



<http://dx.doi.org/10.35596/1729-7648-2021-19-1-96-104>

Оригинальная статья  
Original paper

УДК 541.64: 537.5

## СПОСОБ АНАЛИЗА СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ РЕГЕНЕРИРОВАННЫХ ПОЛИМЕРНЫХ ВОЛОКНИСТЫХ ФИЛЬТРОМАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ТОНКОЙ ОЧИСТКИ ВОЗДУХА

А.Г. КРАВЦОВ, М.В. ТУМИЛОВИЧ, Л.П. ПИЛИНЕВИЧ

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники  
(г. Минск, Республика Беларусь)*

*Поступила в редакцию 10 июля 2020*

© Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, 2021

**Аннотация.** Ужесточение требований к качеству и надежности выпускаемых изделий, а также необходимость повышения сроков службы машин, механизмов и различных устройств, эксплуатация которых связана с использованием жидких или газозвудушных сред, является причиной появления новых и совершенствования традиционных методов получения фильтрующих материалов с более высокими эксплуатационными характеристиками. Предложена методика всестороннего анализа свойств регенерированных фильтроматериалов для тонкой очистки воздуха. Подавляющее большинство фильтров после выработки своего ресурса не поддается регенерации, поскольку это, как правило, связано с большими энергетическими затратами. Вместе с тем достаточно большую актуальность с точки зрения ресурсосбережения имеет разработка способов такой регенерации. В связи с этим целью настоящей работы является привлечение ряда физических методов исследования с целью всестороннего анализа полимерных волокнистых фильтроматериалов для очистки воздуха, прошедших регенерацию. Для исследований были выбраны фильтрующие материалы, полученные методом «melt-blowing» из полимерных гранул путем переработки гранулята в экструдере, аэродинамического распыления расплава и формирования волокнисто-пористого слоя на формообразующей оправке. Исследованы основные фильтрационные характеристики исходных и регенерированных фильтроматериалов (коэффициент проскока, аэродинамическое сопротивление), а также электрофизические свойства первичного и вторичного фильтроматериалов, наличие спонтанного электростатического заряда. Описаны основные этапы регенерации и оценки физико-химических, механических и эксплуатационных свойств прошедших вторичную термо-аэродинамическую переработку волокнисто-пористых материалов в сравнении с исходными. Показано, что исследованные материалы сохраняют свои основные свойства, при этом изменяется структура волокон и усиливается электростатический эффект.

**Ключевые слова:** полимерные волокна, волокнистые фильтрующие материалы, очистка воздуха, процесс «melt-blowing», электростатический эффект, регенерация фильтроэлементов.

**Конфликт интересов.** Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**Для цитирования.** Кравцов А.Г., Тумилович М.В., Пилинович Л.П. Способ анализа структуры и свойств регенерированных полимерных волокнистых фильтроматериалов для тонкой очистки воздуха. Доклады БГУИР. 2021; 19(1): 96-104.

## METHOD FOR ANALYSIS OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF REGENERATED POLYMER FIBROUS FILTER MATERIALS FOR THIN CLEANING OF AIRL

ALIAKSANDAR G. KRAVTSOV, MIRASLAU V. TUMILOVICH, LEANID P. PILINEVICH

*Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (Minsk, Republic of Belarus)*

*Submitted 10 July 2020*

© Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, 2021

**Abstract.** Stricter requirements for the quality and reliability of manufactured products, as well as the need to increase the service life of machines, mechanisms and various devices, the operation of which is associated with the use of liquid or gas-air media, is the reason for the emergence of new and improvement of traditional methods for obtaining filter materials with higher performance characteristics. A method for a comprehensive analysis of the properties of regenerated filter materials for fine air purification is proposed. The overwhelming majority of filters, after their service life is exhausted, cannot be regenerated, since this, as a rule, is associated with high energy costs. At the same time, the development of methods for such regeneration is quite relevant from the point of view of resource conservation. In this regard, the purpose of this work is to use a number of physical research methods for the purpose of a comprehensive analysis of polymeric fibrous filter materials for air purification that have undergone regeneration. Filtration materials obtained by the «melt-blowing» method from polymer granules by processing the granulate in an extruder, aerodynamic spraying of the melt and the formation of a fibrous-porous layer on a forming mandrel were selected for research. The main filtration characteristics of the original and regenerated filter materials (breakthrough coefficient, aerodynamic drag), as well as the electrophysical properties of the primary and secondary filter materials, the presence of a spontaneous electret charge have been investigated. The main stages of regeneration and evaluation of physicochemical, mechanical and operational properties of fibrous-porous materials that have undergone secondary thermo-aerodynamic processing in comparison with the original ones are described. It is shown that the studied materials retain their basic properties, while the structure of the fibers changes and the electret effect is enhanced.

**Keywords:** polymer fibers, fibrous filter materials, air purification, the «melt-blowing» process, electret effect, filter element regeneration.

