

Darstellungen zur Entfeuchtung von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen

zur Erlangung des akademischen Grades eines
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)

der Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik des
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte

DISSERTATION

von

Dipl.-Ing. Sarah Illies, geb. Strubel

aus Leonberg

Referent: Prof. Dr.-Ing. habil. Hermann Nirschl

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Siegfried Ripperger

Tag der mündlichen Prüfung: 28.07.2017

Danksagung

Diese Dissertation entstand im Rahmen meiner Zeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT). Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Hermann Nirschl. Sie ließen mir Freiheit in der Ausgestaltung meiner Arbeit und standen dabei doch jederzeit für Diskussionen zur Verfügung. Herrn Prof. Dr.-Ing. Siegfried Ripperger danke ich für die freundliche Übernahme des Korreferats und das damit verbundene Interesse an meiner Arbeit.

Herrn Dr.-Ing. Harald Anlauf sei für die stete Unterstützung durch fachliche Diskussion und bei der Entwicklung und kritischen Bewertung neuer Ideen herzlich gedankt.

Während meiner Arbeit am Institut erfuhr ich auch von zahlreichen externen Stellen Unterstützung, sei es durch fachliche Diskussion, Hilfestellung bei mir unbekanntem Themen oder durch Bereitstellung von Sachmitteln. Dafür danke ich Herrn Egon Ehrfeld (BOKELA GmbH Karlsruhe), Herrn Martin Schäfer (BHS Sonthofen), Frau Dr.-Ing. Anna Osberghaus (ehemals Lehrstuhl für Molekulare Aufarbeitung von Bioprodukten, KIT) sowie Herrn Peter Krause (Wolftechnik Filtersysteme GmbH & Co.KG). Frau Hannah Schickl (Berlin-Brandenburgische Akademie der Wissenschaften/Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg) danke ich herzlich für die Korrektur der schriftlichen Fassung.

Mein besonderer Dank gilt auch den Studierenden, die zu meinen Forschungstätigkeiten beigetragen haben. Namentlich sind dies Jonas Rogalla, Matthias Jaensch, Regina Nany Hanadi, Felix Deibel, Matthias Augenstein, Robert Schmitt, Eugenie Tinou, Martin Thutewohl, Caroline Papenhagen, Rebecca Reck, Julian Pfänder und Timo Döbler.

Meiner Familie danke ich für die bedingungslose Unterstützung und den Rückhalt während meines gesamten Werdegangs.

Lieber Basti, eine Dissertation ist hart, zwei auf einmal sind nahe an der Grenze zum Wahnsinn. Allen Rückschlägen zum Trotz haben wir es geschafft. Ich freue mich sehr auf ein normales Leben mit dir und Magdalena!

Hanau, im Juli 2017

Sarah Illies

Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit ist im Gebiet der kuchenbildenden Filtration angesiedelt und widmet sich im Speziellen den Vorgängen bei der Entfeuchtung kompressibler Filterkuchen. Die untersuchten Fragestellungen bewegen sich im Spannungsfeld zwischen Untersättigung, Rissbildung und Verdichtung von kompressiblen Filterkuchen und befassen sich mit der Beeinflussbarkeit der einzelnen Aspekte, sowie ihrer möglichen Wechselwirkungen. Rissbildung ist ein häufig während der Untersättigung von kompressiblen Filterkuchen auftretendes Phänomen und wirkt sich äußerst nachteilig auf den Fest-Flüssig-Trennschritt aus. Die zum Verhindern von Rissbildung eingesetzte Verdichtung wirft allerdings weitere Fragestellungen auf. So ist denkbar, dass diese Maßnahme den sich anschließenden Prozessschritt der Untersättigung stark negativ beeinträchtigt. Darüber hinaus ist die derzeit übliche Verdichtung mittels Pressdruck aufgrund von Einschränkungen in der Festigkeit der mechanischen Komponenten nicht auf allen Apparatetypen ohne weiteres anwendbar.

Anhand eines Modellsystems erfolgte zunächst die Untersuchung des Schrumpfungs- und Rissbildungsverhalten von Filterkuchen im unkonsolidierten Zustand, direkt nach Abschluss der Filterkuchenbildung. Hierbei ergaben sich mehrere Analogien zu in der Literatur beschriebenen Beobachtungen zur Rissbildung bei thermischer Trocknung. Im Einzelnen waren dies der Rissauftritt bei nahezu vollständiger Sättigung, eine der Rissbildung vorangehende Höhenschrumpfung, sowie die räumliche Anisotropie des Schrumpfungsverhaltens. Mit Gedanken an eine Verdichtung des Filterkuchens eröffnet letztgenannte Beobachtung interessante Perspektiven, die an späterer Stelle genauer diskutiert werden sollen. Zudem wurde das sogenannte „Aufschüsseln“ des Filterkuchens – die Ablösung des Filterkuchens vom Filtermedium infolge der unterschiedlich starken Schrumpfung an Kuchenoberfläche und -unterseite – experimentell nachgewiesen. Im Hinblick auf die Beeinflussung der Untersättigung durch das Auftreten von Rissen stellt dieses Phänomen einen möglichen Erklärungsansatz dar.

Die Verdichtung eines Filterkuchens führt zu einer Änderung der charakteristischen Filterkucheneigenschaften. Diese Maßnahme darf daher nicht ausschließlich in Hinblick auf die Verhinderung der Rissbildung betrachtet werden. Vielmehr gilt es, den Einfluss der Verdichtung auf den Fest-Flüssig-Trennprozess als Ganzes zu berücksichtigen. Wird durch die Verdichtung Rissbildung zwar verhindert, die sich anschließende Untersättigung jedoch infolgedessen verschlechtert, so stellt dies insgesamt kein zufriedenstellendes Ergebnis dar. Im Rahmen dieser Arbeit wurde daher der Einfluss der Verdichtung

auf Porengrößenverteilung und Widerstand experimentell untersucht und mit dem tatsächlichen Untersättigungsverhalten des Filterkuchens abgeglichen. Die Bestimmung der charakteristischen Filterkucheneigenschaften ließ eine Verlangsamung des Untersättigungsverlaufs infolge der Verdichtung vermuten. Tatsächlich stellte sich heraus, dass die Untersättigung der verdichteten Filterkuchen schneller verlief, als die der unverdichteten, bei denen es zu Beginn der Untersättigung zur Rissbildung kam. Dies zeigt einerseits, dass die Rissbildung einen negativen Einfluss auf den Untersättigungsverlauf ausübt. Die wahrscheinlichste Erklärung stellt dabei die Ablösung des Filterkuchens vom Filtermedium infolge des bereits beschriebenen „Aufschüsseln“ dar. Andererseits lässt sich schlussfolgern, dass die Verdichtung des Filterkuchens eine anzurathende Maßnahme zur Verhinderung der Rissbildung darstellt.

Zur Verdichtung des Filterkuchens wurde anschließend ein alternatives Verfahren entwickelt und untersucht. Bei der sogenannten Verdichtung mittels oszillierender Scherung wird der Filterkuchen mit geringem Pressdruck beaufschlagt und gleichzeitig zyklisch geschert. Aufgrund des bereits erwähnten anisotropen Filterkuchenaufbaus ist davon auszugehen, dass durch Änderung der Krafteintragsrichtung eine weitergehende Verdichtung möglich ist. Eine Beschreibung der Verdichtung unter Kombination von Kompression und oszillierender Scherung ist im Bereich der Fest-Flüssig-Trennung derzeit nicht bekannt. Die vorliegende Arbeit präsentiert die ersten experimentellen Ergebnisse zur Anwendung dieses Verdichtungsprinzips. Eine Parameterstudie unter Variation der überlagerten Druckdifferenz, der Schwingungsfrequenz und Scherlänge sowie der Verdichtungszeit ergab, dass die Verdichtungskinetik bei oszillierender Scherung durch ein abnehmendes Exponentialgesetz zu beschreiben ist. Tendenziell sind mit steigender Frequenz höhere Grade der Verdichtung zu erzielen. Jedoch zeigte sich, abhängig vom Versuchsmaterial, eine mehr oder weniger stark ausgeprägte Wechselwirkung mit der überlagerten Druckdifferenz. Im Vergleich zur Verdichtung durch reinen Pressdruck konnten vergleichbare Grade der Verdichtung bei wesentlich geringeren Werten des Pressdrucks erzielt werden. In Hinblick auf die experimentell erzielten Werte scheint das Verdichtungsverfahren für gering kompressible Systeme einen größeren Vorteil gegenüber der reinen Pressung zu bieten, als für Systeme höherer Kompressibilität. Möglicherweise wirkt sich die Drainagegeschwindigkeit des zu verdrängenden Filtrats limitierend auf die Verdichtung aus.

Die Berechnung der für die Verdichtung erforderlichen Prozesszeit kennzeichnete das Verfahren als geeignet für den Einsatz an Apparaten zur kontinuierlichen kuchenbildenden Filtration. Eine Abschätzung ergab darüber hinaus, dass bei hohen Verdichtungs-frequenzen der Zeitbedarf für die Verdichtung im Vergleich zu niedrigen Verdichtungs-frequenzen sinkt, der Energiebedarf jedoch signifikant steigt.

Die Berechnung des zur Verdichtung mittels oszillierender Scherung erforderlichen Energieeintrags erfolgte durch Superposition von aufzubringender kinetischer Energie und zu leistender Verdrängungsarbeit. Bis auf wenige Ausnahmen macht erstgenannte den Hauptanteil an der zur Verdichtung nötigen Gesamtenergie aus. Da die Energie zur Schwingungserzeugung mit Annäherung an die Verdichtungsgrenze divergiert, sind Verdichtungszustände nahe dieser nur unter hohem Energieeinsatz zu realisieren. Im Vergleich zur Entfeuchtung mittels thermischer Trocknung liegt der Energiebedarf für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung um den Faktor $10^3 - 10^4$ niedriger. Die Betrachtung der jeweils zur Verdichtung erforderlichen Energie für diskrete Zustände der Verdichtung ergab, dass sich der Energiebedarf bei reiner Pressung und beim überlagerten Verfahren in der gleichen Größenordnung bewegt. Allgemein formuliert ist die Verdichtung mittels oszillierender Scherung bei niedrigen Frequenzen energetisch günstiger als die reine Pressung, wohingegen sie bei hohen Frequenzen einen höheren Energieeinsatz erfordert.

Die Verdichtung mittels oszillierender Scherung ermöglichte eine beträchtliche Reduktion des Rissanteils im Filterkuchen. Zudem wurde eine Änderung der Charakteristik des Rissmusters von isotrop zu leiterartig beobachtet. Der Schwingungseintrag führt vermutlich zu einer Strukturierung des Filterkuchens. Ähnliche Phänomene sind aus dem Bereich der Trocknungstechnik als sogenannter „memory effect“ bekannt. Die Reduktion der Rissbildung korreliert mit dem Verdichtungszustand des Filterkuchens vor der Gasdifferenzdruckentfeuchtung. Eine vollständige Verhinderung der Rissbildung war für das untersuchte Modellsystem allerdings nicht möglich. Dies könnte in Unzulänglichkeiten der Versuchsanlage begründet liegen. Während der Verdichtung kommt es oftmals zu Beschädigungen der Filterkuchenoberfläche, die im anschließenden Entfeuchtungsschritt dann wiederum das Auftreten von Rissen begünstigen.

Summary

The present work is based in the field of cake filtration and is particularly concerned with dewatering of compressible filter cakes. Filter cake cracking is a phenomenon often occurring during dewatering of compressible filter cakes and has an extremely detrimental effect on the filtration process. Crack formation can be avoided by compacting the filter cake prior to desaturation. The processes of filter cake cracking, desaturation and compaction are thus the focal points of the investigations.

The shrinkage and cracking behavior of a filter cake in the unconsolidated state was investigated. Several analogies to observations in crack formation during thermal drying were found. In detail, this was the occurrence of cracks in the fully saturated state, height shrinkage preceding crack formation, as well as spatial anisotropy of the shrinkage behavior. The latter observation opens up interesting perspectives regarding compaction, which will be discussed in more detail later. Additionally, the detachment of the filter cake from the filter medium as a result of the varying shrinkage rate over filter cake height was demonstrated experimentally. With regards to a possible influence of cracking on the dewatering behavior, this observation presents a possible explanation.

Compaction of a filter cake leads to a change in its characteristic properties. While filter cake cracking might indeed be avoided, there are also potential negative effects on desaturation kinetics that must be considered. Therefore it was investigated how pore size distribution and flow resistance of the filter cake change with compaction. The results suggested a slowdown of filter cake desaturation with compaction. However, determination of the actual dewatering kinetics showed that for the case where cracking could be oppressed, dewatering kinetics of the consolidated cake were actually faster than for the non-consolidated cake. This confirms that cracking negatively influences dewatering kinetics, possibly due to the already mentioned filter cake detachment. Thus compaction is an appropriate action for preventing filter cake cracking.

The present work proposes a new method for filter cake compaction by applying oscillatory shear superimposed with normal pressure. The filter cake is subjected to low compressive pressure and simultaneously sheared cyclically. With regards to the already mentioned anisotropic filter cake structure, it is assumed that further compaction is possible by changing the direction of the applied force. In the field of solid-liquid-separation, there is currently no description compaction by combination of compression and oscillatory shear. The present work presents the first experimental results on the application of this method. A parameter study under variation of the superimposed

pressure difference, oscillation frequency and shear length as well as the oscillation time showed that compaction kinetics follows a decreasing exponential law. In general, the higher the frequency, the higher the degree of compaction achieved. However, depending on the particle system, a more or less pronounced interdependency between superimposed pressure difference and frequency was found. Compared to compaction by compressive pressure only, comparable degrees of compaction could be achieved. By adding oscillatory shear, a significant reduction of the compaction pressure necessary to obtain a certain degree of compaction could be achieved. Compaction by oscillatory shear seems to be advantageous especially for weakly compressible materials. Possibly, for materials of higher compressibility, the drainage of the filtrate to be displaced has a limiting effect on compaction.

Calculation of the time required for compaction indicated that compaction can be accomplished within a technically relevant time frame. By additionally estimating the energy necessary for compaction it was found that compaction at high frequencies is fast but requires significantly more energy than compaction at low frequencies.

The calculation of the energy input required for compaction by oscillatory shear was carried out by superposition of kinetic energy and displacement work. Except for a few exceptions, the former accounts for the main share of the total energy required for compaction. Since the energy for oscillation generation diverges as it approaches the compaction limit, states near this limit can only be achieved with high energy consumption. Compared to dewatering by thermal drying, the energy requirement for compaction by oscillatory shear is lower by a factor of $10^3 - 10^4$. Compared with compaction by compressive pressure only, it was found that the energy requirement is of the same order of magnitude. As a general rule, compaction by oscillatory shear at low frequencies is energetically more favorable than pure compression, whereas at high frequencies it requires a higher energy input.

