

Die Grenzen der Mechanischen Entfeuchtung von Filterkuchen

H. Anlauf

Die mechanische Entfeuchtung von Filterkuchen kann durch Verringerung des Porenvolumens, durch Verdrängung der Porenflüssigkeit mittels Gas oder durch eine Kombination beider Vorgänge erfolgen. Dabei sind dem mechanischen Flüssigkeitsentzug physikalische Grenzen gesetzt. Im Filterkuchen stellt sich nach Ablauf der Entfeuchtungskinetik eine Gleichgewichtsfeuchte ein. Im vorliegenden Beitrag sollen der Stand des Wissens über die Methoden der Bestimmung von mechanischen Entfeuchtungsgrenzen und ihre Beziehungen untereinander zusammengefasst, die zugehörige Labormesstechnik dargestellt, derzeit noch offene Fragen formuliert und technische Beispiele gegeben werden.

1. Einführung

Dem mechanischen Flüssigkeitsentzug aus dem Porensystem von Filterkuchen sind physikalische Grenzen gesetzt. Seine am Ende vorhandene Restfeuchte hängt von den Partikelcharakteristika, den Eigenschaften der Flüssigkeit, der Struktur und dem Verhalten des Filterkuchens sowie von Art und Größe der wirkenden Kräfte ab. Eine bestimmte untere Grenze der Kuchenrestfeuchte kann nicht unterschritten werden, es sei denn durch thermische Trocknung. Die nicht mehr mechanisch entfernbare Flüssigkeit ist im Porensystem in Form von Flüssigkeitsbrücken an den Partikelkontaktstellen, als Haftflüssigkeit an den Partikeloberflächen oder in Mikroporen der Partikel selbst gebunden.

Die jeweilige physikalische Grenze der mechanischen Entfeuchtung gibt wichtige Hinweise zur Auswahl und Betriebsweise des zur Lösung einer Trennaufgabe einzusetzenden Apparates.

Die mechanische Entfeuchtung von Filterkuchen kann durch Verdrängung der Porenflüssigkeit mittels Gas (Untersättigung), durch Verringerung des Porenvolumens (Konsolidierung) oder durch eine Kombination aus beiden Vorgängen erfolgen. Zur Kuchenfiltration werden daher so unterschiedliche Apparate, wie

Vakuum- oder Gasüberdruckfilter, Pressfilter mit hydraulischer bzw. mechanischer Kuchenverdichtung oder Filterzentrifugen eingesetzt. Daraus ergeben sich sowohl aus physikalischer Sicht als auch aus historischer Tradition unterschiedliche Messmethoden und Darstellungsweisen der jeweilig erreichbaren Entfeuchtungsgrenzen.

2. Untersättigung näherungsweise inkompressibler Filterkuchen

2.1 Kapillardruck und Kapillardruckverteilung

Eine umfangreiche Beschreibung von Kapillareffekten in porösen Feststoffsystemen wird in [1] gegeben. Besitzen zwei molekular nicht miteinander mischbare Fluide, wie Flüssigkeit und Gas eine gemeinsame und frei bewegliche Phasengrenzfläche, so bildet sich eine Grenzflächenspannung $\gamma_{L,g}$ aus. Ist die Phasengrenzfläche gekrümmt, so sind die Drücke in der gasförmigen Phase p_g und in der Flüssigkeit p_L unterschiedlich groß. Die resultierende Druckdifferenz ($p_g - p_L$) wird als Kapillardruck p_k bezeichnet. Herrscht in der Phase höherer Dichte (Flüssigkeit) der geringere Druck, so definiert man den Kapillardruck als positiv. Ein feuchter Filterkuchen in gasförmiger Umgebung stellt ein Dreiphasensystem aus Feststoff, Flüssigkeit und Gas dar. Dort, wo Feststoff, Flüssigkeit und Gas zusammentreffen, entsteht eine Dreiphasengrenzlinie und der Winkel, mit dem die Flüssigkeit an den Feststoff grenzt, wird Benetzungswinkel δ genannt. Reduziert man das Porensystem in einem Filterkuchen gedanklich auf eine kreiszylindrische Modellpore, so ergibt sich die in Abb. 1 dargestellte Gleichgewichtssituation.

Die Formulierung eines in vertikaler Richtung angesetzten Kräftegleichgewichtes für diesen Fall führt zur vereinfachten Form der sog. „Laplace-Gleichung“, welche gemäß Gl. (1) den Kapillardruck p_k mit der Grenzflächenspannung γ_L , dem Krümmungsradius der Grenzfläche R , dem Porenradius r und dem Benetzungswinkel δ in Beziehung setzt.

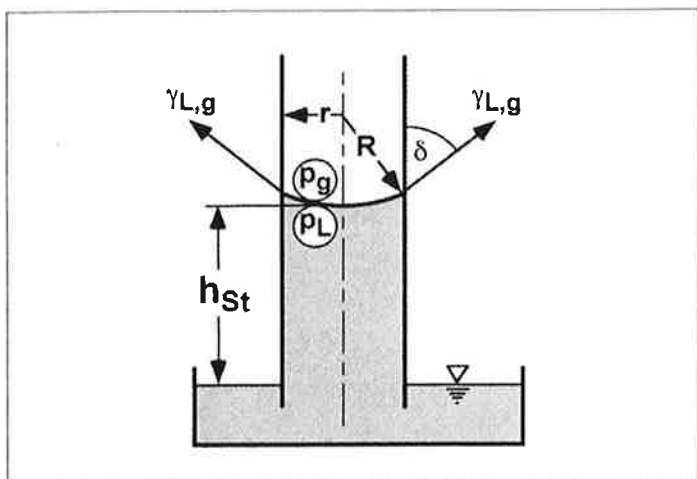


Abb. 1: Kreiszylindrische Modellpore

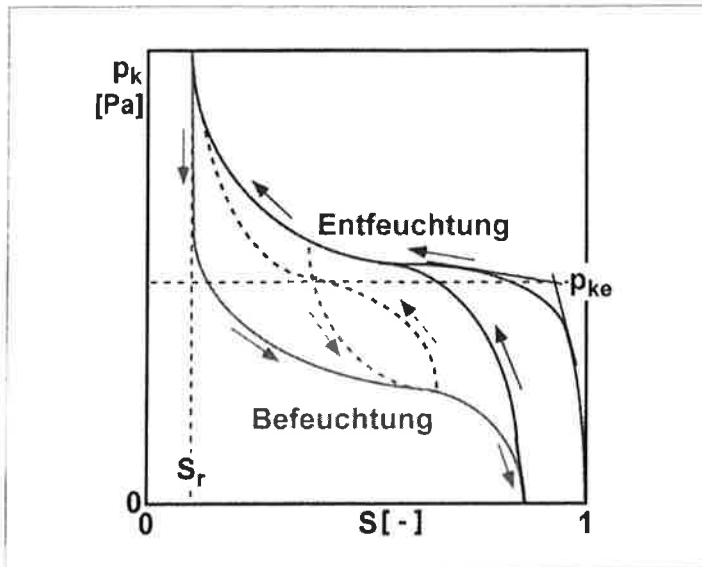


Abb. 2: Kapillardruck-Kurve (nach [1])

$$p_k = p_g - p_L = \frac{2 \cdot \gamma_{L,g}}{R} = \frac{2 \cdot \gamma_{L,g} \cdot \cos \delta}{r} \quad (1)$$

Berechnet man nach Messung des Kapillardruckes einer beliebig geformten Filterkuchenpore aus Gl. (1) die zugehörige Porengröße, so entspricht der resultierende Kapillarradius dem Radius einer kreisrunden Pore mit dem gleichen Kapillardruck, wie die vermessene Pore. Diesen Radius bezeichnet man als äquivalenten oder hydraulischen Porenradius. Zwischen dem hydraulischen Radius der Pore und dem Radius einer Kugel, die gerade noch durch diese Pore hindurch treten kann, besteht bei Kenntnis Porengeometrie eine eindeutige Beziehung [2]. Diese physikalisch eindeutigen Zusammenhänge macht man sich insbesondere bei der Porengrößenanalyse von Filtermedien durch Blasenpunktsbestimmung mittels Bubble-Point-Test [3], Forward Flow Test [4] oder allgemein für poröse Körper durch Quecksilberintrusion [5], [6] zunutze.