**Conflict of interests.** The authors declare no conflict of interests.

**For citation.** Kravtsov A.G., Tumilovich M.V. Pilinevich L.P. Method for analysis of the structure and properties of regenerated polymer fibrous filter for thin cleaning of airl. Doklady BGUIR. 2021; 19(1): 96-104.

### Введение

Наметившаяся в последнее время интенсификация работ в области создания и применения фильтрующих материалов обусловлена рядом причин. Среди них можно отметить ужесточение требований к качеству и надежности выпускаемых изделий, а также необходимость повышения сроков службы машин, механизмов и различных устройств, эксплуатация которых связана с использованием жидких или газоздушных сред.

Известно, что основное требование к фильтрам и фильтроматериалам – способность к эффективному разделению на фазы дисперсных систем «жидкость – твердое тело» или «газ (воздух) – твердое тело», содержащих твердые частицы микронных или субмикронных размеров. Обычно фильтроматериалы изготавливают из стекла, керамики, металлов, полимеров и других веществ. Существующие методики анализа характеристик фильтроматериалов не всегда оказываются в состоянии обеспечить возрастающие потребности разработчиков и потребителей фильтров.

подавляющее большинство фильтров после выработки своего ресурса не поддаются регенерации, поскольку это, как правило, связано с большими энергетическими затратами.

Вместе с тем достаточно большую актуальность с точки зрения ресурсосбережения имеет разработка способов такой регенерации. В связи с неизбежным при этом дополнительным воздействием на материалы логично предполагать изменение основных эксплуатационных и физико-химических характеристик последних и даже приобретение ими совершенно новых свойств. Этот факт, подтвержденный практикой, обуславливает необходимость привлечения дополнительных методов исследования таких материалов.

В связи с вышеизложенным цель настоящей работы – привлечение ряда физических методов исследования с целью всестороннего анализа полимерных волокнистых фильтроматериалов для очистки воздуха, прошедших регенерацию.

### Методика проведение экспериментов

Для формирования полимерных волокнистых фильтроматериалов использовали технологию «melt-blowing». Данный технологический процесс получения фильтроматериалов включает [1] переработку гранулята в экструдере, аэродинамическое распыление расплава и формирование волокнисто-пористого слоя на формообразующей оправке. В эксперименте применяли гранулированный полиэтилен высокого давления марки ПЭВД 15803-020 (температура плавления  $T_{пл} = 110$  °С определена методом дифференциального термического анализа). Изготавливали полотна размером  $70 \times 50 \times 0,5$  см (далее – первичный фильтроматериал), которые устанавливали для работы в системах тонкой очистки воздуха в помещениях.

Технологическая схема регенерации выработавших ресурс фильтроматериалов включала плавление полотен на воздухе ( $T_{пл} = 220$  °С) и измельчение полимерной массы в пневмоструйной мельнице с выделением трех фракций:

- 1 – микронная составляющая (размер частиц 50–300 мкм);
- 2 – субмикронная составляющая (10–50 мкм);
- 3 – летучая фракция (менее 10 мкм).

Фракции 1 и 2 смешивали и гранулировали. Полученный гранулят вновь подвергали пневмодиспергированию методом «melt-blowing» с сохранением технологических режимов, изготавливая полотна размером  $70 \times 50 \times 0,5$  см (далее – вторичный фильтроматериал).

Предложенный способ регенерации пневмоструйным измельчением основан на том, что большинство захваченных фильтроматериалом микронных и субмикронных частиц загрязнителя переходит в летучую фракцию, далее отсеиваемую.

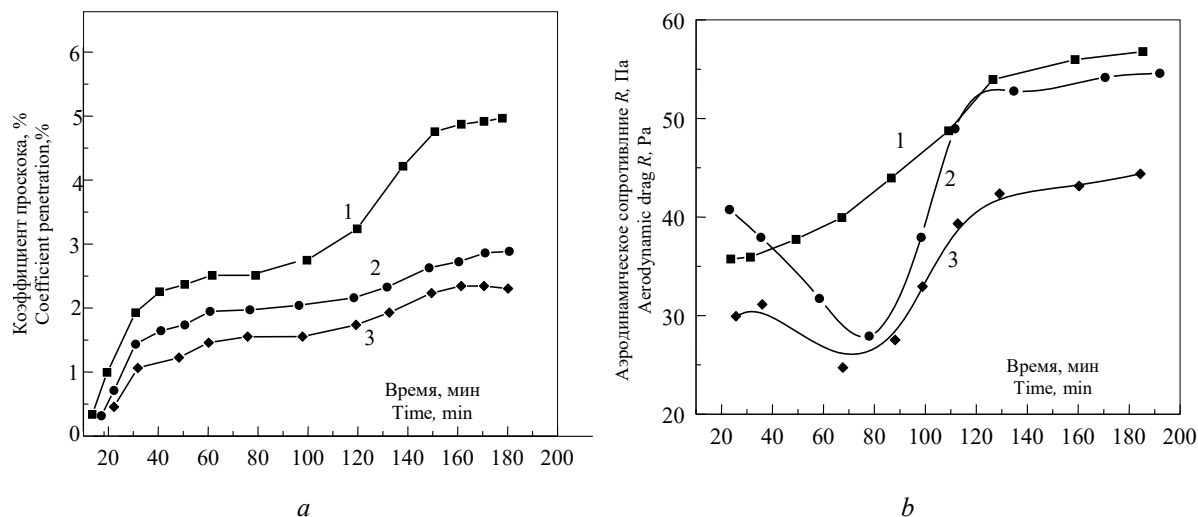
Фильтрационные свойства анализировали путем измерения аэродинамического сопротивления и коэффициента проскока масляного тумана согласно ГОСТ 12.4.294-2015 (EN 149:2001+A1:2009).