Through compaction by oscillatory shear, it was possible to significantly reduce filter cake cracking. In addition, a change in the characteristics of the crack pattern from isotropic to ladder-like was observed. Shearing the filter cake presumably leads to the formation of an internal structure. Similar phenomena are known from the field of drying technology, the so-called "memory effect". The reduction in filter cake cracking correlates with the degree of compaction of the filter cake prior to desaturation. However, a complete prevention of the crack formation was not possible for the investigated model system. This could be due to inadequacies of the experimental apparatus.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Motivation	1
1.2	Zielsetzung der Arbeit.....	3
2	Theoretische Grundlagen und Stand der Wissenschaft.....	5
2.1	Kuchenbildende Filtration	5
2.1.1	Filterkuchenbildung für den Fall inkompressibler Haufwerke.....	5
2.1.2	Kompressible Filterkuchen und Filterkuchenentfeuchtung durch Verdichten	7
2.1.3	Filterkuchenentfeuchtung durch Gasdifferenzdruck.....	10
2.2	Rissbildung bei der Entfeuchtung partikulärer Systeme.....	13
2.3	Superposition von Kompression und Scherung zur Verdichtung gesättigter partikulärer Systeme.....	19
3	Experimentelle Methoden und Apparaturen.....	23
3.1	Definition und Bestimmung typischer Werte zur Charakterisierung von Filterkuchen.....	23
3.2	Materialien und Methoden zur kuchenbildenden Filtration	25
3.2.1	Verwendete Filtermedien.....	25
3.2.2	Drucknutsche	26
3.2.3	Kompressions-Permeabilitäts Zelle (CP Zelle)	29
3.2.4	Vakuumfiltereinheit	31
3.2.5	Druckbehälter zur Überdruckentfeuchtung	32
3.3	Untersuchung des Schrumpfungs- und Rissbildungsverhaltens	32
3.4	Verdichtung mittels oszillierender Scherung: Experimenteller Aufbau und Versuchsführung.....	33
4	Charakterisierung der verwendeten Modellsysteme	37
4.1	Charakterisierung von Partikelsystem und Suspension	38
4.2	Filtrations- und Verdichtungsverhalten der verwendeten Modellsysteme	40
5	Rissbildungsverhalten unkonsolidierter Filterkuchen.....	43
6	Einfluss der Konsolidierung von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen auf deren Untersättigungsverlauf.....	49

6.1	Einfluss von Konsolidierung und Verdichtung auf charakteristische Filterkucheneigenschaften	50
6.2	Experimentell bestimmte Untersättigungskinetik von Filterkuchen bei auftretender Rissbildung	55
7	Filterkuchenverdichtung mittels oszillierender Scherung	63
7.1	Parameterstudie zur Verdichtung von Filterkuchen mittels oszillierender Scherung.....	63
7.2	Vergleich des erzielten Verdichtungsgrads bei oszillierender Scherung und bei reiner Pressung.....	73
7.3	Vorüberlegungen zur Bilanzierung der Verdichtungsenergie und zum Scale-Up.....	77
7.4	Bilanzierung des Energiebedarfs	81
7.4.1	Berechnung des Energiebedarfs für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung.....	81
7.4.2	Vergleich des Energiebedarfs für die Restfeuchtereduktion durch thermische Trocknung und durch den Einsatz von oszillierender Scherung	85
7.4.3	Vergleich des Energiebedarfs für die Restfeuchtereduktion durch Pressung und durch den Einsatz der oszillierenden Scherung	88
7.4.4	Abschließende Bemerkungen zur Bilanzierung des Energiebedarfs	91
7.5	Einfluss der Verdichtung mittels oszillierender Scherung auf das Rissbildungsverhalten	92
8	Schlussfolgerungen und weiterführende Überlegungen	101
A.	Anhang.....	105
	Abbildungsverzeichnis	111
	Tabellenverzeichnis	119
	Symbol- und Abkürzungsverzeichnis	121
	Lateinische Symbole	121
	Griechische Symbole	123
	Abkürzungen	124
	Literaturverzeichnis	125

1 Einleitung

1.1 Motivation

Das Abtrennen einer dispersen partikulären Phase aus einer kontinuierlichen flüssigen Phase gehört zu den Grundoperationen der Verfahrenstechnik und ist entsprechend in verschiedensten Industriezweigen von Relevanz. Eine weitverbreitete und robuste Methode zur Fest-Flüssig-Trennung von Suspensionen stellt die kuchenbildende Filtration dar, die großtechnisch in einer Vielzahl von Trennaggregaten realisiert werden kann [1]. Etablierte apparative Umsetzungen dieses Trennverfahrens sind Trommel-, Scheiben- und Bandfilter, die die Vorteile einer kontinuierlichen Verfahrensweise, hoher Durchsätze und vergleichsweise geringer Investitionsausgaben bieten. Nach Abschluss der Filterkuchenbildung liegt dieser vollständig gesättigt vor und weist somit in der Regel eine vergleichsweise hohe Restfeuchte auf. Durch Beaufschlagen des gesättigten Filterkuchens mit Gasdifferenzdruck ist es jedoch möglich, einen gewissen Anteil der Filterkucheporen durch Überwindung des kapillaren Eintrittsdrucks zu entleeren und somit die Restfeuchte weiter zu reduzieren. Während bei Bandfiltern der Gasdifferenzdruck auf den Vakuumbereich beschränkt ist, ist bei Trommel- und Scheibenfiltern auch die Überdruckentfeuchtung verbreitet. Die zunehmend nachgefragte Abtrennung feinsten Partikeln im unteren Mikrometerbereich – beispielsweise Pigmente oder Tailings – geht allerdings mit besonderen Herausforderungen einher: Filterkuchen aus feinsten Partikeln sind in aller Regel kompressibel und weisen als Besonderheit eine Neigung zur Rissbildung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung auf. Rissbildung während der Entfeuchtung partikulärer Systeme ist ein häufig auftretendes Phänomen, das auch im Bereich der Trocknungstechnik [2,3] und Bodenmechanik auftritt [4]. Bei der Filtration ist Rissbildung unerwünscht, da sie zu einer signifikanten Verschlechterung des Prozesses führt: Die Risse im Filterkuchen weisen im Vergleich zum Porensystem einen um Größenordnungen niedrigeren Durchströmungswiderstand auf. Wird der Prozess bei konstanter Druckdifferenz betrieben, erhöht sich daher beim Auftreten von Rissen der Gasdurchsatz um ein Vielfaches. Im schlechtesten Fall führt dies dazu, dass die zur Filtration erforderliche Druckdifferenz nicht aufrechterhalten werden kann, und der Trennprozess somit nicht mehr durchführbar ist. Selbst wenn der erhöhte Gasdurchsatz kompensiert und die Druckdifferenz gehalten werden kann, so steigen dennoch der Gasverbrauch und somit die Kosten für das Trennverfahren an. Ist zudem eine Waschung des Filterkuchens erforderlich, so verschlechtern Risse im Filterkuchen diesen Prozessschritt ebenfalls, da bei konstanter Verfahrenszeit und konstanter Druckdifferenz ein Großteil der Waschflüssigkeit durch die Risse und nicht durch das Porensystem fließt.

Es ist allgemein akzeptiert, dass die Entstehung von Rissen ihre Ursache in der Neigung des Partikelsystems zur Volumenreduktion während der Entfeuchtung hat. Kann diese sogenannte Schrumpfung nicht ungehindert ablaufen, bauen sich Spannungen im Partikelsystem auf, die bei Überschreiten der Materialfestigkeit zur Rissbildung führen. Dementsprechend ist Rissbildung vermeidbar, wenn der Filterkuchen vor der Entfeuchtung einen Packungszustand aufweist, bei dem keinerlei Schrumpfung mehr möglich ist [5–7]. Die zu diesem Zweck durchgeführte Verdichtung eines Filterkuchens hat allerdings eine größere Tragweite, als zunächst augenscheinlich ist. Wird der Trennprozess als Ganzes betrachtet, so gilt es weitere Faktoren zu berücksichtigen. Die Verdichtung des Filterkuchens zum Zweck der Rissvermeidung ändert auch die Filterkucheneigenschaften, die maßgeblich für die anschließende Untersättigung sind [8–11]. Zudem stellt sich die Frage, wie die Verdichtung des Filterkuchens apparativ bewerkstelligt werden kann. Filterkuchenverdichtung erfolgt in aller Regel durch Aufbringen eines mechanischen Pressdrucks, ein Prinzip, nach dem beispielsweise Filterpressen arbeiten. Die Integration einer Pressstufe in die zuvor genannten Apparate zur kontinuierlichen kuchenbildenden Filtration kann beispielsweise über ein mitlaufendes Pressband, im Falle von Trommelfiltern, oder durch Presskissen, im Falle von Bandfiltern, erfolgen. Allerdings zeigte Wiedemann [5] in einer umfangreichen Untersuchung, dass der zur Verhinderung von Schrumpfung erforderliche Pressdruck, abhängig vom Material, bemerkenswert hoch ist. Als ausgewählte Beispiele seien hier die Partikelsysteme Titandioxid mit einem erforderlichen Pressdruck von 1800 kPa, Rotschlamm mit einem Pressdruck von 3163 kPa und Kalkstein mit einem Pressdruck von 2031 kPa genannt. Auch wenn Wiedemann zeigen konnte, dass zur Vermeidung von Rissbildung keine komplette Unterbindung der Schrumpfung erforderlich ist, bleibt es dennoch schwer vorstellbar, derart hohe Werte des Pressdrucks zu realisieren. Neben der prinzipiellen Schwierigkeit den Pressdruck zu erzeugen, würde dies eine immense Belastung der mechanischen Komponenten des jeweiligen Apparates mit sich bringen. Um zur Rissbildung neigende Produkte auf kontinuierlichen Dreh- und Bandfiltern abzutrennen, sind daher alternative Methoden zur Filterkuchenverdichtung erforderlich.

1.2 Zielsetzung der Arbeit

Diese Arbeit widmet sich verschiedenen Aspekten aus dem Bereich Filterkuchenentfeuchtung und -verdichtung, ausgehend von der Problematik des Auftretens von Rissbildung in Filterkuchen.

1) Untersuchung des Rissbildungsverhaltens unkonsolidierter Filterkuchen

Anhand eines Modellsystems wird zunächst das Schrumpfungs- und Rissbildungsverhalten von Filterkuchen im unkonsolidierten Zustand, direkt nach Abschluss der Filterkuchenbildung, betrachtet. Das Augenmerk liegt dabei zum einen auf der Gegenüberstellung der beobachteten Phänomene zu den in der Literatur beschriebenen Beobachtungen zur Rissbildung bei thermischer Trocknung. Zum anderen erfolgt die Bewertung dieser Beobachtungen in Hinblick auf ihre Bedeutung für den Fest-Flüssig-Trennprozess.

2) Einfluss der Konsolidierung und Verdichtung von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen auf deren Untersättigungsverlauf

Eine der Untersättigung vorgeschaltete Verdichtung kann Rissbildung stark reduzieren oder gar verhindern. Allerdings verändert die Verdichtung Porengrößenverteilung und Widerstand des Filterkuchens, und somit dessen Untersättigungsverhalten. Es stellt sich daher die Frage, ob durch Anwendung dieser Maßnahme Rissbildung auf Kosten einer erhöhten Restfeuchte des Filterkuchens verhindert wird. Zur Klärung dieser Frage wird untersucht, wie sich die die Untersättigung bestimmenden Eigenschaften des Filterkuchens vom unkonsolidierten Zustand zum konsolidierten Zustand hin ändern. Die erzielten Ergebnisse werden anschließend mit dem tatsächlichen Untersättigungsverhalten abgeglichen.

3) Alternative Verdichtungsmethoden: Verdichtung von Filterkuchen durch Einsatz oszillierender Scherung

Die Verdichtung von Filterkuchen zur Vermeidung von Rissbildung erfolgt in der Regel durch Anwendung eines Pressdrucks. Die vorliegende Arbeit befasst sich mit einer alternativen Methode zur Verdichtung, deren Umsetzung auf Trommel- und Bandfiltern prinzipiell denkbar ist. Hierbei wird der Filterkuchen mit einem vergleichsweise geringen Pressdruck beaufschlagt und gleichzeitig oszillierender Scherung ausgesetzt. Ziel ist es, einen hohen Grad der Verdichtung bei geringem Pressdruck zu erreichen. Die Verdichtung mittels oszillierender Scherung bietet eine Vielzahl an Parametervariationen. Im Rahmen dieser Arbeit erfolgen erste Untersuchungen zur Verdichtung mittels oszillierender Scherung in einer Apparatur im Labormaßstab. Dabei wird der Einfluss der experimentellen Parameter Schwingfrequenz, Scherlänge und überlagerter Pressdruck auf

den Verdichtungsprozess sowie dessen zeitliche Kinetik bestimmt. Die Verdichtung mittels oszillierender Scherung wird anschließend hinsichtlich der zur Verdichtung erforderlichen Energie betrachtet und mit der Verdichtung durch mechanischen Pressdruck verglichen. Es folgen Vorüberlegungen zur Übertragbarkeit des Verfahrens auf den kontinuierlichen Prozess. Die Untersuchung unterschiedlicher Versuchsmaterialien erlaubt es zudem, Rückschlüsse auf die Abhängigkeit der Verdichtbarkeit von den Filterkucheneigenschaften zu ziehen. Zuletzt wird betrachtet, inwiefern die Rissbildung bei Gasdifferenzdruckentfeuchtung (GDE) durch Verdichtung mittels oszillierender Scherung zu beeinflussen ist.

2 Theoretische Grundlagen und Stand der Wissenschaft

2.1 Kuchenbildende Filtration

Im Folgenden sollen einige Grundlagen der kuchenbildenden Filtration erläutert werden. Der Begriff der Filterkuchenbildung ist eindeutig definiert. Filterkuchenentfeuchtung hingegen bezeichnet zunächst allgemein die Reduktion der Restfeuchte des Haufwerks. Dies kann zum einen durch Entleeren von Poren - Filterkuchenuntersättigung-, zum anderen durch Verdichten des Haufwerks bei gleichbleibender vollständiger Sättigung bewirkt werden [12]. Zur mathematischen Beschreibung der Filterkuchenbildung, sowie der anschließenden Verdichtung, existiert eine Vielzahl unterschiedlicher Modelle, wie bei Lee und Wang [13] und Olivier et al. [14] ausführlich dargestellt.

2.1.1 Filterkuchenbildung für den Fall inkompressibler Haufwerke

Bei der kuchenbildenden Filtration werden Partikeln aus einer Suspension an einem porösen Filtermedium abgeschieden. Das Fluid durchströmt das Filtermedium infolge eines treibenden Potentials, das durch Anlegen eines Differenzdrucks oder auch eines Zentrifugalfelds aufgebracht wird. Für die kuchenbildende Filtration wird in der Regel ein Filtermedium gewählt, dessen Maschenweite, bzw. Porengröße, oberhalb der mittleren Partikelgröße des abzutrennenden Partikelsystems liegt. Zu Beginn der Filtration durchdringen daher einzelne Partikeln das Filtermedium und gelangen ins Filtrat, ein Vorgang, der als Feststoffdurchschlag bezeichnet wird. Mit Ausbildung der ersten Feststoffbrücken auf dem Filtermedium reduziert sich dieser und der sogenannte Filterkuchen wächst auf dem Filtermedium auf. Die vorliegende Arbeit folgt bei der Darstellung der Filterkuchenbildungsgleichung für inkompressible Filterkuchen dem sogenannten konventionellen Ansatz nach Ruth [15,16]. Den nun folgenden Ausführungen sind folgende Annahmen zugrunde gelegt:

- Inkompressibles, newtonsches Fluid
- Laminare Strömung des Fluids
- Alle Partikel werden am Filtermedium abgeschieden (Vernachlässigbarer Feststoffdurchschlag)
- Konstante Druckdifferenz Δp

- Örtlich und zeitlich homogener Aufbau des Filterkuchens: Der Filterkuchen wird als inkompressibel angenommen und die Suspension bleibt während des gesamten Filtrationsvorgangs ideal durchmischt.