Wenn Flüssigkeit bis zu einem Gleichgewichtswert in eine Kapillare eindringt, kann die kapillare Steighöhe h_{st} durch Formulierung eines Kräftegleichgewichtes zwischen haltendem Kapillar- und hinaustreibendem hydrostatischem Druck mittels Gl. (2) berechnet werden.

$$h_{st} = \frac{p_k}{\rho_L \cdot Z \cdot g} = \frac{2 \cdot \gamma_L \cdot \cos \delta}{r \cdot \rho_L \cdot Z \cdot g} \quad (2)$$

Hierbei bedeuten ρ_L die Flüssigkeitsdichte, g die Erdbeschleunigung und Z das Vielfache der Erdbeschleunigung bei einer Zentrifugation.

Infolge einer stochastischen Anordnung der Partikeln in einem Filterkuchen ergibt sich eine Porengrößen- und damit eine Kapillardruckverteilung. Die Kapillardruckverteilung in einem näherungsweise als inkompressibel, homogen und isotrop angesehenen Haufwerk wird gewöhnlich durch die schematisch in Abb. 2 dargestellte „Kapillardruck-Kurve“ charakterisiert.

Diese gibt für den mechanischen Gleichgewichtszustand den Zusammenhang zwischen Kapillardruck p_k und Flüssigkeitssättigungsgrad S an. Für Haufwerke mit nicht veränderbarer Porengeometrie ist der Sättigungsgrad besonders gut geeignet, weil er die Haufwerksfeuchte sehr anschaulich beschreibt und zudem als normierte Größe in den festen Grenzen zwischen 0 und 1 variiert. Der Sättigungsgrad ist als Verhältnis von aktuellem Flüssigkeitsvolumen V_L im Haufwerk zu dessen gesamtem Hohlraumvolumen V_H definiert.

$$S = \frac{V_L}{V_H} [-] \quad (3)$$

Um das Hohlraumvolumen im Haufwerk bestimmen zu können, muss die Porosität ε als Verhältnis von Hohlraumvolumen und Gesamtvolumen des Haufwerkes V_{ges} bestimmt werden.

$$\varepsilon = \frac{V_H}{V_{ges}} = \frac{V_H}{V_s + V_H} \quad (4)$$

Wenn die Porosität sich wie beim Auspressen verändert, kann die Flüssigkeitsbeladung θ verwendet werden. Sie stellt das Verhältnis von Flüssigkeitsvolumen im Kuchen und Feststoffvolumen dar.

$$\theta = \frac{V_L}{V_s} \quad (5)$$

Neben dem Sättigungsgrad und der Flüssigkeitsbeladung können aber auch andere Größen, wie die einfach zu messende Restfeuchte RF oder die Trockensubstanz TS den Flüssigkeitsgehalt im Haufwerk charakterisieren.

Die Restfeuchte bezieht die aktuelle Flüssigkeitsmasse im Kuchen m_L auf die Gesamtmasse des feuchten Haufwerkes ($m_L + m_s$).

$$RF = \frac{m_L}{m_L + m_s} \cdot 100 [\%] \quad (6)$$

Die Trockensubstanz verwendet das Verhältnis von Feststoffmasse und Gesamtmasse des feuchten Filterkuchens.

$$TS = \frac{m_s}{m_L + m_s} \cdot 100 [\%] \quad (7)$$

Bei vollständiger Sättigung bedeckt die Flüssigkeit die oberste Partikelschicht eines Haufwerkes in ebener Fläche. Dies bedeutet gleichen Druck beiderseits der Grenzfläche und daher nicht existierenden Kapillardruck. Bei einer schrittweisen Erhöhung eines zwischen Ober- und Unterseite des Haufwerkes anliegenden Differenzdruckes werden zunächst die Menisken ein wenig in die Kuchenoberfläche gedrückt, was zu

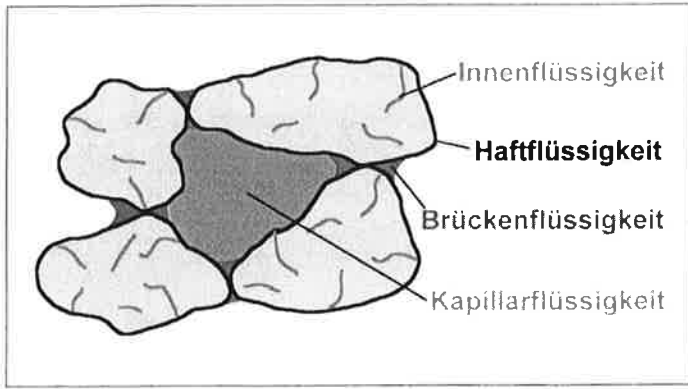


Abb. 3: Flüssigkeitsanteile unterschiedlicher Bindung

einer marginalen Verringerung der Sättigung ohne echte Untersättigung führt. Wie Abb. 2 zu entnehmen ist, kann eine signifikante Verringerung des Sättigungsgrades erst nach der Überschreitung des kapillaren Eintrittsdruckes p_{ke} registriert werden. Mit steigendem Differenzdruck werden dann immer kleinere Poren entleert. Durch Anlegen von Tangenten an die beiden Kurvenabschnitte am Entfeuchtungsbeginn wird vereinbarungsgemäß der kapillare Eintrittsdruck festgelegt. Wenn schließlich die gesamte hydraulisch miteinander verbundene Kapillarflüssigkeit durch Gas verdrängt ist, wird die mechanische Grenze der Entfeuchtung S_r erreicht. Bei weiterer Steigerung des Differenzdruckes verringert sich der Sättigungsgrad nicht mehr, weil die restliche noch im Haufwerk verbliebene Flüssigkeit gemäß Abb. 3 hydraulisch isoliert an den Kontaktstellen der Partikeln als Brückenflüssigkeit, an den Partikeloberflächen als Haftflüssigkeit und im Inneren der Partikeln als Innenflüssigkeit lokalisiert und gebunden ist.

Lässt man die Flüssigkeit durch schrittweise Reduzierung des Differenzdruckes wieder in das Haufwerk eindringen, ergibt sich gemäß Abb. 2 eine immer unterhalb der Entfeuchtungskurve verlaufende Befeuchungskurve. Eine vollständige Wiederbefeuchtung des Haufwerkes gelingt infolge nicht vermeidbarer

Gaseinschlüsse beim Flüssigkeitseintritt nicht. Entfeuchtet man nach maximaler Wiederbefeuchtung erneut, so geht der Kurvenverlauf an einem bestimmten Punkt in die ursprüngliche Entfeuchtungskurve über und man kann eine Hystereseschleife durchlaufen. Innerhalb dieser Hystereseschleife lässt sich durch entsprechendes Ent- oder Befeuchten jeder beliebige Punkt im Gleichgewicht einstellen. Um eine eindeutige Definition der Kapillardruck-Kurve festlegen zu können, soll diese vom Sättigungsgrad $S=1$ ausgehen und an der mechanischen Grenze der Entfeuchtung $S=S_r$ enden.

Die Kapillardruckverteilung ist unabhängig von den Abmessungen des Haufwerkes und vom Verfahren zur Untersättigung. Sie stellt eine Materialfunktion des jeweiligen Haufwerkes dar.