### Результаты исследований и их обсуждение

Исследование фильтрационных характеристик первичного и вторичного материалов показало (рис. 1), что эффективность фильтрации масляного аэрозоля для вторичных материалов несколько выше, а аэродинамическое сопротивление – ниже, чем для первичных. При сравнении фильтрационных свойств волокнисто-пористых фильтроматериалов, получаемых аэродинамическим распылением расплава полимера, и неэлектризованного микрофильтра Петрянова для очистки воздуха установлено, что исследуемые показатели для «melt-blown» материалов выше. Такие результаты могут быть обусловлены наличием в «melt-blown» материалах спонтанного электростатического заряда. Электростатический заряд является полезным фактором при очистке газовых сред от субмикронных частиц загрязнителей [1]. Наличие статического заряда (электретный эффект) обеспечивает более эффективное улавливание за счет захвата кулоновскими силами заряженных частиц загрязнителя, а также нейтральных частиц, приобретающих наведенный дипольный момент в поле электрета.

Ранее было установлено [2], что в пневмодиспергируемых волокнистых полимерных материалах существует спонтанный электретный эффект, обусловленный особенностями технологического процесса – повышенными температурами в зоне обработки полимеров,

близкими к тем, при которых начинается интенсивная термоокислительная деструкция макромолекул, воздействием распыливающего воздуха, существованием в расплаве полимера макромолекул с «врожденными» дефектами, которые выступают в роли структурных ловушек носителей заряда, и т. п. В этой связи важную информацию о фильтрационных свойствах этих материалов и о реализуемых ими механизмах фильтрации могут предоставить классические методы анализа такого феномена, как электретное состояние полимерных диэлектриков.

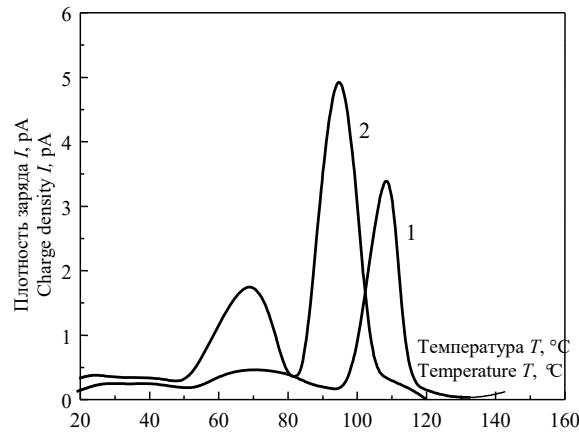


**Рис. 1.** Фильтрационные свойства волокнисто-пористых материалов: *a* – коэффициент проскока масляного тумана (средний размер частиц аэрозоля  $\approx 0,2$  мкм); *b* – аэродинамическое сопротивление: микрофильтр Петрянова (1), первичный материал (2), вторичный материал (3)

**Fig. 1.** Filtration properties of fibrous-porous materials: *a* – oil mist penetration coefficient (average aerosol particle size  $\approx 0.2$   $\mu\text{m}$ ); *b* – aerodynamic drag: Petryanov microfilter (1), primary material (2), secondary material (3)