Die mathematische Beschreibung des zeitlichen Verlaufs der Filterkuchenbildung kann durch Kombination von Massenbilanzen und der Durchströmung nach Darcy (Gleichung (2-1)) entwickelt werden.

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\Delta p A}{\eta R} \quad (2-1)$$

Der Gesamtwiderstand R setzt sich hierbei aus den Anteilen von Filtermedium R_M und Filterkuchen R_C zusammen:

$$R = R_M + R_C \quad (2-2)$$

Über den Verlauf der Filtration nimmt der Widerstand R_C mit steigender Filterkuchenhöhe stetig zu. Es ist daher zweckmäßig, den längenbezogenen spezifischen Widerstand r_C zu definieren. Für den Fall eines inkompressiblen Filterkuchens wird gemäß Gleichung (2-3) ein linear mit der Kuchenhöhe steigender Widerstand angenommen [15].

$$R_C = h_C \cdot r_C \quad (2-3)$$

Eine alternative Definition stellt der massenspezifische Widerstand α_m dar. Die beiden Widerstandswerte sind über die Kuchenhöhe h_C , sowie die flächenspezifische Kuchenfeststoffmasse $w_{s,c}$ gemäß Gleichung (2-4) miteinander verknüpft:

$$\alpha_m = \frac{r_C \cdot h_C}{w_{s,c}} \quad (2-4)$$

Die Kombination von Gleichung (2-1), (2-2) und (2-3) liefert folgenden Zusammenhang:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\Delta p A}{\eta (R_M + h_C \cdot r_C)} \quad (2-5)$$

Durch Bilanzieren der Flüssigkeitsanteile in Suspension, Filterkuchen und Filtrat ergibt sich nach Integration und Umformung von Gleichung (2-5) schließlich folgender linearisierter Ausdruck:

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta\kappa}{2A^2\Delta p} \cdot r_c \cdot V + \frac{R_M\eta}{A\Delta p} \quad (2-6)$$

Der Konzentrationsbeiwert κ resultiert aus der Flüssigkeitsbilanz um das Gesamtsystem und setzt Filterkuchenvolumen und Filtratvolumen zueinander ins Verhältnis. Bei bekannter Porosität ϵ des Filterkuchens und Konzentration c_V der Suspension kann κ aus Gleichung (2-7) bestimmt werden:

$$\kappa = \frac{c_V}{1 - c_V - \epsilon} \quad (2-7)$$

Gleichung (2-6) ermöglicht die experimentelle Bestimmung von spezifischem Filterkuchenwiderstand r_c – bzw. α_m – und Filtermediumswiderstand R_M anhand von Filtrationsexperimenten bei konstanter Druckdifferenz mit Aufzeichnung des zeitlichen Filtrat-anfalls, wie beispielsweise in [17] beschrieben. Hierbei sei angemerkt, dass der so bestimmte Filtermediumswiderstand in der Regel höher liegt, als der Widerstandswert bei der Durchströmung des Filtermediums mit reinem Fluid. Dies ist darauf zurückzuführen, dass bei Filtrationsexperimenten der Widerstand des Filtermediums auch die erste abgeschiedene Partikelschicht mit einschließt. Eine alternative Vorgehensweise zur Bestimmung von spezifischem Filterkuchenwiderstand und Filtermediumswiderstand besteht in der Durchführung von Filtrationsexperimenten unter Variation der Filterkuchenhöhe. Die Herleitung und experimentelle Umsetzung ist unter anderem bei Nicolaou [18] beschrieben.

2.1.2 Kompressible Filterkuchen und Filterkuchenentfeuchtung durch Verdichten

Die soeben dargestellte theoretische Herleitung der Filterkuchenbildung ist streng genommen nur für vollständig inkompressible Materialien gültig [19]. In der Realität sind allerdings die meisten Partikelsysteme zumindest in geringem Maße kompressibel, die Struktur des partikulären Haufwerks ist also abhängig von den wirkenden äußeren Kräften. Im Falle der Filtration ist dies die anliegende Druckdifferenz Δp . Porosität und Widerstand eines Filterkuchens ändern sich daher in Abhängigkeit des Filtrationsdrucks. Damit einhergehend variiert die Struktur kompressibler Filterkuchen innerhalb der Kuchenhöhe, es liegt ein Gradient sowohl der Porosität als auch des Widerstands vor.

Der Gradient von Porosität und Widerstand kann über das Konzept des Feststoffgerüstdruckes erklärt werden [19]: Während der Durchströmung baut sich die hydraulische Druckdifferenz Δp in Strömungsrichtung ab und entsprechend nimmt der Feststoffgerüstdruck innerhalb des Haufwerks zum Filtermedium hin zu [20]. Somit ist die Filterkuchenschicht direkt am Filtermedium am stärksten verdichtet. An die Stelle sogenannter globaler, über den gesamten Filterkuchen gemittelten Werte für Porosität und Widerstand treten daher die Porositätsfunktion $\varepsilon(\Delta p)$ und die Widerstandsfunktion $r_c(\Delta p)$, bzw. $\alpha_m(\Delta p)$. Die Ursachen für kompressibles Materialverhalten sind zahlreich und reichen von reinen Umlagerungsprozessen, über die Kompaktierung von Aggregatstrukturen [21] bis hin zu kompaktierbaren Partikeln [22,23]. Eine schematische Übersicht der möglichen Ursachen kompressiblen Materialverhaltens ist in [24] zu finden. Zudem können für ein und dasselbe Material, abhängig vom vorliegenden Druckbereich, mehrere der genannten Mechanismen auftreten. Der tatsächliche Verlauf von Porositäts- und Widerstandsfunktion ist daher hochgradig materialspezifisch und Gegenstand zahlreicher Untersuchungen [21,24–27]. Die Untersuchung des kompressiblen Materialverhaltens hat in aller Regel die Modellierung der kuchenbildenden Filtration mithilfe der Materialfunktionen $\varepsilon(\Delta p)$ und $r_c(\Delta p)$, bzw. $\alpha_m(\Delta p)$ zum Ziel. Zu diesem Zweck erfolgt die Bestimmung sogenannter lokaler Werte von Porosität und Widerstand. Standardmäßig kommt hierzu die von Ruth [28] beschriebene Kompressions-Permeabilitäts Zelle (im Folgenden „CP Zelle“, von engl. Compression Permeability Cell) zum Einsatz, eine Apparatur, die das mechanische Auspressen eines Filterkuchens und seine Durchströmung bei gleichzeitiger Messung der Filterkuchenhöhe ermöglicht. Somit können Porosität und Widerstand des Filterkuchens in Abhängigkeit des anliegenden Pressdrucks p_p bestimmt werden. Einschränkend sei allerdings erwähnt, dass auch in einer CP Zelle keine komplett einheitliche Struktur des Filterkuchens erzielt wird. Der Grund hierfür sind Wandreibungseffekte, die zu einer Spannungsverteilung – und entsprechend einer Verteilung der Porosität innerhalb der Zelle – führen [25,29,30].

Die Beschreibung des kompressiblen Materialverhaltens erfolgt in der Regel unter Verwendung einfacher, rein empirischer, Potenzgesetze. In der vorliegenden Arbeit werden die in Gleichung (2-8) und (2-9) dargestellten Potenzgesetze verwendet. Es existiert jedoch eine Vielzahl weiterer Varianten, wie unter anderem in [14] zusammengefasst.

$$(1 - \varepsilon) = (1 - \varepsilon_0) \cdot \left(1 + \frac{p_p}{p_0}\right)^\beta \quad (2-8)$$

$$\alpha_m = \alpha_{m,0} \cdot \left(1 + \frac{p_p}{p_0}\right)^n \quad (2-9)$$

Während ε_0 und $\alpha_{m,0}$ als Porosität und Widerstand des unbelasteten Haufwerks interpretiert werden können, sind p_0 , β und n reine Anpassungsparameter ohne physikalische Bedeutung. Ein Vorschlag zur experimentellen Bestimmung von ε_0 und $\alpha_{m,0}$ findet sich bei Shirato et al. [31]. Die Charakterisierung des Grades der Kompressibilität kann über die Zahlenwerte der Exponenten β und n erfolgen, wie bei Tiller et al. [32] und Tiller und Hsyung [33] beschrieben. Diese willkürliche Einteilung der Kompressibilität eignet sich zur vergleichenden Betrachtung unterschiedlicher Partikelsysteme. Zuweilen ist die Verwendung des höhenspezifischen Widerstands r_c statt des massebezogenen Widerstands α_m in Gleichung (2-9) zu finden. Beide Varianten sind äquivalent und lassen sich über Gleichung (2-5) ineinander überführen. Als dritter Materialparameter findet sich zudem die Permeabilität K , die den Kehrwert des höhenspezifischen Widerstands r_c darstellt.

Wie im vorangegangenen Abschnitt beschrieben, weist ein kompressibler Filterkuchen mit Abschluss der Kuchenbildung folgende Eigenschaften auf: Es liegt ein Gradient der Porosität über der Kuchenhöhe vor und sämtliche Poren sind vollständig mit Flüssigkeit gefüllt. Der weitere Entfeuchtungsverlauf hängt nun von den experimentellen Rahmenbedingungen ab. Wird mechanischer Druck aufgebracht, beispielsweise wie im Fall der CP Zelle durch einen Pressstempel, so schließt sich der Kuchenbildung die sogenannte Konsolidierung des Filterkuchens an. Der Filterkuchen wird mithilfe des Pressstempels weiter verdichtet und dadurch entfeuchtet. Am Ende der Konsolidierung entspricht der Feststoffgerüstdruck dem angelegten Pressdruck und der Filterkuchen weist – im Rahmen der bereits genannten Einschränkungen – eine einheitliche Porosität anstelle eines Porositätsgradienten auf. Der Übergang von Kuchenbildung zur Konsolidierung lässt sich beispielsweise anhand der Änderung der Rate des Filtratanfalls bestimmen [34]. Eine ausführliche Betrachtung des Mechanismus der Konsolidierung unter Einbeziehung klassischer Verdichtungsmodelle aus der Bodenmechanik findet sich bei Shirato et al. [35–38]. Tiller und Yeh [39] erweiterten diese Untersuchungen für höhere Druckbereiche und Materialien hoher Kompressibilität.

Wird der anliegende Druck nun nicht mechanisch aufgebracht, sondern über einen Gasdifferenzdruck realisiert, gestaltet sich der Sachverhalt ungleich komplizierter. In diesem Fall ist sowohl Entfeuchtung durch Verdichtung – analog zum oben beschriebenen Fall – als auch Entfeuchtung durch Untersättigung, sowie eine Kombination beider Mechanismen möglich [40]. Im Folgenden soll zunächst der Fall der Entfeuchtung durch Untersättigung betrachtet werden, bevor abschließend der Fall konkurrierender Entfeuchtungsvorgänge betrachtet wird.

2.1.3 Filterkuchenentfeuchtung durch Gasdifferenzdruck

Nach der Kuchenbildung, bzw. auch nach der Kuchenverdichtung, liegt der Filterkuchen nach wie vor als gesättigtes Haufwerk vor. Das gesamte Porenvolumen ist mit Flüssigkeit gefüllt. Vereinfachend wird das Porenvolumen oft als eine Reihe zylindrischer, senkrecht durch den Filterkuchen verlaufender Kapillaren betrachtet. Tatsächlich liegt jedoch ein Porennetzwerk vor, dessen komplexe Geometrie von der Form und Größenverteilung des Partikelkollektivs, sowie den Fluid-, bzw. Suspensionseigenschaften abhängt [41]. Die Entleerung einer flüssigkeitsgefüllten Pore durch Gasdifferenzdruck ist ein Vorgang, der durch Kapillareffekte bestimmt wird. Zur Entleerung einer Pore muss der angelegte Gasdruck den Kapillardruck übersteigen, der sich infolge der Dreiphasengrenzlinie einstellt. Die Höhe des Kapillardrucks kann als Funktion des Porenradius und des Benetzungswinkels über die Young-Laplace-Gleichung berechnet werden. Hierzu wird oftmals die oben bereits erwähnte vereinfachte Vorstellung zylindrischer Poren herangezogen. Zur ausführlichen Beschreibung des Kapillardrucks in porösen Feststoffsystemen sei auf die grundlegende Arbeit von Schubert [42] verwiesen. In der Regel liegt innerhalb eines Filterkuchens eine Porengrößenverteilung und dementsprechend auch eine Kapillardruckverteilung vor. Die Kapillardruckverteilung bestimmt, bei welchem Gasdifferenzdruck welcher Anteil des Gesamtflüssigkeitsvolumens entfernt werden kann. Die Darstellung der Kapillardruckverteilung erfolgt in der sogenannten Kapillardruckkurve, wie beispielhaft in Abbildung 2-1 gezeigt. Üblicherweise wird der Kapillardruck p als Funktion der Sättigung S aufgetragen. Charakteristische Größen sind der kapillare Eintrittsdruck $p_{k,E}$, sowie die remanente Sättigung S_r . Der kapillare Eintrittsdruck $p_{k,E}$ gibt die Mindestdruckdifferenz an, die zur Untersättigung aufgebracht werden muss und entspricht theoretisch dem Kapillardruck der größten durchgehenden Pore des Filterkuchens. Die messtechnische Bestimmung erfolgt aus dem Schnittpunkt zweier Tangenten an die Kapillardruckkurve, wie in Abbildung 2-1 dargestellt. Die remanente Sättigung S_r entspricht der vertikalen Asymptote der Kapillardruckkurve im Bereich geringer Sättigung und gibt den Grenzwert der auf mechanischem Wege erzielbaren Untersättigung an.

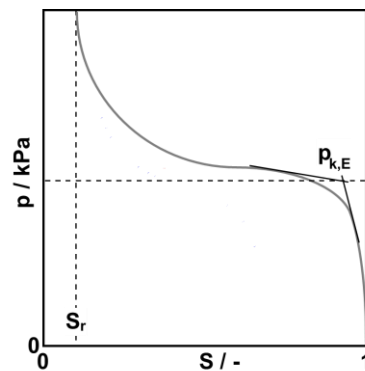


Abbildung 2-1: Schematische Darstellung der Kapillardruckkurve als Funktion der Sättigung S , sowie des kapillaren Eintrittsdrucks $p_{k,E}$ und der remanenten Sättigung S_r .