2.2 Untersättigung inkompressibler Filterkuchen durch Gasdifferenzdruck

Bei Vakuum- und Gasüberdruckfiltern, wie kontinuierlich arbeitenden Trommel-, Scheiben-, Band- und Planfiltern oder diskontinuierlichen Rührwerksnutschen, Kerzen- und Blattfiltern, bleibt die von außen zur Entfeuchtung an den Filterkuchen angelegte Druckdifferenz in aller Regel konstant. Damit können im Falle ausreichender Zeit alle hydraulisch mit dem Filtermedium verbundenen Poren im Filterkuchen, deren Kapillardruck kleiner als diese Druckdifferenz ist, entleert werden. Abb. 4 verdeutlicht diesen Fall, zeigt aber auch Konsequenzen einer inhomogenen Kuchenstruktur, wie sie etwa durch unterschiedliche Sedimentationsgeschwindigkeit von Partikeln während der Filterkuchenbildung entstehen kann. Auf der linken Seite von Abb. 4 erkennt man den prinzipiellen zeitlichen Ablauf des Entfeuchtungs Vorganges. Er beginnt für konstant wirkende Druckdifferenz bei vollständiger Sättigung und verläuft dann horizontal nach links bis zum Gleichgewichtswert auf der Kapillardruck-Kurve.

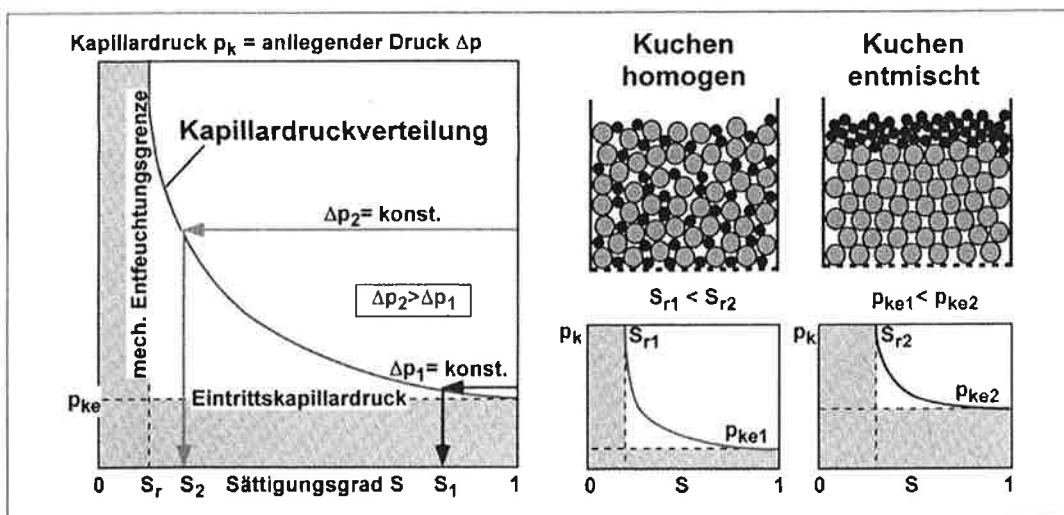


Abb. 4: Kapillardruck-Kurven bei der Gasdruckfiltration



Mit höherer Druckdifferenz ist ein entsprechend niedrigerer Gleichgewichtswert der Sättigung erreichbar. Die rechte Seite von Abb. 4 verdeutlicht, dass die Kapillardruck-Kurve ihren Verlauf bei unterschiedlicher Kuchenstruktur erheblich verändern kann.

Wenn sich durch Entmischungseffekte in der Suspension ein Filterkuchen mit einer Feinstkornschicht an der Oberseite aufbaut, kann deren Eintrittskapillardruck gegenüber einem homogen aufgebauten Kuchen dramatisch ansteigen und im schlimmsten Fall wird voll gesättigter Schlamm vom Filter abgenommen. Im Falle einer Deckschichtbildung aus feinstkörnigen Partikeln verschiebt sich auch die mechanische Grenze der Entfeuchtung zu höheren Sättigungsgraden. Bei einer örtlichen Überwindung des Eintrittskapillardruckes in der Deckschicht erfolgt nämlich eine spontane Entfeuchtung der darunter liegenden grobporigeren Partikelschichten. Dadurch entstehen hydraulisch isolierte und voll gesättigt bleibende Partikelbereiche in der Deckschicht.

Die Kapillardruck-Kurve muss als Materialfunktion bis heute für jeden Fall separat gemessen werden. Für die Gasdruckentfeuchtung stehen hierfür zwei Methoden zur Verfügung. Beide benötigen eine Druckfiltermesszelle mit einer Filterfläche von mindestens 20 cm², wie sie in der VDI-Richtlinie 2762 [7] für die Filterkuchenbildung beschrieben und in Abb. 5 exemplarisch dargestellt ist.

Die erste Methode basiert auf einem in der Filterzelle gebildeten Filterkuchen. Ausgehend von voll gesättigten Poren wird der Druck von null ausgehend schrittweise bis zum Maximalwert erhöht. Der Druck jeder Stufe wird aufrecht erhalten, bis kein Filtrat mehr auf einer Waage registriert wird. Weil sich diese Messung über mehrere Stunden erstreckt, darf sich kein Gasdurchsatz durch bereits entfeuchtete Poren einstellen, um eine thermische Trocknung des Kuchens zu vermeiden. Dies wird durch die Wahl eines mikroporösen Filtermediums erreicht, dessen Kapillardruck höher als der maximal einzustellende Gasdifferenzdruck ist. Die großen Messzeiten machen es sinnvoll, den Messvorgang zu automatisieren.

Die zweite Methode ist sehr nahe an die technische Praxis angelehnt. Hierbei werden mehrere unabhängige Filtrationsexperimente bei variiertem aber jeweils konstantem Filtrationsdruck, ansonsten vergleichbaren Bedingungen sowie der Verwendung konventioneller Filtergewebe ausgeführt. Der Versuch wird jeweils nach wenigen Minuten abgebrochen, wenn kein Filtrat anfall mehr beobachtet werden kann. Die dadurch gewonnenen Daten stellen Punkte auf der Kapillardruck-Kurve dar, die dann durch eine geeignete mathematische Funktion approximiert werden kann.

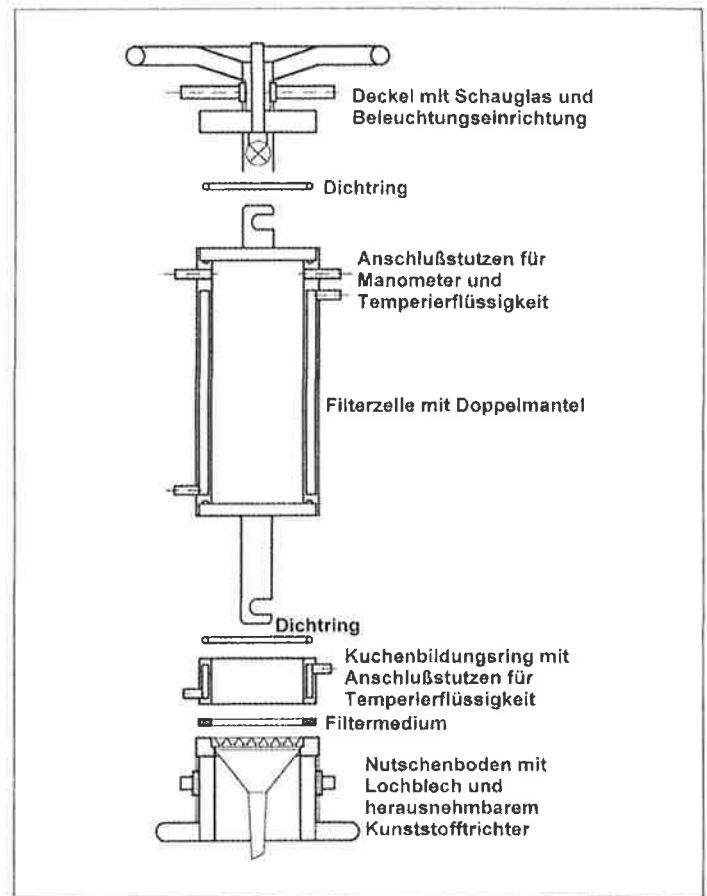


Abb. 5: Labordrucknutsche

Beide Methoden sollten einen weitestgehend identischen Verlauf aufweisen.