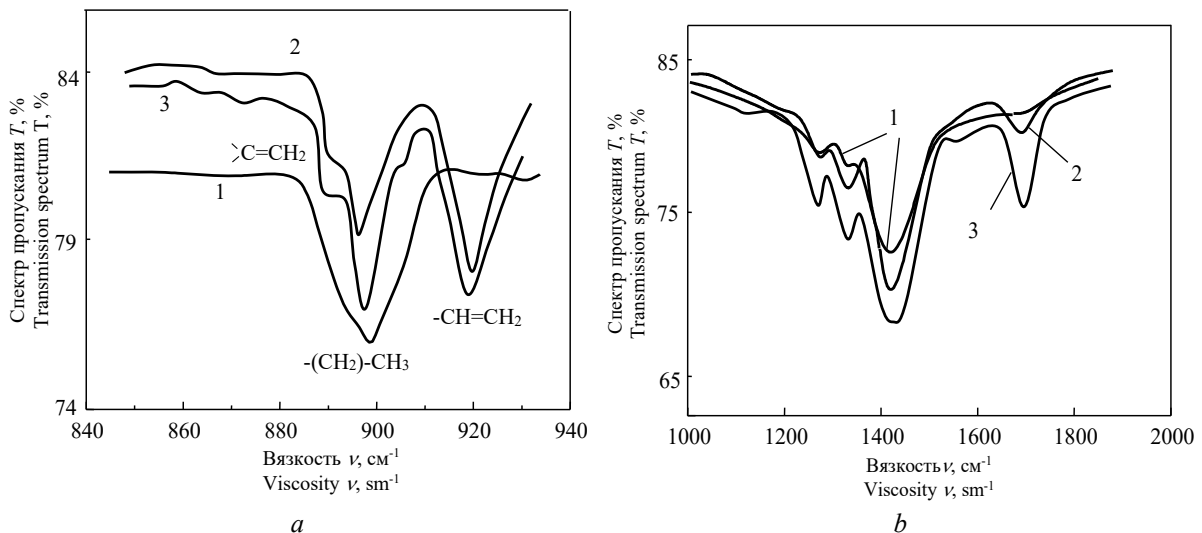
При исследовании электрофизических свойств первичного и вторичного фильтроматериалов изучали наличие спонтанного электретного заряда, помещая образец между двумя электродами, нагревая с некоторой линейной скоростью и фиксируя протекающий в цепи ток. График тока в функции температуры представляет собой спектр термостимулированных токов (ТСТ), по характеру которого судят о механизмах, ответственных за проявление электретного эффекта. Преимуществом выбранного метода электретно-термического анализа является высокая чувствительность и разрешающая способность, а также возможность проследить релаксационные процессы в веществе, находящемся в различных фазовых состояниях, с регистрацией температур перехода между ними. ТСТ фиксировали при скорости нагрева образца  $5$   $^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ . Также определяли эффективную поверхностную плотность заряда (ЭППЗ) бесконтактным компенсационным методом [3]. Измерение электретных характеристик полимерных материалов осуществляли согласно ГОСТ 25209-82.

На рис.2 представлены спектры ТСТ «melt-blown» материалов. Видно, что у вторичных волокнистых материалов при увеличении ЭППЗ в 2 раза возрастает интенсивность пика ТСТ с  $T_{\text{max}} \sim 60\text{--}63$   $^{\circ}\text{C}$ . Характерный для ПЭВД [4] пик ТСТ – в температурном интервале  $100\text{--}105$   $^{\circ}\text{C}$ , который соответствует началу фазового перехода при плавлении. У вторичного материала он смещается на  $5\text{--}10$   $^{\circ}\text{C}$  в сторону более низких значений  $T$ , причем интенсивность его повышается.



**Рис. 2.** ТСТ-спектры melt-blown образцов: первичный материал (ЭППЗ,  $\sigma_{эф} = 0,65$  нКл/см<sup>2</sup>) (1), регенерированный материал ( $\sigma_{эф} = 1,2$  нКл/см<sup>2</sup>) (2)  
**Fig. 2.** TST spectra of melt-blown samples: primary material (EPPZ,  $\sigma_{eff} = 0.65$  nC/cm<sup>2</sup>) (1), regenerated material ( $\sigma_{eff} = 1.2$  nC/cm<sup>2</sup>) (2)

Для выявления факторов, обуславливающих проявление полимерными волокнистыми материалами электретных свойств, целесообразно применить ИК-спектроскопию. На ИК-спектрах пропускания (записаны с помощью спектрометра UR-20) «melt-blown» образцов (рис. 3, а) идентифицированы пики, соответствующие винилиденовым, винильным и трансвиниленовым группам [4]. Эти группы могут выступать в качестве нейтральных центров захвата по отношению к носителям заряда [5]. На ИК-спектрах вторичного материала (рис. 3, б) отмечено значительное увеличение интенсивности пика в области 1720 см<sup>-1</sup>, который отвечает кислородсодержащим функциональным группам – гидроксильным ОН и карбонильным С=О. Эти группы, обладающие дипольным моментом и способные вносить вклад в дипольную поляризацию, могут быть ответственны за появление на спектрах ТСТ вторичного материала интенсивного низкотемпературного пика ( $T_{max} \sim 60-63$  °С). Увеличение содержания таких групп в материале, по-видимому, является следствием повторного пневмодиспергирования и причиной отмеченного снижения температуры фазового перехода на 5–10 °С в связи с изменением химической структуры «melt-blown» волокон.