Die Kapillardruckkurve eines Filterkuchens gibt den Wert der Sättigung an, der bei einer gegebenen Druckdifferenz Δp minimal erreicht wird, sie liefert also Gleichgewichtswerte und enthält keine Information über den zeitlichen Verlauf der Untersättigung. Zur Beschreibung der Kinetik der Untersättigung sind in der Literatur verschiedene Modellsätze bekannt [11,18,43]. Allen Ansätzen ist gemein, dass die experimentell bestimmten Parameter des kapillaren Eintrittsdrucks, bzw. die gesamte Kapillardruckkurve, sowie Permeabilität, bzw. Widerstand und Porosität des Filterkuchens, bekannt sein müssen. Das Modell von Anlauf [11] bezieht darüber hinaus den Widerstand des Filtermediums mit ein und berücksichtigt Kompressibilitätseffekte. Condie et al. [9] wendeten verschiedene Kinetikmodelle auf die Vakuumentfeuchtung von Kohlefilterkuchen an und stellten fest, dass alle Modelle in der Lage waren, den experimentell ermittelten Untersättigungsverlauf mit hinreichender Genauigkeit zu beschreiben.

Bisher wurde implizit davon ausgegangen, dass ein kompressibler gesättigter Filterkuchen nach Abschluss der Kuchenbildung entweder durch mechanischen Pressdruck verdichtet und somit entfeuchtet, oder durch Gasdifferenzdruck untersättigt wird. Tatsächlich können Verdichtung und Untersättigung jedoch auch in Konkurrenz zueinander stehen [40]. Anschaulich dargestellt ist dieser Sachverhalt unter anderem bei Stickland et al. [8,34]. Diese betrachten zwei Materialfunktionen, die Funktion des Kompressionswiderstands (engl. compressive yield stress) p_y und des kapillaren Eintrittsdrucks p_{cap}^{max} , die beide von der Feststoffvolumenkonzentration des Filterkuchens abhängen. Der exemplarische Verlauf dieser beiden Materialfunktionen ist in Abbildung 2-2 dargestellt. Der Schnittpunkt beider Funktionen liegt bei einer Feststoffkonzentration ϕ_{cap} . Der korrespondierende Wert des Drucks wird als sogenannter „breakthrough pressure“ p_b bezeichnet. Je nachdem, in welcher Feststoffkonzentration der Filterkuchen nach der Kuchenbildung vorliegt, und ob der im Anschluss an die Kuchenbildung anliegende Gasdifferenzdruck unter-, oder oberhalb von p_b liegt, erfolgt die Entfeuch-

tung durch unterschiedliche Mechanismen. Für Anfangsfeststoffkonzentrationen $\phi < \phi_{cap}$ sind zwei Fälle zu unterscheiden:

1. $\Delta p \geq p_{cap}^{max}(\phi)$

Der Filterkuchen wird konsolidiert, und anschließend untersättigt.

2. $p_{cap}^{max}(\phi) \geq \Delta p \geq p_y(\phi)$

Der Filterkuchen wird konsolidiert, der Gasdruck wirkt in diesem Fall wie ein Presskolben. Eine Untersättigung tritt nicht auf.

Oberhalb von p_b hingegen sind für Anfangsfeststoffkonzentrationen $\phi > \phi_{cap}$ folgende Fälle denkbar:

3. $p_y(\phi) \geq \Delta p \geq p_{cap}^{max}(\phi)$:

Es kommt direkt zur Untersättigung des Filterkuchens. Der Vorgang entspricht der Untersättigung eines inkompressiblen Haufwerks.

4. $\Delta p \geq p_y(\phi)$:

Konsolidierung und Untersättigung treten parallel auf.

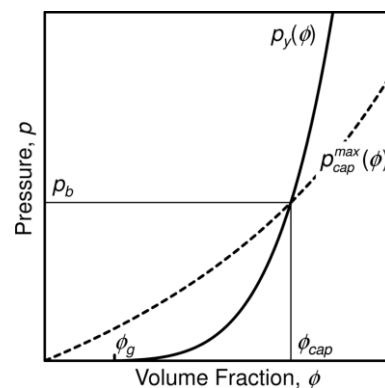


Abbildung 2-2: Verlauf der Funktion von Kompressionswiderstand $p_y(\phi)$ und kapillarem Eintrittsdruck $p_{cap}^{max}(\phi)$ mit der Feststoffvolumenkonzentration ϕ des Filterkuchens [8].

Die Konkurrenz von Konsolidierungs- und Untersättigungsvorgängen bei kompressiblen Filterkuchen wirkt sich auch auf die Bestimmung der Kapillardruckkurve aus. Abbildung 2-3 zeigt hierzu den Verlauf der Kapillardruckkurve für einen Baryt-Filterkuchen [40]. Gegen die Sättigung aufgetragen zeigt die Kapillardruckkurve den von inkompressiblen Filterkuchen bekannten Verlauf. Erst bei Auftragung des Drucks gegen die Restfeuchte wird ersichtlich, dass es bereits unterhalb des kapillaren Eintrittsdrucks zur Entfeuchtung durch Konsolidierung kommt. Im Kapillardruckversuch erfolgt eine graduelle Entfeuchtung des Filterkuchens, beginnend bei geringen Werten des Gasdifferenzdrucks.

Auf Abbildung 2-2 übertragen entspricht die Vorgehensweise des Kapillardruckversuchs zunächst dem oben beschriebenen Fall 2: Der Filterkuchen wird bei Druckdifferenzen $\Delta p < p_{cap}^{max}(\phi)$ Schritt für Schritt konsolidiert, dies entspricht der Reduktion der Restfeuchte in Abbildung 2-3 ohne gleichzeitige Abnahme der Sättigung. Erreicht die Druckdifferenz den Wert p_b , und die Feststoffkonzentration entsprechend den Wert ϕ_{cap} , so setzt die Untersättigung ein. Entsprechend der Darstellung in Abbildung 2-2 sollten darüber hinaus bei unterschiedlichen Druckdifferenzen gebildete Filterkuchen keinen Unterschied im kapillaren Eintrittsdruck aufweisen.

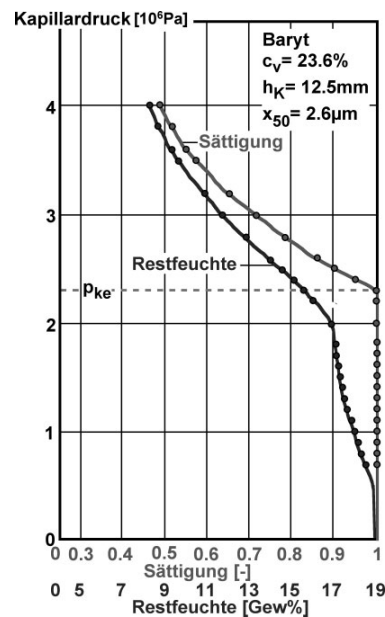


Abbildung 2-3: Kapillardruckkurve eines Baryt-Filterkuchens in Abhängigkeit der Restfeuchte und der Sättigung zur Verdeutlichung von Kompressibilitätseffekten bei der Bestimmung der Kapillardruckkurve [40].

2.2 Rissbildung bei der Entfeuchtung partikulärer Systeme

Die Entstehung von Rissen während der Entfeuchtung partikulärer Systeme ist ein Phänomen, das unabhängig von der Größenskala der Partikeln, sowie der Art des Flüssigkeitsentzugs, bei einer Vielzahl von Anwendungen auftritt. Vereinfacht betrachtet beruht das Auftreten von Rissen prinzipiell auf der Entstehung von Spannungen innerhalb des Partikelsystems infolge des Flüssigkeitsentzugs. Übersteigen diese die Materialfestigkeit, kommt es zur Rissbildung. Der experimentelle Nachweis ist im Bereich der Trocknungstechnik mittels der *beam deflection*-Methode möglich. Hierbei erfolgt die Bestimmung der Spannung aus der Deformation eines mit der Schicht verbundenen Cantilevers [44–47]. Im Verlauf der Trocknung wurde hierbei stets ein kontinuierlicher Anstieg der Spannung innerhalb der Schicht gemessen. Durch Einsetzen der Rissbildung

werden die Spannungen abgebaut, so dass sich zum Zeitpunkt der Rissbildung ein Maximum im Spannungsverlauf ergibt. Lan und Ping [44] sowie Chekchaki und Lazarus [45] ermittelten für nanoskalige Systeme eine Spannung bei Eintreten der Rissbildung im Bereich von 1-2 MPa. Für die von Kitsunezaki untersuchten Calciumcarbonat-Pasten mit einer mittleren Partikelgröße von 1,5 μm ereignete sich die Rissbildung hingegen bei einer maximalen Spannung im Bereich von 0,1 MPa [46]. Man und Russel stellen zur *beam deflection*-Methode jedoch einschränkend fest, dass diese lediglich einen über den gesamten Probekörper gemittelten Wert der Spannung liefert und daher Spannungsspitzen, beispielsweise infolge ungleichmäßiger Trocknung, nicht abbilden kann [48]. Peron et al. nennen zudem Inhomogenitäten, wie Fehlstellen oder Einschlüsse von Fremdkörpern, als weitere mögliche Ursachen für Spannungsverteilungen, bzw. Spannungsspitzen, innerhalb des Probekörpers [49,50].

Obwohl das Auftreten von Rissen bei der Entfeuchtung von Filterkuchen ein bekanntes Problem darstellt, existieren derzeit keine konkreten Modelle zur Beschreibung des genauen Mechanismus der Rissbildung, bzw. zur Vorhersage der Rissbildung. Eine Ausnahme stellt die Veröffentlichung von Wakeman [51] dar, der ein Kriterium für das Auftreten von Rissen in Abhängigkeit des sich einstellenden Sättigungsgradienten während der Entfeuchtung vorschlägt. Dabei betrachtete er sowohl die ideal-elastische, als auch die elastisch-plastische Deformation des Filterkuchens. Seinen Überlegungen nach neigen besonders Filterkuchen mit hohem kapillarem Eintrittsdruck zur Rissbildung, da hier mit besonders hohen Sättigungsgradienten zu rechnen sei. Hierzu ist allerdings einschränkend zu sagen, dass Wakeman ausschließlich den Bereich der Vakuumfiltration betrachtete, da die hyperbare Filtration erst zu späterer Zeit Verbreitung fand. Somit ist die getroffene Aussage vermutlich nur eingeschränkt gültig. Umfangreichere Untersuchungen zur Schrumpfung und Rissbildung finden sich für den Fall des Flüssigkeitsentzugs durch thermische Trocknung im Bereich der Trocknung von Pasten, bzw. dünner kolloidaler Schichten, sowie in der Bodenmechanik. Modelle zum Mechanismus der Rissbildung lassen sich laut Scherer [3] prinzipiell in makroskopische und mikroskopische Modelle unterscheiden. Makroskopische Modelle betrachten den Probekörper in Analogie zur klassischen Bruchmechanik als Kontinuum mit charakteristischen Materialkennwerten wie dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor $K_{I,C}$ oder dem Risspitzenöffnungswinkel *CTOA* (engl. „crack tip opening angle“) [52]. Allerdings besteht prinzipielle Skepsis an der Anwendbarkeit derartiger Ansätze auf disperse Systeme mit ihren speziellen Materialeigenschaften. Mikroskopische Modelle dagegen betrachten den Probekörper auf Ebene der Porenstruktur. Der maßgebliche Unterschied beider Herangehensweisen liegt im Umgang mit der rissauslösenden Spannung. Während makroskopische Modelle diese als äußerlich gegeben betrachten, erfolgt bei mikroskopischen Modellen eine Betrachtung der Spannungen auf lokaler Ebene und ein Erklärungsmodell

für ihre Entstehung wird angestrebt. Hierzu existieren verschiedene Ansätze. Ein Ansatz führt die Entstehung von Rissen auf die Unregelmäßigkeit der Trocknungsfront zurück. In einem weiteren Ansatz wird davon ausgegangen, dass mit Einsetzen der Entleerung großer Poren der höhere Kapillardruck in kleineren Poren Zugspannungen auf die umgebenden Porenwände ausübt, die schließlich zur Rissbildung führen. Abbildung 2-4 zeigt im linken Bild hierzu eine schematische Darstellung. Diesem Erklärungsansatz folgt beispielsweise Kitsunezaki [47]. Er benennt als Ursache für die Rissbildung den Kapillardruck innerhalb der flüssigkeitsgefüllten Poren des Probekörpers, die zur Schrumpfung des Systems und dabei zur Entstehung von Spannungen führen (Abbildung 2-4 rechts). Eine ähnliche Erklärung führt auch Tang [53] an.

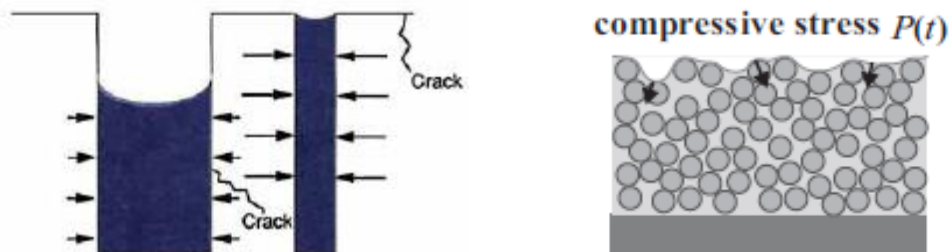


Abbildung 2-4: Schematische Darstellung von Modellvorstellungen zur Rissbildung während der thermischen Trocknung eines partikulären Haufwerks. Links: Rissbildung aufgrund des höheren Kapillardrucks in kleinen Poren [3]. Rechts: Entstehung von Spannungen an der Dreiphasengrenzlinie eines gesättigten partikulären Haufwerks [47].

Eine Erweiterung findet sich bei Man und Russel [48], sowie Singh und Tirumkudulu [54], die die Haftung des Partikelsystems am Untergrund als wesentlich für die Entstehung der Zugspannungen parallel zur Oberfläche erachten. Auch der Anstieg von Spannungen während des Flüssigkeitsentzugs wird in der Regel darauf zurückgeführt, dass die Schrumpfung des Probekörpers durch die Haftung am Untergrund behindert wird [45–48]. Der Einfluss der Haftbedingung auf die Rissbildung wurde von verschiedenen Forschergruppen experimentell nachgewiesen. Peron trocknete ansonsten identische Probekörper auf Teflonunterlagen sowie auf Unterlagen mit profilierter Struktur (Abbildung 2-5) und beobachtete Rissbildung nur bei letzterer Anordnung [49]. Shorlin et al. verwendeten ebenfalls teflonbeschichtete und unbeschichtete Unterlagen und konnten einen Einfluss der Untergrundbeschaffenheit auf Charakteristika des Rissbilds nachweisen [55]. Nandakishore und Goehring wiederum stellten fest, dass sich die Charakteristik des Rissbilds aus einem Zusammenspiel der Struktur des Untergrunds und der Dicke der partikulären Schicht ergibt [56]. Im Gegensatz dazu stehen allerdings die Untersuchungen von Towner, der seine Probekörper zur Reduktion von Reibung auf Quecksilber aufschwimmen ließ, und keinen Einfluss der Unterlage auf die Rissbildung feststellen konnte [57]. Der Einfluss der Haftung am Untergrund ist ein wesentlicher Aspekt im Fall der Filtration. Hier ist die Kontaktbedingung am Untergrund durch die Verwendung

eines Filtermediums vorgegeben und nur innerhalb gewisser Grenzen variierbar. Es ist daher auf jeden Fall mit einer Behinderung der Schrumpfung zu rechnen.