Es stellt sich die Frage nach dem Einfluss der Partikelgrößenverteilung auf den Verlauf der Kapillardruck-Kurve. Experimente mit stabil in Wasser dispergierten Kalksteinpartikelfractionen unterschiedlicher mittlerer Partikelgröße und Verteilungsbreite haben ergeben, dass sich alle gemessenen Kapillardruck-Kurven in einer einzigen Masterkurve zusammenfassen lassen [8], [9]. Hierfür erwies sich die auch aus der Darstellung von Partikelgrößenverteilungen bewährte Funktion nach RRSB (Rosin-Rammler-Sperling-Bennet) als brauchbar, welche durch drei physikalisch interpretierbare Parameter angepasst werden muss.

$$S_{\infty}^* = \frac{S_{\infty} - S_r}{1 - S_r} = 1 - \exp \left[- \left[\frac{\bar{p}_k}{p_k} \right]^{\frac{1}{\xi}} \right] \quad (8)$$

Sie können als Grenze der mechanischen Entfeuchtung S_r , mittlerer Kapillardruck \bar{p}_k und Porengrößenverteilungsindex ξ interpretiert werden. S_x stellt hier den für den jeweiligen Kapillardruck p_k gemessenen Sättigungsgrad im Gleichgewicht dar. Eine über erste Ansätze hinausgehende Untersuchung, in welcher Weise diese drei Parameter jeweils von der Partikelgrößenverteilung abhängen, steht noch aus. Abb. 6 zeigt das

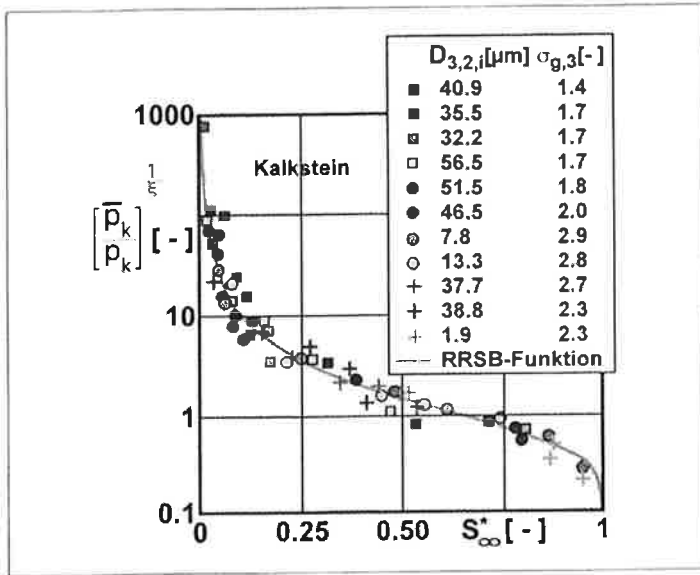


Abb. 6: Darstellung der Kapillardruck-Kurve als RRSB-Verteilungsfunktion (nach [9])

Ergebnis der oben erwähnten Kapillardruckmessungen an verschiedenen Kalksteinfraktionen, die sich im Sauterdurchmesser $D_{3,2,i}$ und in der geometrischen Varianz $\sigma_{g,3}$ unterscheiden.

2.3 Untersättigung inkompressibler Filterkuchen im Zentrifugalfeld

Bei der Zentrifugalfiltration, wie sie beispielsweise mit kontinuierlich arbeitenden Schub-, Siebschnecken- und Schwingzentrifugen oder mit diskontinuierlichen Schäl- und StülpfILTERZENTRIFUGEN betrieben wird, bleibt die Drehfrequenz während der Entfeuchtungsphase bis auf wenige Ausnahmen konstant. Der Siebkorb von Filterzentrifugen ist zylindrisch oder zum Teil zylindrisch/konisch bzw. konisch mit sich jeweils zum Produktaustritt erweiterndem Trommeldurchmesser. Dies erleichtert nicht nur den Produkttransport infolge der sich einstellenden Hangabtriebskomponente der

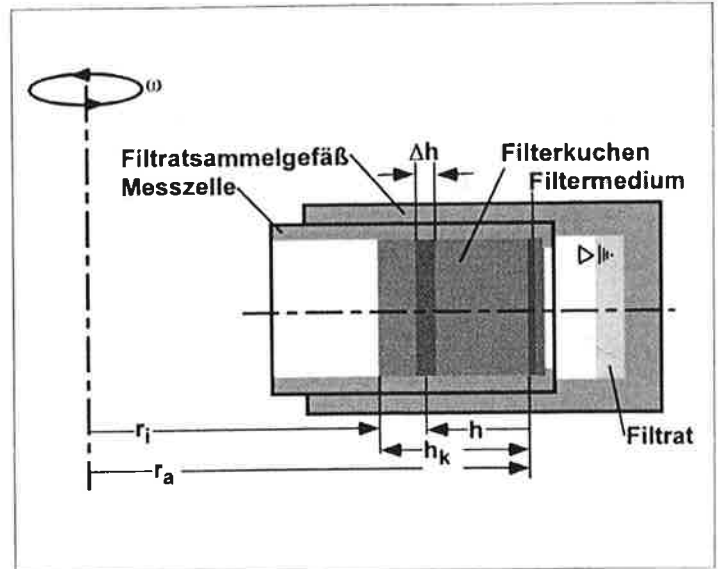


Abb. 7: Filtrationsbecher einer Laborzentrifuge

Zentrifugalkraft, sondern diese selbst wird durch die Radiusvergrößerung noch einmal erhöht. Die Zentrifugalbeschleunigung b_z hängt gemäß Gl. (9) vom Radius r und der Winkelgeschwindigkeit ω bzw. der Drehfrequenz n ab.

$$b_z(r) = r \cdot \omega^2 = r \cdot 4 \cdot \pi^2 \cdot n^2 \quad (9)$$

Abb. 7 zeigt für den Becher einer Laborfilterzentrifuge die zur Beschreibung des Filtrationsvorganges wesentlichen Parameter.

Gemäß Gl. (9) wächst die Zentrifugalbeschleunigung von der Kuchenoberfläche bei r_i bis zum weiter außen liegenden Filtermedium bei r_a an. Wenn die Schichtdicke h_k des Kuchens gegenüber dem Außenradius r_a klein ist, darf die sog. „Langarmnäherung“ mit einer mittleren konstanten Zentrifugalbeschleunigung $b_{z,m}$ angewendet werden.

$$b_{z,m} = r_m \cdot \omega^2 = \frac{(r_a + r_i)}{2} \cdot \omega^2 \quad (10)$$

Der Filtrationsdruck entsteht durch den hydrostatischen Druck der Flüssigkeitssäule h im Zentrifugalfeld, wobei die spez. Dichte des Gases ρ_g vernachlässigt wird.

$$\Delta p_z = (\rho_L - \rho_g) \cdot b_{z,m} \cdot h \approx \rho_L \cdot b_{z,m} \cdot h \quad (11)$$

Aus Abb. 8 wird deutlich, dass die weitestgehende Entfeuchtung an der Oberfläche des Kuchens bei $h=h_1$ stattfindet, weil dort die Länge der Flüssigkeitssäule h maximal ist.