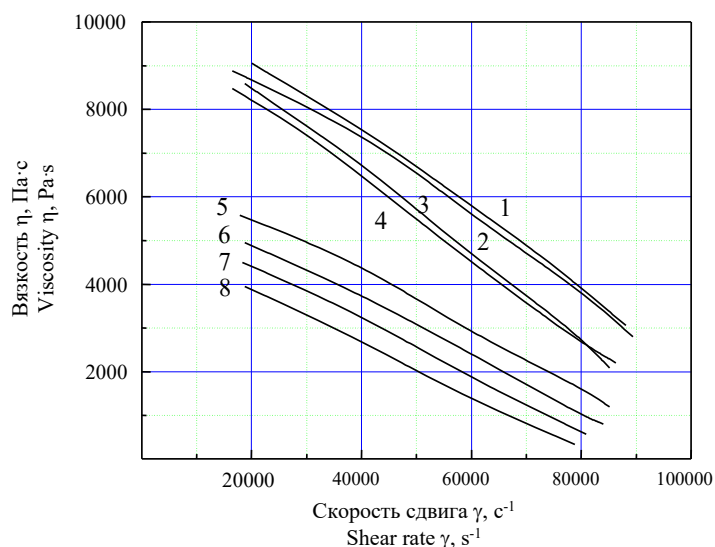


**Рис. 3.** ИК-спектры пропускания пленок ПЭВД, полученных из первичного (1), вторичного (2) волокнистого материала и из исходного полимера (3) для «melt-blown» образцов (а) и для вторичного материала (б)

**Fig. 3.** IR transmission spectra of LDPE films obtained from primary (1), secondary (2) fibrous material and from the starting polymer (3) for melt-blown samples (a) and for secondary material (b)

Очевидно, примененная схема регенерации обеспечивает усиление электрретного эффекта в полимерных волокнистых материалах, что, как показано выше, связано с улучшением эксплуатационных свойств последних.

Динамическую вязкость расплава  $\eta$  «melt-blown» материалов определяли по скорости сдвига  $\gamma$  согласно международному стандарту ISO 1133 (рис. 4). Пористость образцов изучали с помощью автоматического анализатора изображений «Mini Magiscan».



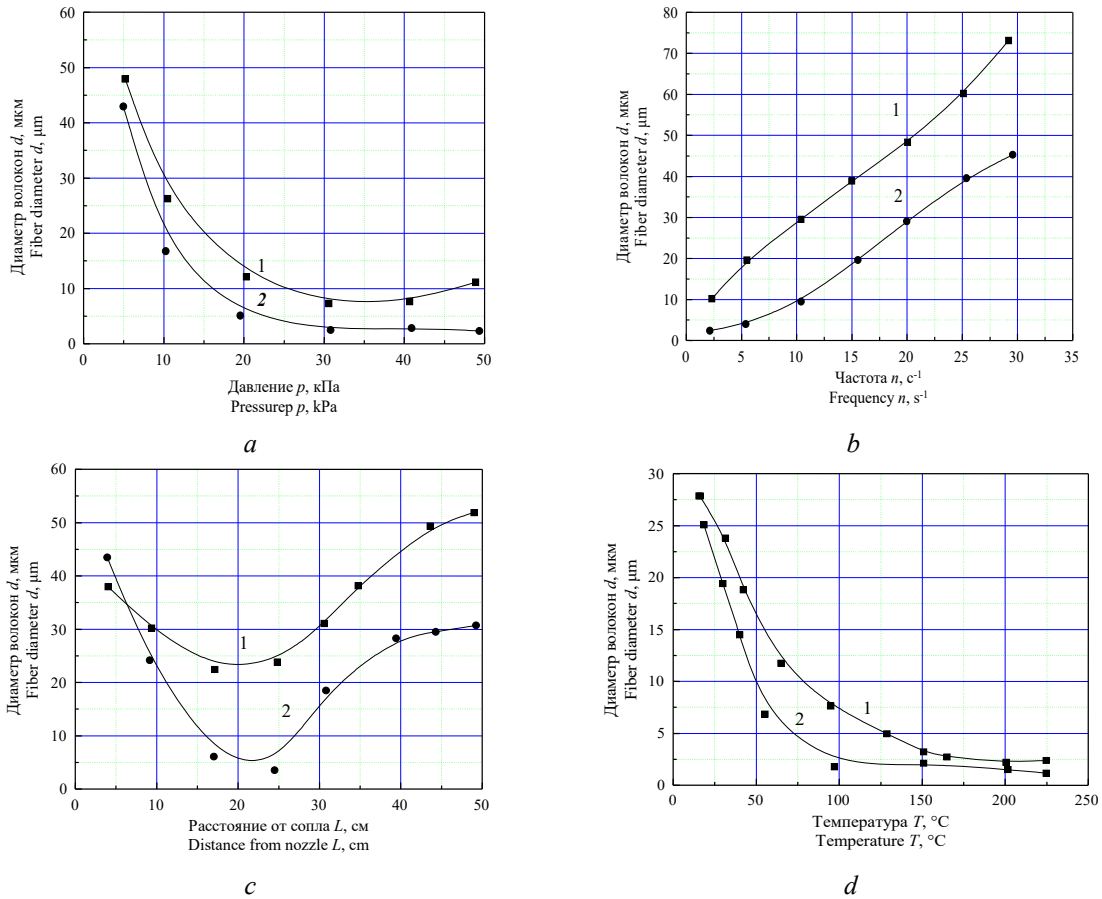
**Рис. 4.** Температурные зависимости вязкости расплава «melt-blown» материалов из ПЭВД: первичный (1–4), вторичный материал (5–8); температура экспозиции:  $T = 190\text{ °C}$  (1, 5),  $T = 220\text{ °C}$  (2, 6),  $T = 280\text{ °C}$  (3, 7),  $T = 340\text{ °C}$  (4, 8)

