter Beweis gestellt werden.

Um den Projektpartnern Material für Kaschierversuche mit dem Drainagevlies zur Verfügung stellen zu können, sowie für die Fertigung der Membranmodule für die Pilotanlage erwies es sich als sinnvoll, die Produktion der PVC-Membran in großer Laufmeterzahl auf der produktionsnahen Technikumsanlage durchzuführen und zu optimieren. Im Rahmen der Projektlaufzeit konnten keine geeigneten Kaschiermöglichkeiten zur punktuellen Fixierung der Membran auf Drainagevlies gefunden werden, mit welchen die Fertigung großflächiger Module ermöglicht und trotzdem ein akzeptabler Wasserdurchfluss erzielt werden kann. Aus diesem Grund konnten nur kleine (nicht rückspülbare) Module gefertigt werden. Eine Membranproduktion an einer breiteren Produktionsanlage war dafür nicht erforderlich. Nichtsdestotrotz konnte gezeigt werden, dass eine Fertigung einer Membrane mithilfe der vorhandenen Produktionsanlagen möglich und erreichbar ist und es konnten wertvolle Erkenntnisse zum Verstrecken von PVC-Folien auf einer Reck-Anlage gewonnen werden.

Zahlenmäßiger Nachweis

Die durch das Projekt entstandenen Personal- und Materialkosten bewegten sich zunächst im Rahmen der beantragten Kosten. Aufgrund dessen, dass, wie oben geschildert, die Kaschierung der PVC-Membran auf Drainagevlies im Rahmen der Projektlaufzeit noch nicht zum gewünschten Erfolg geführt werden konnte, wurden die Hochskalierungsversuche bis in den produktionsnahen Technikumsmaßstab durchgeführt um die prinzipielle Machbarkeit zu verifizieren. Diese Untersuchungen dauerten bis März 2025 an. Als dies abgeschlossen war,

entstanden ab April 2025 keine weiteren Kosten und daher wurden ab diesem Zeitpunkt keine weiteren Mittel mehr abgerufen.

Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeiten

Aufgabe der Vowalon Beschichtung GmbH im Projektverbund war die Hochskalierung der verstreckbaren PVC-Membranen in den technischen Maßstab. Dazu erfolgte zunächst die prinzipielle Konzeptionierung dieser Hochskalierung. Anschließend erfolgte die Entwicklung der Versuchsrezepturen, ihre Erprobung und Optimierung in mehreren Schritten. Diese wurden in Übereinstimmung mit dem Projektantrag sowie in Abstimmung mit den Projektpartnern und dem Projektträger plangemäß durchgeführt.

Die Hochskalierung wurde in den produktionsnahen Technikumsmaßstab verfolgt, um:

- Den Nachweis zu erbringen, dass eine industrielle Fertigung prinzipiell möglich ist.
- Den Projektpartnern Rollenmaterial für Kaschierversuche und die Fertigung von Filtermodulen zur Verfügung stellen zu können.

Die weitere Hochskalierung im Hinblick auf Beschichtungsanlagen mit größerer Beschichtungsbreite erfolgte im Rahmen des Projektes nicht, da die Bereitstellung breiterer Rollenware nicht notwendig war. Weil keine geeignete Kaschiermöglichkeit der Membran mit dem Drainagevlies gefunden wurde, bei der es nicht zur einer Durchflussminderung des Verbundmaterials kommt, konnten nur kantenverschweißte PVC-Membranmodule hergestellt werden, welche keine Fixierung in der Fläche aufwiesen. Aus diesem Grund konnten nur kleine Module gefertigt werden, wofür die im produktionsnahen Technikumsmaßstab hergestellte Membran ausreichte.

Um den kompletten Herstellungsprozess einmal komplett durchzuführen, wurden im Unterauftrag bei Hosokawa Alpine die durch Vowalon und das FILK erzeugten Membranen verstreckt. Dabei konnten wichtige Erkenntnisse für den Verstreckprozess an einer großtechnischen Reckanlage gewonnen werden.