Je weiter die Flüssigkeit aus den Poren des Kuchens verdrängt wird, desto kleiner wird h , desto kleiner wird der Zentrifugaldruck und desto weniger Poren können entfeuchtet werden. Der Filterkuchen weist also im Gegensatz zur Gasdruckentfeuchtung im Gleichgewicht einen Sättigungsgradienten über der Höhe auf.

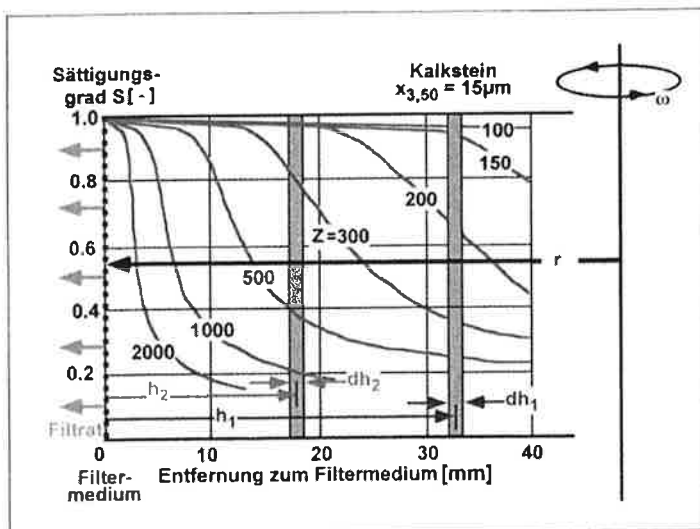


Abb. 8: Gleichgewichtsfeuchteprofile in Zentrifugenkuchen (nach [1])



Bei $h=h_{Si}$ (vgl. Gl.(2)) wird der kapillare Eintrittsdruck p_k nicht mehr überwunden und der Kuchen bleibt vollkommen gesättigt. Dies erlaubt die vergleichsweise schnelle und als „inkremental“ bezeichnete Messung der Kapillardruck-Kurve mit prinzipiell einem einzigen Experiment bei konstanter Drehfrequenz (vgl. [1]). Nach Erreichen des Gleichgewichtes muss der Kuchen zur Vermeidung von Flüssigkeitsmigration schnell entnommen und radial in dünne Scheiben zerschnitten werden. Jede Scheibe repräsentiert einen Punkt auf der Kapillardruck-Kurve $p_k(S)$.

Diese Methode ist vergleichsweise schnell und erlaubt es, die Kapillardruck-Kurve bestenfalls in einem einzigen Experiment zu ermitteln. Zur Sicherheit wird empfohlen, den Versuch bei mindestens einer weiteren Drehzahl zu wiederholen.

Die Kapillardruck-Kurve kann auch mittels der sog. „kumulativen“ Methode aus mehreren unabhängigen Experimenten bei variiertem Drehfrequenz und konstant gehaltener Kuchenhöhe bestimmt werden. Es wird jeweils der integral gemittelte Sättigungsgrad \bar{S} und der mit h_k berechnete Zentrifugaldruck bestimmt. Die auf diese Weise bestimmte „Kapillardruck-Kurve“ liegt oberhalb der wirklichen Kapillardruck-Kurve und gewährleistet wegen der Mittelung über den Sättigungsgradienten im Kuchen nicht mehr die eindeutige Zuordnung von Kapillardruck und Sättigungsgrad. Abb. 9 veranschaulicht, wie aus der im Zentrifugalexperiment gewonnenen Funktion $\bar{S}(p_{z,h_k})$ die wirkliche Kapillardruck-Kurve $S(p_k)$ konstruiert werden kann (vgl. [1]). An die Messkurve wird im Punkt C eine Tangente angelegt. Zum Punkt C gehören der Ordinatenwert A und der Abszissenwert D. Ein Parallelverschiebung der durch den Punkt C gehenden Tangente bis in den Punkt A führt zum Schnittpunkt B auf der Geraden CD. Der Punkt B stellt einen Punkt auf der wirklichen Kapillardruck-Kurve dar. Die zugehörige theoretische Ableitung dieser Methode findet sich in [1].

Kapillardruck-Kurven, die mittels Gasdifferenzdruck oder Zentrifugaldruck ermittelt wurden, sollten aus physikalischer Sicht bei gleicher Kuchenstruktur einen vergleichbaren Verlauf aufweisen. Dies ist leider oft nicht der Fall und deshalb sollten die analytischen Experimente mit der Technik vorgenommen werden, die für die Praxis vorgesehen ist.

In der Zentrifugentechnik ist es aus Gründen einfacher Handhabung gebräuchlich, integrale Gleichgewichtssättigungen als Funktion der Bond-Zahl Bo darzustellen. Diese entspricht einer mit der Zentrifugalkraft dimensionslos gemachten Kapillarkraft [9]. Der Filterkuchen wird hierzu als Bündel parallel in Richtung des Zentrifugalfeldes verlaufender kreiszylindrischer Kapillaren gleichen Durchmessers betrachtet. Die Porengrößenverteilung im Filterkuchen wird durch einen mittleren hydraulischen Porendurchmesser d_h beschrieben.

$$d_h = \sqrt{\frac{32}{\epsilon \cdot r_G}} \quad (12)$$

Er wird aus einer Kombination der Darcy-Gleichung zur Beschreibung der Durchströmung poröser Haufwerke mit der Hagen-Poiseuille-Gleichung zur Beschreibung der Rohrdurchströmung berechnet. Als Messgröße gehen der experimentell bestimmte spez. Filterkuchenwiderstand r_c (vgl. [7]) und die Kuchenporosität ϵ (vgl. Gl.(4)) in die Rechnung ein.

Die Bo -Zahl wird aus dem Verhältnis der mittleren Kapillarkraft F_k zur entgegenwirkenden und mit der Kuchenhöhe berechneten Gewichtskraft im Zentrifugalfeld F_z gebildet.

$$Bo = \frac{4 \cdot F_z}{F_k} = \frac{4 \cdot h_k}{h_{St}} = \frac{\rho_L \cdot g \cdot Z \cdot d_h \cdot h_k}{\gamma_L \cdot \cos \delta} \quad (13)$$

Diese Art der Auftragung von Messergebnissen ist nicht mehr unabhängig von der Kuchenhöhe. Die kapillare Steighöhe bleibt bei unterschiedlich dicken Kuchen konstant. Die integrale Feuchte des Kuchens verringert

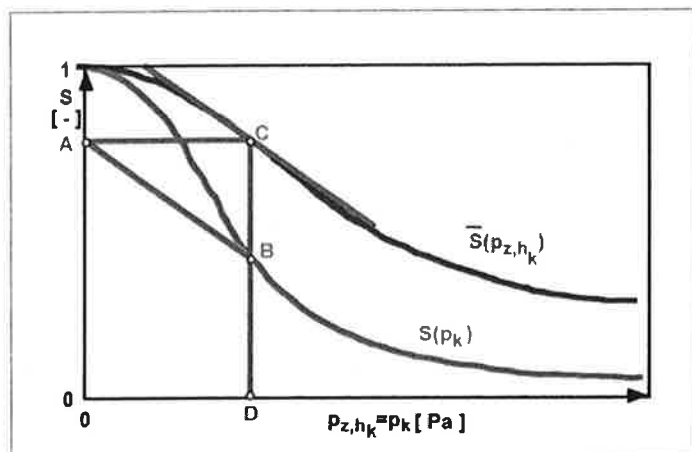


Abb. 9: Integrale Zentrifugenmethode und Kapillardruck-Kurve (nach [1])