**Fig. 4.** Temperature dependences of the «melt-blown» melt viscosity of LDPE materials: (1–4) – primary, (5–8) – secondary material; exposure temperature:  $T = 190\text{ °C}$  (1, 5),  $T = 220\text{ °C}$  (2, 6),  $T = 280\text{ °C}$  (3, 7),  $T = 340\text{ °C}$  (4, 8)

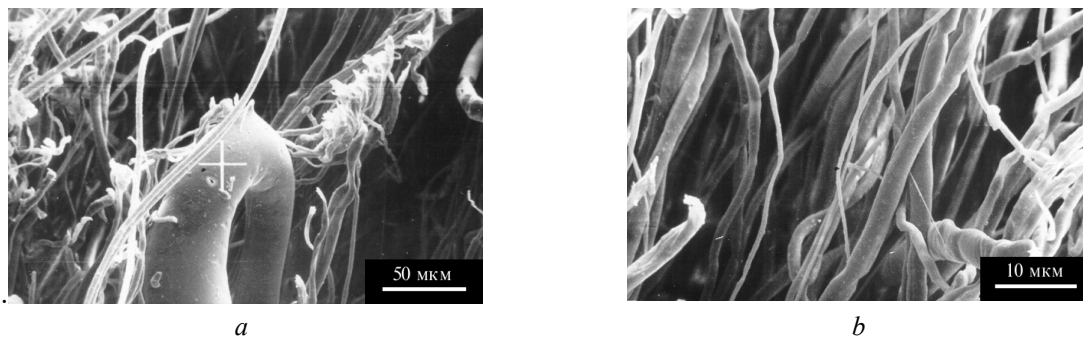
Анализ данных экспериментальных результатов, приведенных на рис. 4, показывает, что вязкость вторичного материала уменьшается в несколько раз. Установлены минимальная –  $320\text{ °C}$  ( $300\text{ °C}$ ) и оптимальная –  $350\text{ °C}$  ( $330\text{ °C}$ ) температуры формирования волокон для первичного и вторичного материалов соответственно. Известно, что высокая вязкость подразумевает низкий показатель текучести расплава и высокий молекулярный вес. В то же время неизбежным следствием распыления полимеров в вязкотекучем состоянии является уменьшение длины макромолекул.

Исследовано влияние технологических факторов (частоты вращения шнека экструдера  $n$ , давления  $p$  и температуры  $T$  распыливающего воздуха, расстояния  $L$  от сопла до формообразующей оправки) на некоторые структурные свойства сформированных волокон. Отмечено, что с увеличением текучести расплава при меньших температурах связано уменьшение толщины волокон вторичных образцов при одинаковых технологических режимах процесса «melt-blowing»: на рис. 5 видно, что эта толщина значительно меньше для всех исследованных образцов.

Микроскопические исследования (контроль размеров частиц фракций и параметров волокон) проводили с применением электронного микроскопа «NANOLAB-7» при 500-кратном увеличении. Анализ изображений (рис. 6) позволяет оценить геометрические параметры волокон. Подтверждается факт уменьшения толщины волокон (до диаметра  $1\text{ мкм}$ ). Установлено также, что пористость как первичных, так и вторичных образцов составляет около  $90\%$ .



**Рис. 5.** Зависимости диаметра волокон материала от: *a* – давления  $p$  распыливающего воздуха, *b* – частоты  $n$  вращения шнека экструдера, *c* – расстояния  $L$  от сопла до формообразующей оправки, *d* – температуры  $T$  распыливающего воздуха. Кривая (1) – первичный, кривая (2) – вторичный материал  
**Fig. 5.** Dependences of the fiber diameter of the material on: *a* – the pressure  $p$  of the spraying air, *b* – the frequency  $n$  of the rotation of the screw of the extruder, *c* – the distance  $L$  from the nozzle to the forming mandrel, *d* – the temperature  $T$  of the spraying air. Curve (1) – primary, curve (2) – secondary material



**Рис. 6.** Структура волокнистых материалов при 500-кратном увеличении: *a* – первичный; *b* – вторичный фильтроматериал

**Fig. 6.** The structure of fibrous materials at a 500-fold increase: *a* – primary; *b* – secondary filter material

Известно [6], что диаметр волокон и плотность материала являются определяющими характеристиками для волокнистых фильтрующих материалов. Чем ниже диаметр волокон и выше плотность их укладки, тем меньше размер пор в материале, что повышает эффективность очистки. Это вполне применимо к вторичному материалу, для которого предполагаемое повышение тонкости и эффективности фильтрации должно быть обусловлено значительным увеличением количества мелких пор при сохранении суммарного значения пористости.