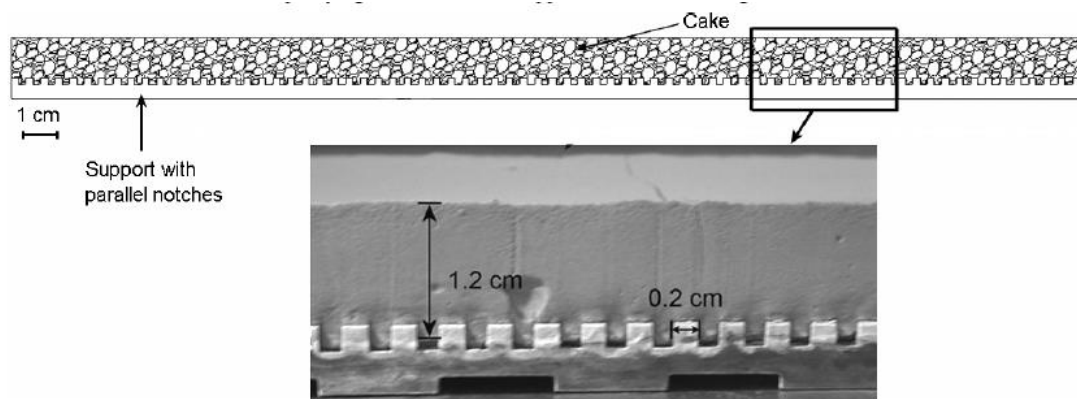


Abbildung 2-5: Versuchsanordnung Perons zur Untersuchung des Einflusses der Haftbedingung am Untergrund auf das Auftreten von Rissen [49].

Die Beurteilung der Rissbildung erfolgt in der Regel anhand geometrischer Parameter wie der der Gesamttrissfläche, bzw. des Rissanteils, der Rissanzahl und -aufweitung, sowie des Abstands und Winkels zwischen einzelnen Rissen. Darüber hinaus ist die Charakterisierung der Geschwindigkeit der Rissausbreitung von Interesse. Die Bestimmung der genannten Größen erfolgt in aller Regel bildanalytisch [49,55,58–60]. Somit sind lediglich Aussagen zur Rissbildung an der Oberfläche des Probekörpers möglich. Eine Ausnahme stellt die Arbeit von Crostack et al. dar, die mikrotomographische Verfahren zur Strukturaufklärung von Rissen in trocknenden Stärke-Suspensionen einsetzen [61]. Eine umfangreiche Betrachtung der Literatur zur Rissbildung bei thermischer Trocknung erfolgte im Jahre 1990 durch Scherer [3], der die bis zum dortigen Zeitpunkt beschriebenen experimentellen Beobachtungen wie folgt zusammenfasst:

- Die Wahrscheinlichkeit des Rissauftritts nimmt mit steigender Trocknungsrate zu.
- Die Wahrscheinlichkeit des Rissauftritts nimmt mit steigender Schichthöhe zu.
- Der Risseintritt ereignet sich bei nahezu vollständiger Sättigung.

Neben der Wahrscheinlichkeit des Rissauftritts nimmt auch Rissfläche (Léonard [60]), die Anzahl der Risse (Lecocq und Vandewalle [62]), sowie die Rissausbreitungsgeschwindigkeit (Kitsunezaki [46]) mit steigender Trocknungsrate zu. Zudem steigt die Gesamttrissfläche mit steigender Höhe der zu entfeuchtenden Schicht (Min und Vo-Dai [58]). Der Rissauftritt innerhalb des ersten Trocknungsabschnitts, bei noch nahezu vollständiger Sättigung der Probe, wurde in den aktuelleren experimentellen Arbeiten von Kitsunezaki [46,47], Peron [50] und Tang [53] nochmals bestätigt.

Im Bereich der Trocknungstechnik wird in der Regel von einer Suspension ausgehend getrocknet. Das bedeutet, dass sich unter Entzug der Flüssigkeit durch Verdampfen

zunächst ein Partikelnetzwerk ausbildet, das in der Lage ist Zugspannungen aufzunehmen. Bei weiterem Flüssigkeitsentzug bilden sich an der Oberfläche der Schicht Menisken aus, die das Partikelnetzwerk nach und nach weiter komprimieren. Bei der kuchenbildenden Filtration hingegen liegt der Filterkuchen zu Beginn der Entfeuchtung bereits im vernetzten Zustand vor. Insbesondere feinpartikuläre Materialien sind außerdem kompressibel, die Packungsdichte zu Beginn der Entfeuchtung hängt also wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben von der anliegenden Druckdifferenz ab und es wird sich außerdem ein Porositätsgradient einstellen. Es ist daher davon auszugehen, dass jeweils unterschiedliche Voraussetzungen für das Auftreten von Rissen vorliegen. Die Variation der angelegten Druckdifferenz ist vermutlich nicht mit der Variation der Trocknungsgeschwindigkeit gleichzusetzen. Da partikuläre Systeme in der Regel eine Porengrößenverteilung aufweisen, beeinflusst die Wahl der Druckdifferenz nicht nur deren Entfeuchtungsgeschwindigkeit, sondern auch, welcher Anteil des Porenkollektivs überhaupt entfeuchtet werden kann. Je nach Höhe der Druckdifferenz im Verhältnis zur Kapillardruckverteilung des Filterkuchens sollte sich somit eine andere Spannungsverteilung im Filterkuchen einstellen, die wiederum zu Unterschieden in der Rissbildung führen sollte.

Zur Rissbildung bei der Entfeuchtung sind derzeit nur wenige Untersuchungen bekannt [5–7,63–66]. Bierck et al. untersuchten die dreidimensionale Schrumpfung von Filterkuchen mittels Synchrotronstrahlung. Die Schrumpfung wird dabei als Ursache für das Auftreten von Rissbildung benannt, die Rissbildung an sich jedoch nicht näher untersucht [64]. Weitere Arbeiten widmen sich der Bestimmung von Prozessparametern, unter denen eine rissfreie Untersättigung erreicht werden kann: Anlauf et al. [63] stellten fest, dass die Risswahrscheinlichkeit sinkt, je höher der Gasdifferenzdruck und je geringer die Filterkuchenhöhe ist. Während die Beobachtung zum Einfluss der Filterkuchenhöhe mit den Aussagen aus dem Bereich der thermischen Trocknung übereinstimmt, steht die Beobachtung zum Einfluss des Gasdifferenzdrucks im Gegensatz dazu. Dies bestätigt die Vermutung, dass der Einfluss der Höhe des Gasdifferenzdrucks auf die Rissbildung nicht mit dem Einfluss der Trocknungsgeschwindigkeit auf die Rissbildung gleichzusetzen ist. Liu et al. [66] variierten die Oberflächenspannung der Suspension, mit der Absicht, die Höhe der Kapillarkräfte zu senken. Durch Erniedrigung der Oberflächenspannung gelang es ihnen, die auftretende Rissbildung zu reduzieren. In der verfahrenstechnischen Praxis ist die Möglichkeit zur Parametervariation allerdings oftmals begrenzt. Außerdem ist eine Beeinflussung der chemischen Zusammensetzung der Suspension nicht immer möglich, bzw. erwünscht. In diesen Fällen stellt die mechanische Verdichtung des Filterkuchens vor der Gasdifferenzdruckentfeuchtung (GDE) eine bewährte Methode dar, die Rissbildung zu verhindern. Wiedemann [5–7] führte eine umfassende systematische Untersuchung des Schrumpfvhaltens von Filterkuchen durch und korrelierte dieses mit der auftretenden Rissbildung. Dazu definierte er

das sogenannte Schrumpfpotential Δe . Dieses berechnet sich als Differenz der Porenziffer e , die das Hohlraumvolumen auf das Feststoffvolumen bezieht, vor und nach der thermischen Trocknung des Filterkuchens. Somit ist Δe ein Maß für die Volumenabnahme des Filterkuchens vom gesättigten zum trockenen Zustand hin. Er stellte fest, dass das Schrumpfpotential mit steigender Vorverdichtung des Filterkuchens abnimmt, bis ab einer bestimmten kritischen Verdichtung keine Schrumpfung mehr stattfindet. Der Agglomerationszustand der Suspension, die Partikelgrößenverteilung und die Oberflächenspannung des Fluids beeinflussen das Schrumpfvverhalten und ermöglichen daher innerhalb gewisser Grenzen eine Beeinflussung der Rissbildung. Den größten Hebel zur Einflussnahme stellt allerdings der Verdichtungszustand des Filterkuchens dar. Abbildung 2-6 zeigt hierzu exemplarisch die Abnahme der Gleichgewichtsporenziffer eines Schwarzschlammfilterkuchens mit zunehmendem Pressdruck. Die Porenziffer nach der Schrumpfung ist bis zu einem Wert des Pressdrucks von ca. 20 bar konstant. Entsprechend nimmt das Schrumpfpotential – die Differenz von Gleichgewichtsporenziffer und Schrumpfungsgrenze – mit zunehmendem Pressdruck ab. Der Vergleich mit Versuchen, bei denen der Filterkuchen zunächst verdichtet, und anschließend mechanisch mittels Gasdruck entfeuchtet wurde ergab, dass Filterkuchen mit sehr kleinem Schrumpfpotential ohne Bildung von Rissen untersättigt werden können.

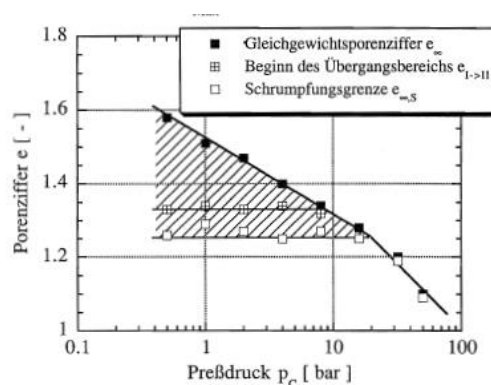


Abbildung 2-6: Verlauf von Gleichgewichtsporenziffer und Schrumpfungsgrenze mit zunehmendem Pressdruck am Beispiel von Schwarzschlamm [5].

2.3 Superposition von Kompression und Scherung zur Verdichtung gesättigter partikulärer Systeme

Die Verdichtung gesättigter partikulärer Systeme kann, wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben, durch mechanisches Pressen erreicht werden. Aus der verfahrenstechnischen Praxis ist allerdings bekannt, dass die zusätzliche Anwendung von Scherung eine weitergehende

Verdichtung ermöglicht. Stetige Scherung tritt beispielsweise in Bandfilterpressen aufgrund der Differenzgeschwindigkeit zwischen oberem und unterem Filterband während der Umlenkung auf [67,68]. Hierzu stellte Riemenschneider [67] fest, dass bei konstantem Druck mit jeder zusätzlichen Umlenkung eine weitergehende Verdichtung des Filterkuchens einhergeht. Der positive Effekt zusätzlicher stetiger Scherung auf die Verdichtung von Filterkuchen konnte ebenfalls im Labormaßstab, in Hinblick auf die Auslegung von Bandfilterpressen, nachgewiesen werden [69,70]. Weiterhin ist der Sachverhalt bei der Untersuchung des Fließverhaltens feinpartikulärer, gesättigter Systeme relevant. Tomas und Reichmann [71] entwickelten hierzu eine Press-Scher-Zelle und stellten fest, dass mit zusätzlicher Scherung ein geringerer Pressdruck vonnöten war, um den jeweils gleichen Verdichtungsgrad zu erzielen. Ähnliche Beobachtungen machten Erk [72] und Mladenchev [73]. Je nach verwendetem experimentellem Aufbau ist gar eine Vorverdichtung des Filterkuchens erforderlich, um die Überlagerung der Messung des Fließverhaltens durch Effekte der Verdichtung zu verhindern [72]. Die bisher angeführten Publikationen zeigen, dass der positive Effekt zusätzlicher Scherung auf den Verdichtungsprozess grundsätzlich bekannt ist. Laut Koenders et al. [74] und Kollmann [75] führt der Aufbau eines Haufwerks durch Krafteinwirkung in eine bestimmte Richtung zur Ausbildung einer anisotropen Struktur, die eine höhere Festigkeit in Richtung der ursprünglichen Krafteinwirkung aufweist. Da die Filterkuchenbildung grundsätzlich durch Einwirken einer Kraft in Normalenrichtung vonstattengeht, sollte die Anwendung einer zusätzlichen Kraft in Scherrichtung daher zu einer weitergehenden Verdichtung führen. Diese Anisotropie äußert sich zudem in einer Richtungsabhängigkeit der Permeabilität [23]. Auch die Untersuchung des räumlichen Schrumpfungsverhaltens legt das Potential zusätzlicher Scherung für die Verdichtung nahe. Wiedemann [7] stellte hierbei fest, dass Filterkuchen trotz vorangegangener Konsolidierung ein höheres Schrumpfpotential in lateraler als in vertikaler Richtung aufweisen.

Anschaulich ist die Darstellung des Verdichtungsprozesses unter Kombination von Scherung und Pressung in Analogie zur Schüttgutmechanik im Mohrschen Spannungsdiagramm möglich. Abbildung 2-7 zeigt hierzu exemplarisch die möglichen Verdichtungs- und Fließzustände von Partikelpackungen. Der sogenannte Verfestigungsort beschreibt hierbei Orte des Fließens unter Volumenreduktion. Er gibt Grenzspannungszustände wieder, oberhalb derer Fließen unter gleichzeitiger Verdichtung der Probe einsetzt. Der Fließvorgang schreitet fort, bis die Probe eine Packungsdichte erreicht, bei der die gegebene Kombination von Normal- und Schubspannung gerade auf dem Verfestigungsort bei dieser Packungsdichte liegt.