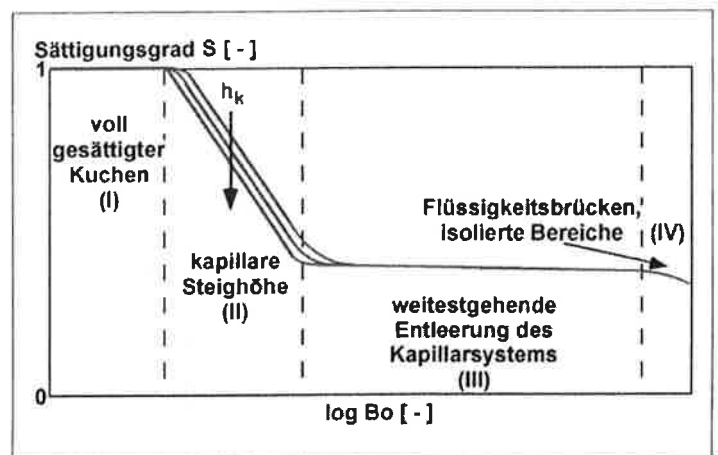


Abb. 10: Bond-Kurve

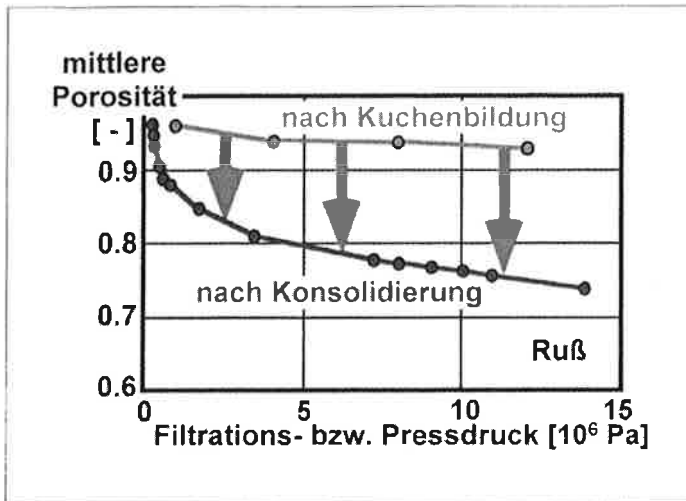


Abb. 11: Porosität vor und nach der Konsolidierung

sich aber mit steigender Kuchenhöhe, weil der Anteil des entfeuchteten Kuchenbereiches größer wird. Abb.10 zeigt die Darstellung der Bond-Kurve.

Im Bereich (I) bleibt der Kuchen voll gesättigt. Im abfallenden Bereich (II) der Bond-Kurve verbleibt eine jeweils zu größeren Bond-Zahlen hin immer kleinere kapillare Steighöhe im Kuchen. Bei konstanter Bo-Zahl nimmt die integrale Sättigung mit steigender Kuchendicke ab. Im Bereich (III) sind die hydraulisch miteinander verbundenen Poren des Kuchens weitestgehend entfeuchtet, die kapillare Steighöhe verschwindet und der Sättigungsgrad erreicht die mechanischen Grenze der Entfeuchtung. Bei sehr hohen Bo-Zahlen kann unter Umständen im Bereich (IV) noch ein kleiner Teil

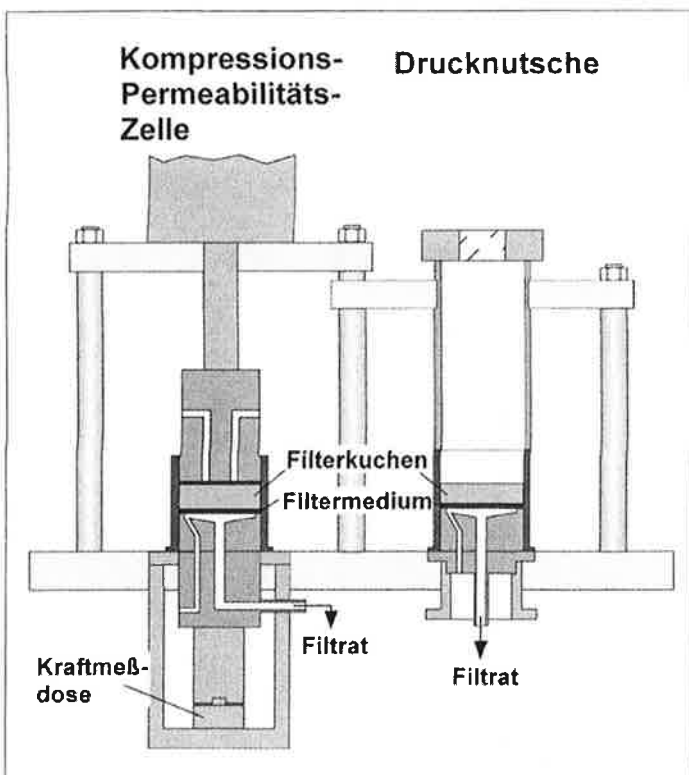


Abb. 12: CP-Zelle und Drucknutsche in Tandemanordnung

der an den Kontaktstellen der Partikeln durch hohe Kapillarkräfte sehr fest gebundenen Flüssigkeitsbrücken entfernt werden.

3. Konsolidierung kompressibler Filterkuchen durch Auspressen

Unterschreiten die abzutrennenden Partikeln eine Größe von ca. $10\mu\text{m}$ und überwiegen die anziehenden van der Waals Kräfte die abstoßenden elektrostatischen Partikelladungen, so agglomerieren die Feststoffe und es bilden sich kompressible Filterkuchenstrukturen aus. Derartige Suspensionen werden im Bereich der Kuchenfiltration gewöhnlich mit Pressfiltern, wie etwa diskontinuierlichen Kammer- und Membranfilterpressen oder kontinuierlichen Schnecken- und Doppelbandpressen getrennt. Die zur Kuchenbildung und Entfeuchtung (Konsolidierung) erforderliche Druckdifferenz wird entweder hydraulisch durch den Speisedruck der Suspensionspumpe oder mechanisch durch ein Presswerkzeug realisiert. Neben der einaxialen Verdichtung der Filterkuchen (Membranfilter-, Stempel- presse) kann durch Aufprägung einer Schubspannung τ eine zusätzliche Scherung der Kuchenstruktur erfolgen (Schnecken-, Doppelbandpressen). Die kann zu einer weitergehenden Kuchenkompaktierung führen. Eine Entfeuchtung des Filterkuchens findet in jedem Fall ausschließlich durch Verringerung des Porenvolumens und nicht durch Untersättigung statt. Aus diesem Grunde ist die Quantifizierung der im Kuchen verbleibenden Flüssigkeit durch den Sättigungsgrad S (vgl. Gl.(3)) hier nicht sinnvoll. Restfeuchte RF (vgl. Gl.(6)), Trockensubstanz (vgl. Gl.(7)) und insbesondere die Flüssigkeitsbelastung θ (vgl. Gl.(5)) können dagegen genutzt werden.

Nach der Filterkuchenbildung weisen kompressible Haufwerke einen starken Porositätsgradienten über der Höhe auf. Die Porosität am Filtermedium entspricht bereits näherungsweise dem Konsolidierungsgleichgewicht für den anliegenden Pressdruck, wohingegen die Kuchenoberseite deutlich lockerer aufgebaut ist. Wie aus Abb. 11 hervorgeht, unterscheidet sich die über das gesamte Kuchenvolumen gemittelte Porosität für unterschiedlichen Filtrations- und Pressdruck direkt nach der Kuchenbildung nur relativ wenig.