На основании проведенных экспериментальных исследований разработана схема комплексного анализа фильтроматериалов, включающая в себя несколько операций, проводимых независимо друг от друга как взаимодополняющие, представленная на рис. 7.

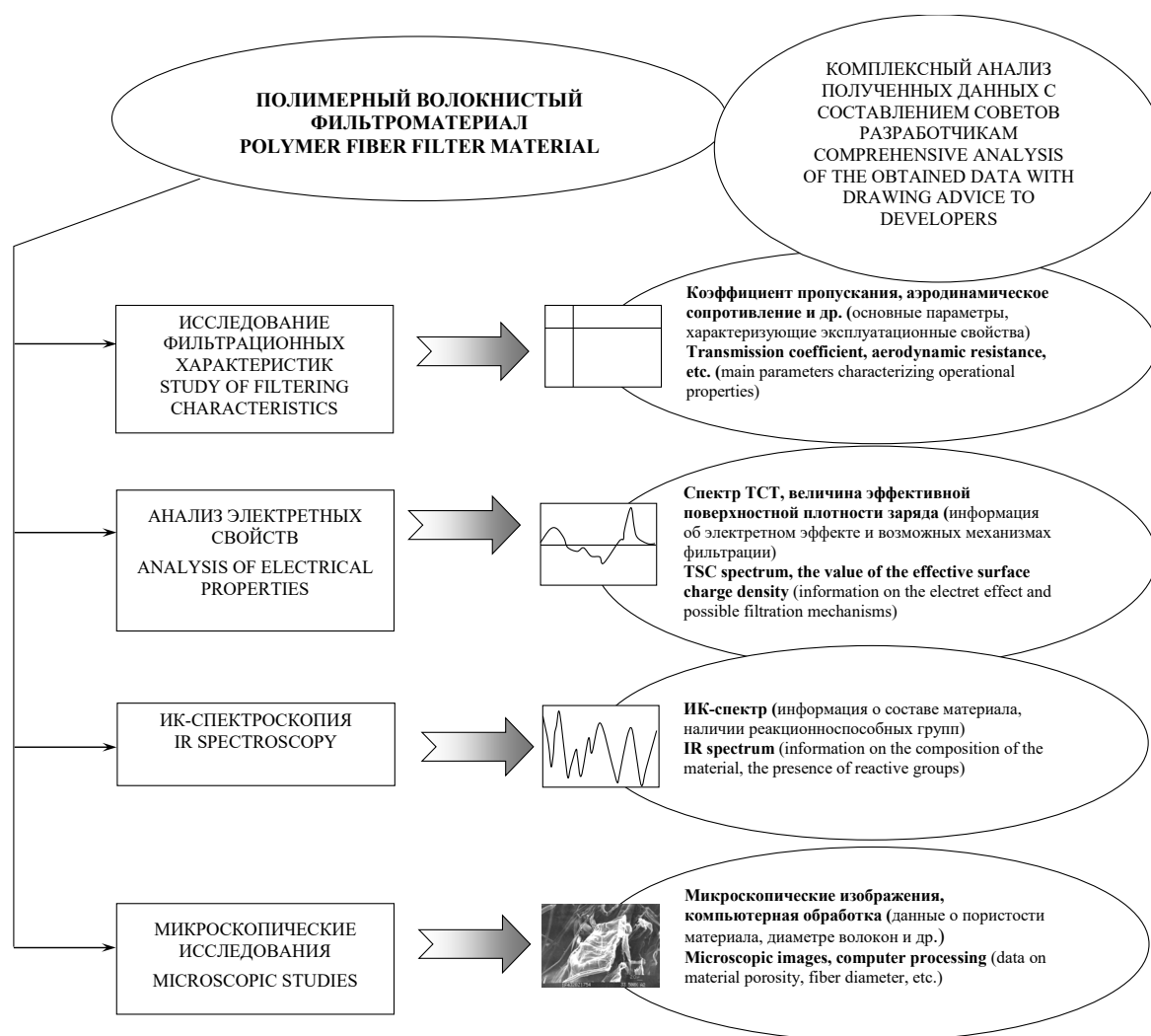


Рис. 7. Предлагаемая схема комплексной диагностики полимерных волокнисто-пористых фильтрующих материалов после их регенерации

Fig. 7. The proposed scheme for the comprehensive diagnostics of polymer fiber-porous filter materials after their regeneration