Superposition von Kompression und Scherung zur Verdichtung gesättigter partikulärer Systeme

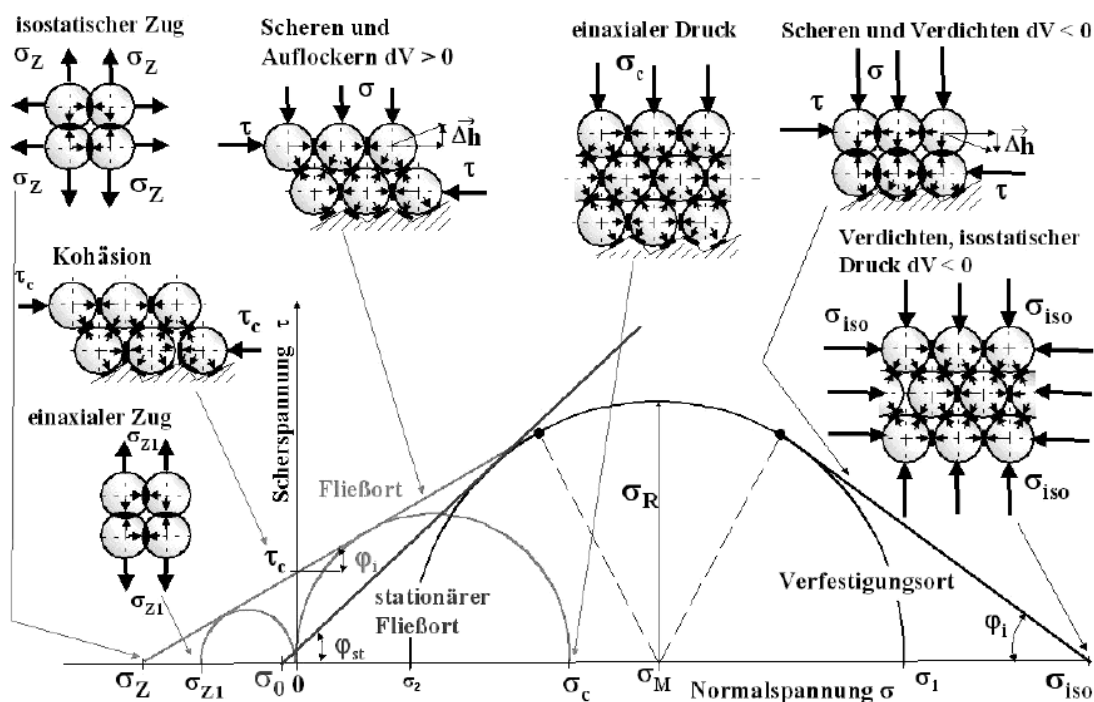


Abbildung 2-7: Verdichtungs- und Fließverhalten einer durch Normal- und Schubspannung belasteten Partikelpackung dargestellt im Mohrschen Spannungsdiagramm [76]. Das Fließen unter Volumenreduktion ist durch den Verfestigungsort, rechts in der Abbildung, gegeben.

Zum jetzigen Zeitpunkt existiert im Bereich der Fest-Flüssig-Trennung allerdings keine zusammenhängende theoretische Beschreibung des Verdichtungsverhaltens unter kombinierter Pressung und Scherung für kompressible, flüssigkeitsgesättigte Systeme. Die bisherigen Erkenntnisse sind größtenteils empirisch und die experimentellen Ergebnisse bezüglich des Einflusses bestimmter Parameter auf das Verdichtungsverhalten sind widersprüchlich. Die oben beschriebene Betrachtung im Mohrschen Spannungsdiagramm berücksichtigt ausschließlich die anliegenden Spannungen. Experimentelle Untersuchungen zeigen jedoch auch einen möglichen Einfluss der Schergeschwindigkeit auf das Verdichtungsverhalten. Ayol et al. [77] untersuchten das Entwässerungsverhalten von Faulschlamm in einer Immobilisierungszelle und beobachteten einen Einfluss der Scherrate auf die Immobilisierungszeit und somit die Entwässerung, bzw. Verdichtung der Probe. Koenders et al. [74] betrachteten den Einfluss zusätzlicher Scherung auf die Filterkuchenbildung und Konsolidierung von Titandioxid-Suspensionen. Hierbei wurde der Filterkuchen in einer Stempelpresse mit rotierbarem Pressstempel gebildet und anschließend ausgepresst. Mit steigender Drehgeschwindigkeit des Stempels - und somit steigender Scherrate - wurden dabei niedrigere Werte der Porosität erzielt. Die Untersuchungen von Vaxelaire und Olivier [78] dagegen liefern widersprüchliche Ergebnisse bezüglich des Einflusses der Scherrate. Sie untersuchten die Verdichtung von Talk-, Kaolin- und Belebtschlamm-Filterkuchen in einer Press-Scher-Zelle. Einerseits beobachteten sie eine verbesserte Verdichtung mit sinkender Anfangsku-

chenhöhe bei konstantem Pressdruck und konstanter Rotationsgeschwindigkeit des Pressstempels. Andererseits zeigte eine Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit bei konstanter Anfangskuchenhöhe und konstantem Druck keinen Einfluss auf die Verdichtung. Sowohl die Reduktion der Anfangskuchenhöhe als auch die Erhöhung der Drehgeschwindigkeit resultieren in eine Erhöhung der Scherrate. Daher kann zum jetzigen Zeitpunkt keine eindeutige Aussage über die Rolle der Scherrate für die Verdichtung getroffen werden.

In der bisherigen Darstellung wurde implizit davon ausgegangen, dass die Scherung stetig erfolgt. Prinzipiell kann Scherung jedoch auch oszillierend eingeleitet werden. Im Bereich der Fest-Flüssig-Trennung sind allerdings nach aktuellem Recherchestand keine Untersuchungen zur Anwendung oszillierender Scherung mit dem Ziel der Verdichtung von Filterkuchen bekannt. Es existieren lediglich Untersuchungen zum Eintrag von Schwingungen in vertikaler Richtung, also parallel zum Filtratfluss [79–82]. Beispiele zum positiven Einfluss oszillierender Scherung auf den Verdichtungsprozess finden sich allerdings in anderen Forschungsbereichen. Im Bereich der Partikeltechnik setzte Nicolas [83] die oszillierende Scherung zur Verdichtung von Packungen monodisperser Glas-kugeln ein. Unter Variation der Schwingungsamplitude erzielte er Packungsdichten oberhalb der dichtesten Zufallspackung. Ein Einfluss der Schwingfrequenz war nicht festzustellen. Umfangreiche Untersuchungen finden sich zudem im Bereich der Bodenmechanik. Eine zusammenfassende Darstellung der Ergebnisse von Arbeiten zur Verdichtung flüssigkeitsgesättigter drainierter Böden findet sich bei Wichtmann [84]. Die Übertragbarkeit der dort angeführten Untersuchungen auf den Fall der Filterkuchenverdichtung ist allerdings fraglich. Der Größenbereich der verwendeten Partikel liegt im Falle der Bodenmechanik in der Regel um mehrere Größenordnungen höher. In diesem Fall gewinnt zum einen die Gewichtskraft gegenüber den Partikelhaftkräften erheblich an Bedeutung. Zum anderen erhöht sich der Durchströmungswiderstand mit dem Quadrat der Partikelgröße. Es ist daher denkbar, dass bei der Verdichtung feinputikulärer Filterkuchen die Verdrängung der Porenflüssigkeit den Verdichtungsprozess letztlich limitiert.

3 Experimentelle Methoden und Apparaturen

3.1 Definition und Bestimmung typischer Werte zur Charakterisierung von Filterkuchen

Im Folgenden werden typische Werte, die zur Charakterisierung von Filterkuchen Verwendung finden, definiert und ihre im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte experimentelle Bestimmung beschrieben.

Restfeuchte

Die Restfeuchte RF eines Filterkuchens ist definiert als die Flüssigkeitsmasse m_L bezogen auf die Gesamtmasse des feuchten Filterkuchens m_{tot} . Nach Trocknung des Filterkuchens kann RF aus der feuchten Masse m_{tot} und der trockenen Feststoffmasse m_s berechnet werden:

$$RF = \frac{m_L}{m_{tot}} \cdot 100\% = \frac{m_{tot} - m_s}{m_{tot}} \cdot 100\% \quad (3-1)$$

Porosität, Porenziffer und Sättigung

Als Porosität ϵ ist der Anteil des Porenvolumens V_p am Gesamtvolumen V_{tot} des Filterkuchens definiert:

$$\epsilon = \frac{V_p}{V_{tot}} \quad (3-2)$$

Die auch im Bereich der Bodenmechanik gebräuchliche Porenziffer e bezieht das Porenvolumen V_p hingegen auf das Feststoffvolumen V_s :

$$e = \frac{V_p}{V_s} \quad (3-3)$$

Die Sättigung S beschreibt den mit Flüssigkeit gefüllten Anteil des Porenvolumens.

$$S = \frac{V_l}{V_p} \quad (3-4)$$

Definition und Bestimmung typischer Werte zur Charakterisierung von Filterkuchen

Die experimentelle Bestimmung von sowohl Porosität und Porenziffer, als auch Sättigung, erfordert in der Regel Informationen über die Geometrie des Filterkuchens, genauer gesagt dessen Gesamtvolumen V_{tot} . Für einen zylindrischen Filterkuchen ergibt sich das Filterkuchenvolumen V_{tot} aus dem Durchmesser d und der Filterkuchenhöhe h_c . Mit Kenntnis der feuchten Filterkuchenmasse m_{tot} , der Feststoffmasse m_s und der Feststoff- und Flüssigkeitsdichte ρ_s und ρ_l , können Porosität ϵ , Porenziffer e und Sättigung S gemäß Gleichung (3-5) –(3-7) berechnet werden.

$$\epsilon = \frac{V_p}{V_{tot}} = \frac{V_{tot} - V_s}{V_{tot}} = 1 - \frac{\frac{m_s}{\rho_s}}{Ah_c} = 1 - \frac{\frac{m_s}{\rho_s}}{\pi \frac{d^2}{4} h_c} \quad (3-5)$$

$$e = \frac{V_P}{V_S} = \frac{V_{tot} - V_s}{V_s} = \frac{\pi \frac{d^2}{4} h_c}{\frac{m_s}{\rho_s}} - 1 \quad (3-6)$$

$$S = \frac{\frac{m_{tot} - m_s}{\rho_l}}{\pi \frac{d^2}{4} h_c - \frac{m_s}{\rho_s}} \quad (3-7)$$

In zylindrischen Filtereinheiten, wie der im folgenden Unterkapitel beschriebenen Drucknutsche und der CP Zelle, ist der Durchmesser und somit die Grundfläche des Filterkuchens eindeutig definiert. Dies gilt allerdings nur unter der Voraussetzung, dass keine Rissbildung auftritt. Zur Auswertung rissaufweisender Filterkuchen werden daher Probenehmer eingesetzt, um Proben von definierter Geometrie zu erhalten. Die Probenehmer bestehen aus Edelstahl und verfügen über einen mittleren Innendurchmesser d von 12,0 mm (Abbildung 3-1).



Abbildung 3-1: Edelstahlprobenehmer mit Probe eines CaCO_3 -Filterkuchens (Ansicht von unten)

Eine Ausnahme stellt die Bestimmung der Porosität eines vollständig gesättigten Filterkuchens dar. In diesem Fall ist das Porenvolumen V_p mit dem Flüssigkeitsvolumen V_l

identisch und die Porosität ϵ ergibt sich aus der feuchten Gesamtmasse und der Trockenmasse des Filterkuchens gemäß Gleichung (3-8).

$$\epsilon = \frac{V_p}{V_{tot}} = \frac{V_{tot} - V_s}{V_{tot}} = 1 - \frac{\frac{m_s}{\rho_s}}{\frac{m_s + m_l}{\rho_s + \rho_l}}, \text{ für } S=1 \quad (3-8)$$

Analog kann im gesättigten Fall die Restfeuchte RF aus der Porosität ϵ und der Flüssigkeits- und Feststoffdichte berechnet werden (Gleichung (3-9)).

$$RF = \frac{m_l}{m_{tot}} \cdot 100\% = \frac{V_l \rho_l}{V_l \rho_l + V_s \rho_s} \cdot 100\% = \frac{\epsilon \rho_l}{\epsilon \rho_l + (1 - \epsilon) \rho_s} \cdot 100\% \quad (3-9)$$

Die Trocknung der Filterkuchen und der Filterkuchenproben erfolgt bei $105 \pm 5^\circ\text{C}$ über einen Zeitraum von 24 Stunden. Zur Messung der Filterkuchenhöhe kommt ein Laserabstandssensors (LK-G157, KEYENCE Deutschland GmbH, Neu-Isenburg, Deutschland) zum Einsatz, der nach dem Messprinzip der Lasertriangulation arbeitet.

3.2 Materialien und Methoden zur kuchenbildenden Filtration

In diesem Unterkapitel werden die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Versuchsaapparaturen einschließlich der experimentellen Vorgehensweisen, sowie das zusätzlich verwendete Equipment beschrieben. Unabhängig von der verwendeten Apparatur steht am Ende eines jeden Experiments in der Regel die in 3.1 beschriebene Bestimmung von Restfeuchte, Porosität und gegebenenfalls Sättigung.

3.2.1 Verwendete Filtermedien

Für den Großteil der Filtrationsexperimente kam ein Nylonfiltergewebe mit Körperbindung und einer Maschenweite von $5 \mu\text{m}$ laut Hersteller (Sefar Nitex 03-5/1, Sefar AG, Heiden, Schweiz) zum Einsatz. Um radialen Gasdurchfluss zu verhindern wurden die zugeschnittenen Filtergewebe entlang ihres Umfangs mit Plasti Dip® Flüssiggummi abgedichtet. Für Versuche, die es erforderten den Gasdurchsatz durch den Filterkuchen zu unterdrücken, fand eine hydrophile Polyethersulfon-Membran mit einer Porengröße vom $0,1 \mu\text{m}$ laut Hersteller (Supor® 100, Pall GmbH, Dreieich, Deutschland) Verwendung.

In der Vakuumfiltrationseinheit wurde ein Edelstahl-Sinterkörper als Stützstruktur für das Filtermedium eingesetzt. Hierfür wurden die Materialien SiperM R14 und SiperM R200 der Fa. Tridelta SiperM GmbH (Dortmund, Deutschland) verwendet.

Siperm R14 verfügt über eine nominale Porengröße von 8 μm und eine nominale Porosität von 36 – 41 %. Demgegenüber beträgt die nominale Porengröße von Siperm R200 65 μm und die nominale Porosität 49 – 54 %. Für die Untersuchung des Schrumpfungs- und Rissbildungsverhaltens wurde das ursprünglich in der Vakuumfilterplatte montierte Siperm R14 verwendet. Für die Durchführung der Experimente zur oszillierenden Scheuerung wurde dieses durch Siperm R200 ersetzt. Dieses erwies sich als vorteilhaft, da dessen höhere Porosität und größerer Porendurchmesser die zur Regeneration der Stützstruktur erforderlichen Standzeiten der Apparatur erheblich reduzierten.