Ein deutlicher Unterschied in der Kuchenporosität ergibt sich für variierten Pressdruck erst im Konsolidierungsgleichgewicht, wenn die Kuchenstruktur homogen und die Porosität minimal ist [11]. Diese druckabhängige Funktion der Gleichgewichtsporosität wird gewöhnlich durch einen Exponentialansatz approximiert, dessen Exponent G ein Maß für die Kompressibilität des Filterkuchens darstellt [12].

$$(1 - \varepsilon) = (1 - \varepsilon_0) \cdot \left[1 + \frac{\Delta p}{\Delta p_0} \right]^G \quad (14)$$

Mit der Porosität verändert sich bei kompressiblen Filterkuchen gleichzeitig deren Durchströmungswiderstand α . Dieser wird labortechnisch mit einer sog. „CP-Zelle“ (CP = Compressibility Permeability) gewöhnlich parallel zur Porosität gemessen.

Abb. 12 zeigt eine derartige CP-Zelle in Tandemanordnung mit einer für die Gasdruckfiltration zu nutzenden Drucknutzschle [13].

Ein mit Gasdifferenzdruck gebildeter Kuchen kann anschließend in der CP-Zelle konsolidiert werden. In der CP-Zelle wird der Filterkuchen zwischen zwei porösen Platten konsolidiert und kann zur Bestimmung des Widerstandes durchströmt werden. Die Messzelle ist auf einer Kraftmessdose schwimmend angeordnet, um die tatsächliche Druckbelastung des Kuchens zu messen, denn der tatsächliche Pressdruck wird durch Wandreibung vermindert.

Wie bereits weiter oben erwähnt wurde, können Abweichungen vom Ergebnis einer rein axialen Verdichtung durch überlagerte weitere Beanspruchungen der Kuchenstruktur auftreten. Hierzu liegen bisher noch keine systematischen Untersuchungen vor. Aber auch wenn die rein axiale Beanspruchung eines Filterkuchens betrachtet wird, können gemäß Abb. 13 unterschiedliche Mechanismen der Konsolidierung identifiziert werden, die von den jeweiligen Partikeleigenschaften und dem Betrag des anliegenden Pressdruckes abhängen [14].

Im Bereich (1) bei geringer Verdichtung besitzen die Partikeln noch eine relativ große Beweglichkeit und können sich leicht umlagern. Im Bereich (2) werden bereits Strukturen zerstört, die sich vorher unter der Wirkung von Haftkräften gebildet hatten. Im Bereich (3) sind die angreifenden Kräfte so hoch, dass die Partikeln selbst infolge von Kornbruch zerstört werden. Die unterbrochenen Linien deuten an, dass der jeweilige Funktionsverlauf materialabhängig variieren kann.

4. Kombinierte Konsolidierung und Untersättigung von Filterkuchen-Schrumpfung

Neben der ausschließlichen Untersättigung inkompressibler und der Konsolidierung kompressibler Filterkuchen existiert ein breiter Zwischenbereich im Anwendungsgebiet von Vakuum- und Gasüberdruckfiltern, in welchem mäßig kompressible Filterkuchen entsprechend beider Mechanismen entfeuchtet werden. Auch für diskontinuierliche Filterzentrifugen und Sedimente auf dem konischen Trommelteil von Vollmantelschneckenzentrifugen (Dekantern) ist dieser Fall relevant. Diese Haufwerke sind einerseits kompressibel

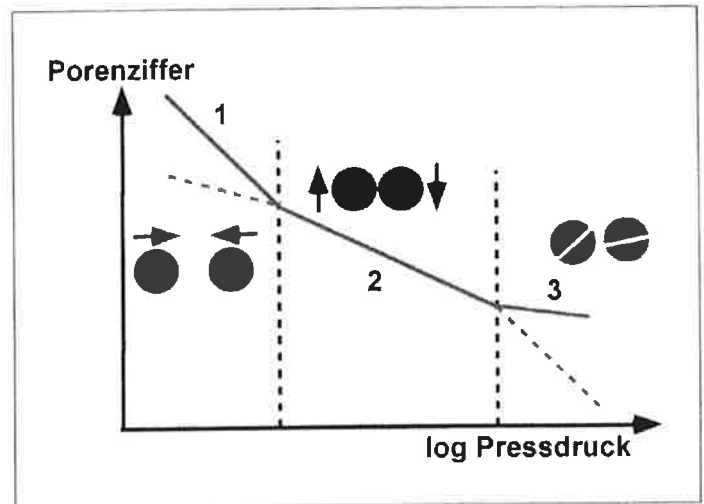


Abb. 13: Konsolidierungsmechanismen (nach [14])

und andererseits wird der kapillare Eintrittsdruck überschritten. Weil sie eine Grenzfläche zur umgebenden gasförmigen Atmosphäre haben, wirkt diese so lange als gasundurchlässige „Pressmembran“, wie der kapillare Eintrittsdruck nicht überwunden wird. Die Konsolidierung manifestiert sich in Form einer Schrumpfung des Kuchens. Die dabei entstehenden Zugspannungen in der Kuchenstruktur werden abgebaut, wenn sich die Partikeln in der Haufwerksstruktur umlagern können. Dies ist am Beginn der Entfeuchtung und hoher Porosität an der Kuchenoberfläche noch leicht möglich. Mit fortschreitendem Flüssigkeitsentzug und insbesondere bei Untersättigung steigt der innere Verformungswiderstand des Kuchens allerdings schnell und stark an. Bei Untersättigung steigt im Anfangsbereich der Entfeuchtung auch die Zugfestigkeit des Filterkuchens steil an. Wenn in dieser Phase der Entfeuchtung örtlich eine kritische Spannung im Kuchengerüst überschritten wird, bilden sich die in der Filtertechnik gefürchteten Schrumpfrisse. Die vom jeweils anliegenden Druck abhängige Gleichgewichtsfeuchte kann durch die in Kapitel 2.2 beschriebenen Methoden zur Messung der Kapillardruck-Kurve bestimmt werden.

Alternativ zur mechanischen Methode des Flüssigkeitsentzuges durch schrittweise Erhöhung des Gasdifferenzdruckes konnte gezeigt werden, dass sich durch schonende thermische Trocknung praktisch identische Kurvenverläufe ergeben [14].

Der sich im Gleichgewicht einstellende Zusammenhang zwischen Konsolidierung und Untersättigung kann gemäß der qualitativ in Abb. 14 wiedergegebenen Weise erfolgen, wobei hier keine Angaben zum Kapillardruck eingehen.

Hier wird die Porenziffer e über der Volumen- oder Flüssigkeitsbeladung θ aufgetragen. So lange ausschließlich konsolidiert wird, entspricht jede Reduzierung der

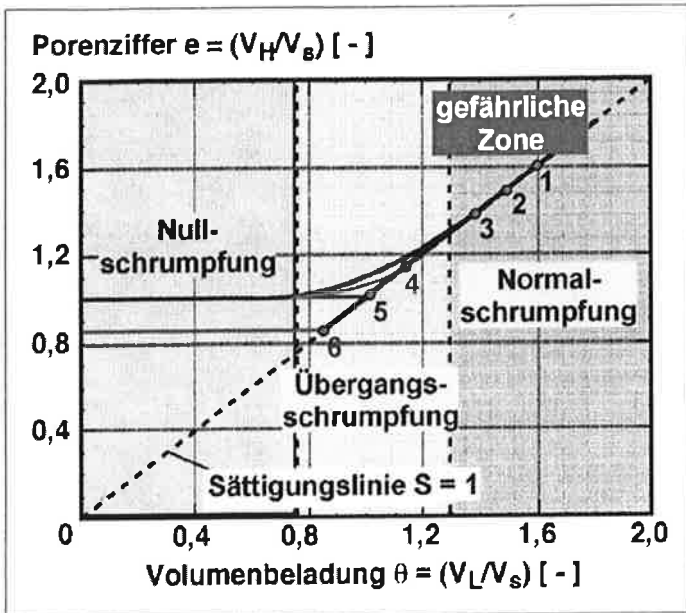


Abb.14: Konsolidierung und Untersättigung im Schumpfdiagramm (nach [14])