### Заключение

Проведенные экспериментальные исследования и полученные результаты позволяют сделать вывод, что совокупность использованных методов исследования полимерных волокнистых фильтроматериалов дает достаточно полную информацию о целом ряде их важных функциональных параметров. Предложенная схема оценки свойств применима как к исходным полимерным волокнистым фильтроматериалам, так и к прошедшим регенерацию с помощью воздушно-струйного измельчения. В последнем случае материал, подвергаемый дополнительному воздействию факторов процесса «melt-lowing», приобретает ряд свойств, способствующих повышению его фильтрующей способности для тонкой очистки воздуха. Приведенные экспериментальные данные достаточно хорошо иллюстрируют возможности предлагаемой схемы анализа. Полученные тонковолокнистые электретные материалы находят применение в качестве фильтроэлементов в респираторах – современных надежных средствах индивидуальной защиты органов дыхания от аэрозолей, пыли, дыма, тумана или вредных (в том числе угарных) газов. Электретный эффект волокон способствует очистке вдыхаемого воздуха от частиц аэрозолей менее 1 мкм. Данные материалы используются в таких известных брендах в области средств защиты органов дыхания, как 3М, Лепесток, FFP1, FFP2 и др.



### Список литературы

1. Петрянов И.В., Козлов В.И., Басманов П.И., Огородников Б.И. *Волокнистые фильтрующие материалы*. Москва: Знание; 1968.
2. Kravtsov A.G., Brünig H. *Polymer Science*. 2000; Ser. B., 42(5-6).
3. *Electrets*. Ed. by Sessler G.M. Berlin: Springer-Verlag; 1987.
4. Као К., Хуанг В. *Перенос электронов в твердых телах* (Ч. 1). Москва: Мир; 1984.
5. Кравцов А.Г., Марченко С.А., Зотов С.В., Станкевич В.М., Наумов А.Д. *Полимерные волокнисто-пористые фильтрующие материалы*; под общ. ред. Плескачевского Ю.М. Гомель: БелГУТ; 2012.
6. Кравцов А.Г. *Волокнистые фильтры*. Электронное издание (монография). Saarbrücken: LAP LAMBERT Academic Publishing; 2015.

### References

1. Petryanov I.V., Kozlov V.I., Basmanov P.I., Ogorodnikov B.I. [*Fibrous filter media*]. Moscow: Knowledge; 1968. (In Russ.)
2. Kravtsov A.G., Brünig H. *Polymer Science*. 2000; Ser. B., 42(5-6).
3. *Electrets*. Ed. by Sessler G.M. Berlin: Springer-Verlag; 1987.
4. Kao K., Huang V. [*Electron transport in solids*] (P. 1). Moscow: Mir; 1984. (In Russ.)
5. Kravtsov A.G., Marchenko S.A., Zotov S.V., Stankevich V.M., Naumov A.D. [*Polymeric fiber-porous filtering materials*]; under the general. ed. Pleskachevsky Yu.M. Gomel: BelsUT; 2012. (In Russ.)
6. Kravtsov A.G. [*Fibrous filters*]. Electronic edition (monograph). Saarbrücken: LAP LAMBERT Academic Publishing; 2015. (In Russ.)

### Вклад авторов

Кравцов А.Г., написал введение, заключение, провел анализ полученных результатов.  
Тумилович М.В. сформулировал цель и задачи исследований, провел экспериментальные исследования и обработку полученных данных.  
Пилиневич Л.П. провел теоретический анализ исследуемой проблемы.

### Authors' contribution

Kravtsov A.G., wrote an introduction, conclusion, conducted an analysis of the results.  
Tumilovich M.V. formulated the goal and objectives of the research, conducted experimental research and processing of the data.  
Pilinevich L.P. conducted a theoretical analysis of the investigated problem.

### Сведения об авторах

Кравцов А.Г., д.т.н., профессор, профессор кафедры инженерной психологии и эргономики Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники.

Тумилович М.В., д.т.н., доцент, начальник управления подготовки научных кадров высшей квалификации Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники.

Пилиневич Л.П., д.т.н., профессор, профессор кафедры инженерной психологии и эргономики Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники.

### Адрес для корреспонденции

220013, Республика Беларусь,  
г. Минск, ул. П. Бровки, 6,  
Белорусский государственный университет  
информатики и радиоэлектроники  
тел. +375-17-293-88-83;  
e-mail: tumilovich@bsuir.by  
Тумилович Мирослав Викторович

### Information about the authors

Kravtsov A.G., D.Sci, Professor, Professor of the Engineering Psychology and Ergonomics Department of the Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics.

Tumilovich M.V., D.Sci, Associate Professor, Head of the preparation of scientific shots of the top skills Department of the Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics.

Pilinevich L.P., D.Sci, Professor, Professor of the Engineering Psychology and Ergonomics Department of the Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics.

### Address for correspondence

220013, Republic of Belarus,  
Minsk, P. Brovki str., 6,  
Belarusian State University  
of Informatics and Radioelectronics  
+375-17-293-88-83;  
e-mail: tumilovich@bsuir.by  
Tumilovich Miraslau Victorovich