3.2.2 Drucknutsche

Für Filtrationsexperimente unter anliegendem Gasdifferenzdruck wurde die in Abbildung 3-2 dargestellte Drucknutsche verwendet. Die Drucknutsche ist aus Edelstahl gefertigt und verfügt über einen Innendurchmesser von 50 mm. Zur besseren Entnehmbarkeit des Filterkuchens nach dem Experiment wurden zusätzlich Einsatzringe aus PEEK (Polyether Ether Keton) mit einer Wandstärke von 1,75 mm und einer Höhe von 25 mm verwendet. Somit reduziert sich die effektive Filterfläche auf 16,62 cm^2 . Das Filtermedium wird durch ein Edeltstahlgewebe gestützt. Der Trichter für den Filtratablauf kann am Ende des Experiments unter noch anliegendem Gasdifferenzdruck entfernt werden. Dies ermöglicht es, an der Unterseite des Edeltstahlgewebes anhaftendes Filtrat zu entfernen, bevor der Gasdifferenzdruck abgesteuert wird. Die Rückbefeuchtung des Filterkuchens mit Filtrat kann somit reduziert werden. Der Deckel der Nutsche ist mit einem Sichtglas ausgestattet, das eine optische Bestimmung des Endes der Kuchenbildung ermöglicht. Zudem kann der in Kapitel 3.1 beschriebene Laserabstandssensor oberhalb des Sichtglases montiert werden, so dass eine *in-situ* Messung der Filterkuchenhöhe während der Filtration möglich ist. Da der Laserabstandssensor über einen begrenzten Arbeitsabstand von 11 bis 19 cm verfügt, kam in diesem Fall ein Nutschenkörper mit reduzierter Höhe zum Einsatz. Im Folgenden werden die verschiedenen an der Drucknutsche durchgeführten Experimententypen detailliert beschrieben.

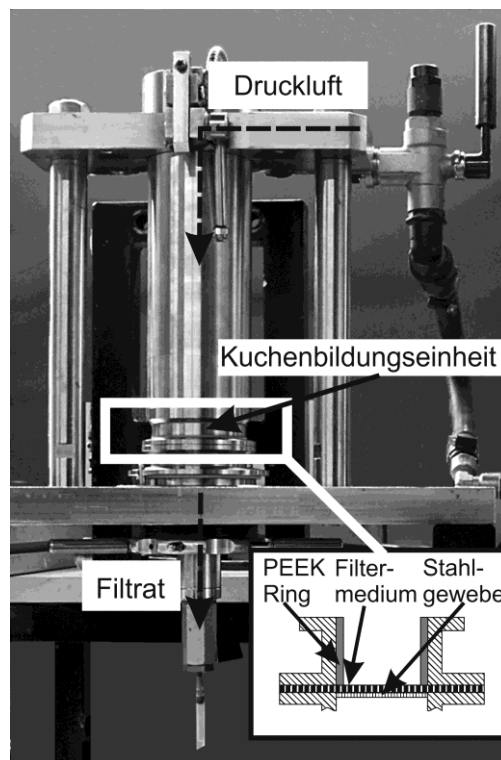


Abbildung 3-2: Zur Durchführung der Filtrationsexperimente verwendete Drucknutsche mit schematischer Darstellung der Kuchenbildungseinheit [85].

Bestimmung der Kapillardruckkurve unkonsolidierter Filterkuchen

Die zuvor beschriebene Drucknutsche ermöglicht die Bestimmung der Kapillardruckkurve unkonsolidierter Filterkuchen mittels eines automatisierten Entfeuchtungsexperiments. Dieses beruht auf der Verwendung eines elektronisch gesteuerten Druckreglers (Fa. SMC Pneumatik GmbH, Egelsbach). Zunächst erfolgt die Filterkuchenbildung bei einer definierten Druckdifferenz Δp . Kurz vor Ende der Kuchenbildung wird der anliegende Druck abgesteuert. Anschließend erfolgt eine graduelle Entfeuchtung des Filterkuchens: Von einem minimalen Gasdruck von 30 kPa ausgehend wird die Druckdifferenz schrittweise bis zu einem maximalen Wert von 400 kPa erhöht. Während jeder Druckstufe wird die anfallende Filtratmenge elektronisch aufgezeichnet. Fällt über einen Zeitraum von zehn Minuten kein weiteres Filtrat an, wird die Druckdifferenz automatisch auf den nächsthöheren Wert geregelt. Aus der Restfeuchte des Filterkuchens nach Erreichen der letzten Druckstufe kann durch Bilanzieren des jeweils angefallenen Filtrats die Restfeuchte zu jeder einzelnen Druckstufe berechnet werden.

Bestimmung des globalen Durchströmungswiderstands von unkonsolidierten und konsolidierten Filterkuchen

Um die Änderung des Filterkuchenwiderstands vom unkonsolidierten zum konsolidierten Zustand zu bestimmen, wurde die bei Nicolaou [18] zur Bestimmung des Durchströmungswiderstands beschriebene Vorgehensweise modifiziert. Zunächst erfolgt die Filterkuchenbildung. Diese wird kurz vor ihrem Abschluss durch Absteuern der Gasdruckdifferenz unterbrochen. Anschließend wird mithilfe einer Pipette vollentsalztes Wasser (VE-Wasser) auf die Filterkuchen-, bzw. Suspensionsoberfläche aufgegeben. Der Filterkuchen wird anschließend mit einer Gasdruckdifferenz von 20 kPa beaufschlagt. Bei Erreichen einer Filtratmenge von circa 5 Gramm wird die Durchströmung durch Absteuern der Druckdifferenz beendet. Hierbei wurde sichergestellt, dass beim Absteuern immer ein Flüssigkeitsspiegel auf der Filterkuchenoberfläche erhalten blieb, eine Verfälschung des Ergebnisses durch eine der Durchströmung überlagerte Untersättigung oder Konsolidierung also ausgeschlossen war. Die soeben beschriebene Vorgehensweise wurde am selben Filterkuchen zweimal wiederholt, um die Gültigkeit der Messung zu gewährleisten. Details hierzu sind in [18] aufgeführt. Anschließend wird der Filterkuchen konsolidiert. Hierfür wird ein aus Latex-Gel hergestellter gasundurchlässiger Pressbalg auf den Filterkuchen aufgesetzt und anschließend mit Gasdifferenzdruck beaufschlagt. Dieses Verfahren fand unter anderem auch bei Wiedemann [5] und Heuser [86] Verwendung. Der verwendete Gasdifferenzdruck hat dabei den gleichen Wert wie der zuvor verwendete Kuchenbildungsdruck. Nach Abschluss der Konsolidierung wird der Pressbalg entfernt und der Filterkuchen erneut drei Mal, wie zuvor beschrieben, mit VE-Wasser durchströmt. Es folgt die gravimetrische Restfeuchtebestimmung. Aus dem jeweiligen Filtratfluss kann der globale Durchströmungswiderstand R für den unkonsolidierten und konsolidierten Zustand gemäß Gleichung (2-1) berechnet werden. Der hierbei ermittelte Widerstand beinhaltet auch den Widerstand des verwendeten Filtermediums. Da anzunehmen ist, dass dieser durch den Konsolidierungsprozess nicht verändert wird, ist ein Vergleich der so ermittelten Werte gerechtfertigt.

Bestimmung der Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht

Zur Bestimmung der Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht wird der Filterkuchen beim jeweiligen Kuchenbildungsdruck gebildet und nach Abschluss der Kuchenbildung ohne Unterbrechung der Druckluftzufuhr für eine Stunde entfeuchtet. Innerhalb dieses Zeitraums kam der Filtratfluss bei allen durchgeführten Experimenten zum Erliegen. Während der Entfeuchtung erfolgte die Überwachung des Gasdurchsatzes mithilfe eines Mass Flow Meters der MKS Instruments Deutschland GmbH mit einer oberen Messgrenze von 2 l/min bezogen auf Referenzbedingungen von 101,325 kPa und 0°C. Der gemessene Wert lag zu keinem Zeitpunkt oberhalb des Grundrauschens. Es ist

daher davon auszugehen, dass die verwendete Filtermembran den Gasdurchsatz unterdrücken konnte.

Bestimmung der Entfeuchtungskinetik

Die Bestimmung der Entfeuchtungskinetik erfolgte in einem Standard Filtrationsexperiment: Der Filterkuchen wird bei einem bestimmten Gasdifferenzdruck gebildet und unter Variation der Entfeuchtungszeit t_2 entfeuchtet, bzw. untersättigt. Für die Bestimmung der Entfeuchtungskinetik konsolidierter Filterkuchen kam eine leicht abweichende Vorgehensweise zum Einsatz: Die Filterkuchenbildung wird, wie im vorigen Abschnitt beschrieben, kurz vor Abschluss unterbrochen. Zur Konsolidierung dient wiederum der bereits beschriebene Latex-Pressbalg. Nach Entfernen des Pressbalgs erfolgt die Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck.

3.2.3 Kompressions-Permeabilitäts Zelle (CP Zelle)

Die Experimente wurden an der bei Alles [24] beschriebenen Versuchsanordnung durchgeführt, deren Presseinheit in Abbildung 3-3 dargestellt ist. Diese Kompressions-Permeabilitäts Zelle verfügt über eine Filterfläche von 51,5 cm². Die Verdichtung erfolgt mittels eines pneumatisch betriebenen Pressstempels. Die Zelle ist mit zwei filtrierenden Flächen ausgestattet, eine an der Unterseite und eine an der Oberseite der Kuchenbildungseinheit. Somit ist prinzipiell eine beidseitige Filtration möglich. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Apparatur jedoch derartig betrieben, dass der Filterkuchenaufbau lediglich am unteren Filtermedium erfolgt. Mittels eines am Pressstempel installierten elektronischen Wegaufnehmers (TLH100, Novotechnik, Deutschland, in Abbildung 3-3 nicht dargestellt) wird die Position des Pressstempels – und somit die Filterkuchenhöhe – zu jedem Zeitpunkt erfasst. Durch Bohrungen im Pressstempel kann eine Durchströmung des Filterkuchens Flüssigkeit aus einem Vorlagebehälter, oder eine Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck erfolgen.

Bestimmung der Materialfunktionen von Porosität und Widerstand

Die Bestimmung der Materialfunktionen $\varepsilon(\Delta p)$ und $r_c(\Delta p)$, bzw. $\alpha_m(\Delta p)$ erfolgt in einem automatisierten Entfeuchtungsexperiment. Hierbei wird der Filterkuchen unter schrittweiser Erhöhung des Stempeldrucks verdichtet. Der minimal realisierbare Druck wird durch die innere Reibung der Apparatur limitiert und liegt bei circa 50 kPa [24]. Im Allgemeinen erfolgte die Verdichtung in einem Druckbereich von 50 bis 1000 kPa. Die Dauer einer Pressstufe wird aus Vorversuchen für jedes verwendete Versuchsmaterial individuell bestimmt und betrug für PCC und Kaolin 60 Minuten und zehn Minuten für GCC.

Die sich bei einer bestimmten Druckdifferenz Δp einstellende Porosität ε und Restfeuchte RF berechnet sich aus der bei der jeweiligen Druckdifferenz gemessenen Kuchenhöhe gemäß Gleichung (3-5), bzw. (3-9). Die Kuchenhöhe wird hierbei am Ende der jeweiligen Druckstufe aus den Messwerten der letzten 100 Sekunden (PCC, Kaolin), bzw. 30 Sekunden (GCC) gemittelt.

Zur Bestimmung des spezifischen Kuchenwiderstands α_m (massenbezogen), bzw. r_c (längenbezogen) folgt auf jede Verdichtungsstufe eine Durchströmung des Filterkuchens mit VE-Wasser bei einer Druckdifferenz von 20 kPa. Der am Filterkuchen anliegende Pressdruck wird hierbei aufrechterhalten. Aus dem linearen Bereich des zeitlichen Filtratanfalls erfolgt die Bestimmung des flächenspezifischen Flusses q , somit ist die Berechnung des spezifischen Widerstands α_m gemäß Gleichung (3-10) möglich. Der Mediumwiderstand setzt sich aus den Anteilen des oberen und des unteren Mediums zusammen. Bei Verwendung eines Filtertuchs wird der aus der Kuchenbildungsgleichung gemäß Gleichung (2-6) berechnete Widerstand verwendet. Der Widerstand der Membran wird aus einem Durchströmungsversuch mit VE-Wasser bei einer Druckdifferenz von 20 kPa anhand der Darcy-Gleichung (Gleichung (2-1)) bestimmt.

$$\alpha_m = \frac{1}{w_{s,c}} \left(\frac{\Delta p}{\eta q} - R_m \right) \quad (3-10)$$

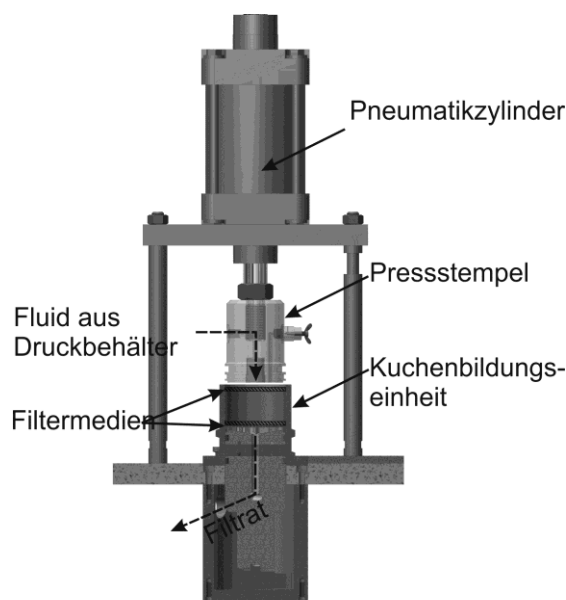


Abbildung 3-3: Schematische Darstellung der verwendeten Kompressions-Permeabilitäts-Zelle [85].

Bestimmung der Kapillardruckkurve konsolidierter Filterkuchen

Die Bestimmung der Kapillardruckkurve erfolgte nach Pressung des Filterkuchens ins Verdichtungsgleichgewicht. Hierbei wurde die Gasdruckdifferenz analog zum in 3.2.2 beschriebenen Drucknutschenexperiment schrittweise erhöht, und nach Abschluss des Experiments die Flüssigkeitsmengen bilanziert.

Kombinierte Pressung und Untersättigung

Zur Durchführung einer Pressung mit anschließender Untersättigung des Filterkuchens wurde als unteres Filtermedium eine gasundurchlässige Membran eingesetzt. Am Pressstempel wurde ein gasdurchlässiges Filtertuch verwendet. Zunächst wurde der Filterkuchen mittels Pressstempel gebildet und konsolidiert, bis ein Konsolidierungsgrad $U_c = \frac{\varepsilon_{t=0} - \varepsilon(t)}{\varepsilon_{t=0} - \varepsilon_{end}}$ von größer 99% - bezogen auf die im Kompressibilitätsexperiment erreichte Porosität – erreicht war. Anschließend wurde die Stempelposition fixiert und der Filterkuchen durch Anlegen eines Gasdifferenzdrucks untersättigt. Hierbei entsprach die Höhe des Gasdifferenzdrucks der des zuvor angelegten Pressdrucks.

3.2.4 Vakuumfiltereinheit

Die verwendete Vakuumfiltereinheit – dargestellt in Abbildung 3-4 – verfügt über eine rechteckige Filterfläche A von $(6 \times 12) \text{ cm}^2 = 72 \text{ cm}^2$. Die Filterfläche kann als einzelnes Filterelement eines Drehtrommelfilters, oder als Ausschnitt aus einem Bandfilter interpretiert werden, und ist somit in Bezug auf die Beurteilung der Rissbildung näher an der technischen Realität als die zuvor beschriebenen zylindrischen Filtereinheiten. Der Einfluss der Filtergeometrie auf das Filtrations- und Verdichtungsverhalten ist in der Regel vernachlässigbar, beeinflusst aber erwiesenermaßen die Rissbildung [63]. Da bei einer rechteckigen Geometrie die absolute Schrumpfung in x - und y -Richtung unterschiedlich ist, sollte es im Vergleich zu einer rotationsymmetrischen Geometrie zu Unterschieden im Spannungsaufbau und entsprechend im Rissbildungsverhalten kommen.