Die durchgeführten Arbeiten waren notwendig, um die zu erzielenden Erkenntnisse zu erreichen und wurden mit dem dafür angemessenen Aufwand erfolgreich durchgeführt. Fortschreibung des Verwertungsplanes

Durch das Projekt wurden Erkenntnisse für die Verarbeitung von Spezialpasten gewonnen. Die entwickelte Rezeptur enthält ungewöhnliche Komponenten, wie Mikrocellulose, PVC-Copolymere sowie Polymethylsilsesquioxan-Füllstoffe. Das Handling der Rezeptur konnte innerhalb des Projektes geprüft und getestet werden.

Der Erfahrungsgewinn geht weiter beim Streichen der Paste, welche ungewöhnlich hohe Viskositäten von 60 bis 185 Pa·s bei niedrigen Scherraten bis 100 s⁻¹ aufweist. Dennoch eignet sich die entwickelte Paste sehr gut, um homogene Filme mit sehr niedrigem Flächengewicht auf Transferpapier zu erzeugen. Dass dies mit den niedrigen Auflagen im Zwei-Strich-Verfahren möglich ist, kann als Erkenntnisgewinn auch für andere Projekte wegweisend sein, indem die Ergebnisse dieses Projektes in andere Anwendungsfelder transferiert werden.

Weiterhin entstand großer Erkenntnisgewinn durch die Verstreckversuche. Bei diesen konnten Informationen über die Stabilität der erzeugten Membran, erzielbare Verstreckverhältnisse und resultierende Porengrößen gewonnen werden. Diese Ergebnisse können in allen Bereichen,

die mit Filtration in Beziehung stehen, zu neuen Einsatzgebieten für PVC-Membranen führen. Aufgrund ihres preislichen Vorteils gegenüber derzeitigen Standard-Membranen steht hier in Aussicht, durch weitere passgenaue Entwicklungen in diesem Bereich Marktanteile zu gewinnen. Einen Vorteil hierbei bietet die Hydrophilie der erzeugten Membran, welche damit die passenden Voraussetzungen für wässrige Anwendungen aufweist.

Wenn man den Bogen über die rein technischen Anwendungen hinaus weiter in den Bekleidungsbereich hinein spannt, kann bei geeigneter Wahl der Porengöße eine Wasserdampfdurchlässigkeit des Materials erzeugt werden, welche den Tragekomfort der entsprechenden Bekleidung deutlich erhöht.

Die während der Projektbearbeitung erzielten Erkenntnisse konnten sehr gut anhand der Anfertigungen im kontinuierlichen produktionsnahen Technikumsmaßstab abgeleitet werden. Diese liefern die Grundlage für den Erkenntnistransfer in die oben skizzierten weiteren Anwendungsbereiche.

Für die Vowalon Beschichtung GmbH konnten damit insgesamt wertvolle Erkenntnisse im Umgang mit dünnsten PVC-Beschichtungen gewonnen werden. Diese Erkenntnisse können in Produktneuentwicklungen, die auf extrem dünne Materialien ausgerichtet sind, umgesetzt und ausgebaut werden.

Während der Durchführung des Vorhabens dem Zuwendungsempfänger bekannt gewordenen Fortschritte auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Es wurden während der Durchführung des Vorhabens keine Fortschritte auf dem Gebiet der Herstellung von mikroporösen PVC-Membranen aus streichbeschichteten Folien bei anderen Stellen bekannt.

Erfolgte und geplante Veröffentlichungen

Die erreichten Ergebnisse zur Entwicklung und Erprobung der Membranherstellung bis in den produktionsnahen Technikumsmaßstab flossen in die vom Verbundkoordinator zusammengestellten Veröffentlichungen mit ein und sind dem Schlussbericht des FILK Freiberg zu entnehmen.

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Forschung, Technologie
und Raumfahrt

Die Verantwortung für den Inhalt dieser
Veröffentlichung liegt beim Autor