Flüssigkeitsbeladung einer äquivalenten Reduktion des Porenvolumens und die Werte liegen alle auf einer Ursprungsgeraden, welche den Sättigungsgrad $S=1$ darstellt. Sobald die Messpunkte nach oben von der Geraden abweichen, wird der kapillare Eintrittsdruck überschritten und der Kuchen wird gleichzeitig konsolidiert und untersättigt. Im als „gefährlich“ gekennzeichneten Bereich können Schrumpfrisse im Filterkuchen auftreten. Schließlich geht die Kurve zu niedrigen Flüssigkeitsgehalten hin in eine horizontale Gerade über. Dies bedeutet, dass dem dann inkompressiblen Kuchen dann Flüssigkeit nur noch durch Verdrängung mit Gas entzogen wird. Das in Abb. 14 wiedergegebene Diagramm ist in seiner ursprünglichen Form für bis zum Gleichgewicht konsolidierte Filterkuchen ermittelt worden, die anschließend thermisch getrocknet wurden. Die Zahlen von 1 bis 6 kennzeichnen einen jeweils höheren Pressdruck bei einer Vorkonsolidierung der Filterkuchen. Beim Pressdruck „5“ hat der Kuchen z.B. durch die Vorkonsolidierung schon die Schrumpfgrenze erreicht, so dass er anschließend nur noch untersättigt wird. Ein apparatives Beispiel für die kombinierte Pressung und anschließende Gasdruckuntersättigung ist die Membranfilterpresse. Die Gefahr einer Schrumpfrissbildung ist gegeben, wenn die Untersättigung vor einer ausreichenden Stabilisierung der Kuchenstruktur beginnt.

Konsolidierung und Untersättigung beeinflussen sich hierbei gegenseitig. Zur Zeit liegen hierzu leider noch keine detaillierten Daten vor. Unter dem Gesichtspunkt einer optimalen Übertragbarkeit der Messergebnisse

aus dem Labor auf ein Gasdruckfilter wäre aber zu empfehlen, den technischen Vorgang im Labor möglichst ähnlich zu gestalten. Dies bedeutet, dass der Gasdifferenzdruck für Kuchenbildung und -entfeuchtung für jedes Experiment konstant gehalten werden sollte.

5. Zusammenfassung

Die sich bei einer mechanischen Entfeuchtung von Filterkuchen im Gleichgewicht der Kräfte einstellende minimale Restfeuchte hängt neben den Eigenschaften des Filterkuchens und der Größe der angreifenden Kräfte vom angewendeten Verfahren ab. Mit mechanischen Verfahren ist es prinzipiell nicht möglich, einen vollständig trockenen Feststoff zu erzeugen. Die Vielfalt der Randbedingungen, die bei einer mechanischen Entfeuchtung von Filterkuchen vorliegen können, spiegelt sich in unterschiedlichen Messmethoden und Darstellungsweisen der Messergebnisse wieder. Diese sind nur mit Einschränkungen vergleich- oder übertragbar. Die Sicherheit für eine erfolgreiche Vorhersage von im technischen Maßstab erzielbaren Entfeuchtungsergebnissen steigt in dem Maße, in welchem sich das Messverfahren im Labor am technischen Verfahren orientiert. Derzeit existieren noch keine allgemeinen Richtlinien für die Erfassung der Entfeuchtung von Filterkuchen und zu einigen grundlegenden Fragen sind noch keine abgesicherten Antworten verfügbar.

6. Formelzeichen

Lateinische Formelzeichen

b	$[m \cdot sek^{-2}]$	Beschleunigung
Bo	$[-]$	Bond-Zahl
d	$[m]$	Porendurchmesser
D	$[m]$	Sauterdurchmesser
g	$[m \cdot sek^{-2}]$	Erdbeschleunigung
G, N	$[-]$	Anpassungsparameter
m	$[kg]$	Masse
n	$[sek^{-1}]$	Drehfrequenz
p	$[Pa]$	Druck
r, R	$[m]$	Radius
r	$[m^2]$	spez. Filterwiderstand
RF	$[-]$	Restfeuchte
S	$[-]$	Sättigungsgrad
TS	$[-]$	Trockensubstanz
V	$[m^3]$	Volumen
x	$[m]$	Partikeldurchmesser
Z	$[-]$	Zentrifugalfaktor



Griechische Formelzeichen

α	$[m \cdot kg^{-1}]$	spez. Filterwiderstand
γ	$[N \cdot m^{-1}]$	Grenzflächenspannung
δ	$[rad]$	Benetzungsrandwinkel
Δ	$[-]$	Differenz
ε	$[-]$	Porosität
η	$[Pa \cdot sek]$	dyn. Viskosität
θ	$[-]$	Flüssigkeitsbeladung
ρ	$[kg \cdot m^{-3}]$	spez. Dichte
σ	$[-]$	Varianz
τ	$[N \cdot m^{-2}]$	Schubspannung
ξ	$[-]$	Porengrößenindex
ω	$[rad \cdot sek^{-1}]$	Winkelgeschwindigkeit

Indizes

a, i	außen, innen
c, k	Kuchen
g	Gas
g	geometrisch
ges	Gesamt
h	hydraulisch
k	kapillar
ke	kapillarer Eintritt
L	Flüssigkeit
m	mittel
r	remanent
s	Feststoff
St	Steighöhe
z	zentrifugal
0	Bezugswert
∞	Gleichgewicht

Literatur

- [1] H. Schubert, Kapillarität in porösen Feststoffsystemen, Springer-Verlag, Berlin 1982
- [2] H. Anlauf, Chem.-Ing.-Tech. 1996, 68 (11), 1476-1479
- [3] DIN ISO 4003, Beuth Verlag, Berlin
- [4] A. Jena, K. Gupta, Fluid/Particle Separation Journal 2002, 14 (3), 227-241
- [5] H. Juntgen, M. Schwuger, Chem.-Ing.-Tech. 1966, 38 (12), 1271-1278
- [6] M. Stiehs, in: Mechanische Verfahrenstechnik – Partikeltechnologie 1 (Editor: M. Stiehs), Springer Verlag, Berlin 2009, 498
- [7] VDI-Richtlinie 2762, Blatt 2, Beuth Verlag, Berlin
- [8] J.A. Sorrentino, Advances in correlating filter cake properties with particle collective characteristics, Shaker Verlag, Aachen 2002
- [9] H. Anlauf, J.A. Sorrentino, Chemie Ingenieur Technik 2003, 75 (9), 1254-1258
- [10] G.Ph. Mayer, Die Beschreibung des Entfeuchtungsverhaltens von körnigen Haufwerken im Fliehkraftfeld, Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) 1986
- [11] C. Alles, Prozessstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen, Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) 2000
- [12] F.M. Tiller, N.B. Hsyung, Water Science and Technology 1993, 28 (1), 1-9
- [13] C. Alles, H. Anlauf, F & S Filtrieren und Separieren 1998, 12 (5), 220-222
- [14] Th. Wiedemann, Das Schrumpfungs- und Rissbildungsverhalten von Filterkuchen, VDI-Verlag, Düsseldorf 1996
- [15] H. Anlauf, Entfeuchtung von Filterkuchen bei der Vakuum-, Druck- und Druck/Vakuumfiltration, VDI-Verlag, Düsseldorf 1986

Dr.-Ing. Harald Anlauf

Karlsruher Institut für Technologie (KIT)
 Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und
 Mechanik (MVM)
 Straße am Forum 8, D-76131 Karlsruhe
 harald.anlauf@kit.edu.de