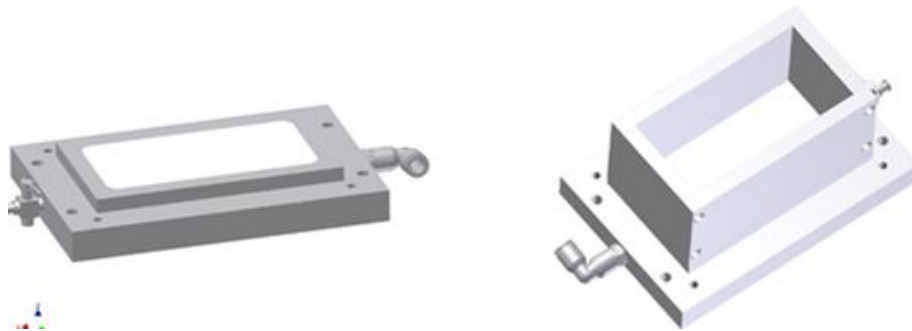


Abbildung 3-4: Grundplatte der Vakuumfiltereinheit (links). Vakuumfiltereinheit mit Einfassung für die Kuchenbildung (rechts).

Die Kuchenbildung wird in der Regel bei einer Druckdifferenz $\Delta p=80$ kPa durchgeführt. Zur Erzeugung des Vakuums dient eine Vakuumpumpe vom Typ UNO 6 der Pfeiffer Vacuum GmbH, Asslar, Deutschland.

Zu Beginn jedes Versuchstages wurde die Filterplatte mit einer festgesetzten Menge VE-Wasser bei einer Druckdifferenz Δp von 80 kPa durchströmt. Verblockung des Filtermediums oder des Stützgewebes konnten so anhand eines Anstiegs der für die vollständige Durchströmung erforderlichen Zeit erkannt werden. In diesem Fall wurde das Stützgewebe mittels Zitronensäure gereinigt und das Filtermedium ersetzt.

3.2.5 Druckbehälter zur Überdruckentfeuchtung

Die Untersättigung des in der Vakuumfilterplatte gebildeten Filterkuchens erfolgt durch Beaufschlagung mit Überdruck. Hierzu wird die Filterplatte in einen Druckbehälter eingebaut und der Vakuumschlauch der Filterplatte als Filtratleitung genutzt. Als Basis dient ein Druckbehälter der Fa. Wolftechnik (Typ 04WTMZ-24-F50-SS-TV, Wolftechnik Filtersysteme GmbH, Weil der Stadt, Deutschland), der am Institut für MVM für den genannten Einsatzfall angepasst wurde. Messtechnisch erfasste Größen sind der Behälterinnendruck sowie der Gasdurchsatz. Die Erfassung des Filtratflusses ist aufgrund des großen Totvolumens im Filtratablaufsystem der Filterplatte und der nach außen führenden Verschlauchung nicht möglich.

3.3 Untersuchung des Schrumpfungs- und Rissbildungsverhaltens

Die Bewertung des Rissbildungsverhaltens erfolgt anhand des Anteils der Rissfläche an der Gesamtfläche des Filterkuchens. Dieser wird mittels Bildanalyse bestimmt. Zur Bildaufnahme dient eine Canon PowerShot SX260HS. Zur Bildbearbeitung und -auswertung wird die public domain Software ImageJ 1.47b eingesetzt. Zunächst werden die nicht relevanten Randbereiche der Aufnahmen entfernt. Anschließend erfolgt eine Umwandlung in ein 8-bit-Graustufenbild. Durch Anpassen des Schwellwerts können die Risse vom Hintergrund getrennt und deren Flächenanteil bestimmt werden.

Die Kombination von Bildanalyse und Höhenmessung mittels des Laserabstandssensors (LK-G157, KEYENCE Deutschland GmbH, Neu-Isenburg, Deutschland) erlaubt die Analyse des räumlichen Schrumpfungsverhaltens. Hierzu werden Filtrationsexperimente bei jeweils identischen Bedingungen durchgeführt, wobei einmal die Höhenänderung des Filterkuchens und einmal das Risswachstum messtechnisch erfasst wird. Aufgrund der Zugänglichkeit erfolgt die Analyse des räumlichen Schrumpfungsverhaltens ausschließ-

lich für Filtrationsexperimente unter Nutzung der in Kapitel 3.2.4 beschriebenen Vakuumfiltereinheit.

3.4 Verdichtung mittels oszillierender Scherung: Experimenteller Aufbau und Versuchsführung

Die Apparatur zur Verdichtung mittels oszillierender Scherung beinhaltet als Kernstück die bereits in Kapitel 3.2.4 beschriebene Vakuumfiltereinheit. Um oszillierende Scherung in den Filterkuchen eintragen zu können, wurde die Umrandung der Filterplatte mit einer Durchführung ausgestattet. Abbildung 3-6 zeigt den Aufbau zur Erzeugung der oszillierenden Scherung. Hierfür wird die Drehbewegung eines Elektromotors über einen modifizierten Kurbeltrieb in eine horizontale Bewegung umgewandelt. Bei dem verwendeten Elektromotor handelt es sich um einen Motor des Typs M2VA71B2 der Firma ABB. Die Drehzahl des Motors kann mit Hilfe eines Frequenzumrichters stufenlos bis zu einer maximalen Drehzahl von $3000 \text{ U} \cdot \text{min}^{-1}$ geregelt werden. Somit sind Oszillationsfrequenzen von bis zu 50 s^{-1} realisierbar. Die Umwandlung der Rotationsbewegung in eine lineare Bewegung erfolgt über ein Pleuel bei einer Exzentrizität $e_e=3 \text{ mm}$ und einer Länge der Pleuelstange $l=259 \text{ mm}$. Für die Umwandlung der vertikalen in eine horizontale Bewegung dient der in Abbildung 3-6 dargestellte, drehbar gelagerte L-förmige Hebel. Der am L-Hebel montierte Stößel führt im Versuch die in den Filterkuchen eingetragene Schwingung aus. Die Gesamtauslenkung des Stößels in die positive x-Richtung während einer Schwingung wird als maximale Scherlänge l_s definiert. Diese kann durch Änderung der Montageposition des Stößels am L-Hebel in diskreten Abständen variiert werden. Die Scherlänge l_s berechnet sich aus der Exzentrizität e_e und den Abmessungen des Hebels s_1 und s_2 gemäß folgender Gleichung:

$$l_s = 2e_e \cdot \frac{s_2}{s_1} \quad (3-11)$$

Über eine Edelstahlplatte (im Folgenden als Übertragerplatte bezeichnet) wird die Schwingung schließlich in den Filterkuchen eingetragen. Stößel und Übertragerplatte werden hierzu verbunden. Um einen definierten Kontakt zwischen Filterkuchen und Übertragerplatte herzustellen, wird die Übertragerplatte mittels einer Feder mit Federkonstante 4 N/cm durch einen Pneumatikzylinder (in Abbildung 3-5 und Abbildung 3-6 nicht dargestellt) angepresst. Der Pneumatikzylinder fährt beim Anpressen komplett aus, ohne die Platte zu berühren. Die auf die Platte ausgeübte Kraft ist daher unabhängig vom am Pneumatikzylinder anliegenden Druck und wird allein von der Federkonstante bestimmt. Durch Messung der Federdeformation konnte der hierdurch ausgeüb-

Verdichtung mittels oszillierender Scherung: Experimenteller Aufbau und Versuchsführung

te Druck abgeschätzt werden. Federkraft und Eigengewicht der Überträgerplatte resultieren in eine Druckbelastung des Filterkuchens im Bereich von 2-3 kPa und sind daher vernachlässigbar. Die Variation der während der Verdichtung am Filterkuchen anliegenden Druckdifferenz Δp_{osz} erfolgt mittels der auch zur Kuchenbildung verwendeten Vakuumpumpe. Hierbei wird angenommen, dass die Platte gasdicht am Filterkuchen anliegt und an diesen angesaugt wird. Gegenüber einer externen Einrichtung zur Aufbringung von Presskräften bietet diese Variante den Vorteil der einfachen Realisierbarkeit, zudem ist keine zusätzliche Schwingungsentkopplung erforderlich. Da bei der Ausführung der Schwingung ein Randbereich des Filterkuchens von der Größenordnung der Scherlänge l_s allerdings freiliegt, ist eine Überlagerung der Verdichtung durch Filterkuchenschumpfung nicht vollständig auszuschließen.

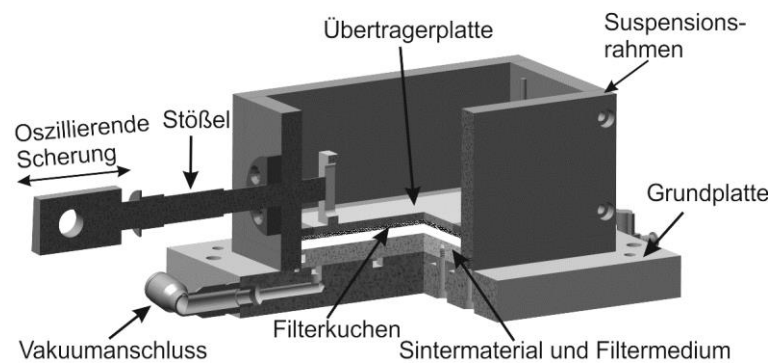


Abbildung 3-5: Vakuumfiltereinheit mit Aufbau zum Eintrag oszillierender Scherung [87].

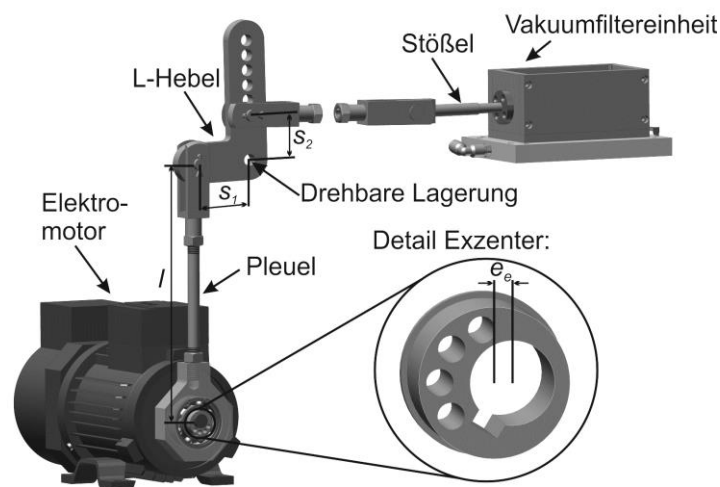


Abbildung 3-6: Gesamtdarstellung des Aufbaus zur Verdichtung mittels oszillierender Scherung [87].

Im Gegensatz zu Messaufbauten, die auf der Rotation eines Presskolbens beruhen [74,77,78], liegt bei dem beschriebenen Aufbau eine konstante Scherrate über der Fläche vor. Allerdings variiert die Scherrate innerhalb einer Schwingung gemäß der Geschwindigkeitsgleichung für die harmonische Schwingung. Zur Untersuchung des Einflusses von Frequenz und Scherlänge auf die Verdichtung wird daher die mittlere Scherrate bezogen auf eine vollendete Schwingung berechnet. Die Berechnung erfolgt in Analogie zum aus der Rheologie bekannten klassischen Zwei-Platten-Modell gemäß Gleichung (3-12) aus der Geschwindigkeit der Platte v und dem Plattenabstand h . Die mittlere Geschwindigkeit der Platte ergibt sich aus der doppelten Scherlänge l_s und der Frequenz f . Für den Plattenabstand h wird die Filterkuchenhöhe zu Beginn des Experiments $h_{c,0}$ eingesetzt.

$$\dot{\gamma}_m = \frac{v}{h} = \frac{2l_s f}{h_{c,0}} \quad (3-12)$$

Die Filterkuchenhöhe nimmt über die Dauer des Experimentes ab. Somit steigt die Scherrate im Gegenzug an. Dieser Aspekt wird in der vereinfachten Betrachtung des Einflusses der Scherrate vernachlässigt.

Die Kuchenbildung erfolgt in der Regel bei einem Vakuum von 80 kPa. Sobald etwa die Hälfte der Kuchenoberfläche sichtbar matt ist, wird die Kuchenbildung durch Absteuern des Vakuums unterbrochen. Traten zu diesem Zeitpunkt bereits Risse auf, gilt der Versuch als ungültig und wird abgebrochen. Bei rissfreier Oberfläche wird im nächsten Schritt die Überträgerplatte auf den Filterkuchen aufgesetzt und mit dem Stößel der Apparatur zur Erzeugung von oszillierender Scherung verbunden. Nach Montage der Feder am Kolben des Pneumatikzylinders wird diese auf die Überträgerplatte gefahren. Mit erneutem Aufsteuern des Vakuums und zeitgleichem Starten des Elektromotors beginnt die Verdichtungsphase. Nach Ablauf der jeweils festgelegten Verdichtungszeit wird der Elektromotor ausgeschaltet, die Filterplatte belüftet und das Vakuum abgesteuert, und schließlich die Feder entspannt. Nach Entfernen der Überträgerplatte schließen sich zwei mögliche Vorgehensweisen an: Entweder erfolgt direkt die Analyse des Filterkuchens, oder der Filterkuchen wird zuvor unter Vakuum, bzw. unter Überdruck im Druckbehälter, weiter entfeuchtet.

4 Charakterisierung der verwendeten Modellsysteme¹

In diesem Kapitel ist die Charakterisierung der untersuchten Modellsysteme hinsichtlich ihrer physikochemischen, sowie ihrer Filtrations- und Verdichtungseigenschaften dargestellt. Insgesamt wurden drei verschiedene Modellmaterialien verwendet: Gefälltes Calciumcarbonat (PCC), gemahlener Kalkstein (GCC) sowie Kaolin. PCC neigt stark zur Rissbildung. Daher wurde es als Modellmaterial für die Untersuchung des Einflusses der Konsolidierung auf das Entfeuchtungsverhalten, sowie zur Untersuchung des Einflusses der Verdichtung mittels oszillierender Scherung auf die Rissbildung verwendet. GCC und Kaolin dienten als zusätzliche Versuchsmaterialien für die Untersuchung der Verdichtung durch oszillierende Scherung. Die Partikelsysteme wurden zur Herstellung der Suspensionen jeweils in VE-Wasser (Leitfähigkeit $<10 \mu\text{S}/\text{cm}$) mittels eines Magnetrührers suspendiert. Alle Suspensionen wurden an ihrem natürlichen pH, innerhalb von 24 h nach dem Ansetzen verwendet. Tabelle 4-1 fasst die für die verwendeten Materialien jeweils eingestellten Volumenkonzentrationen der Suspensionen zusammen. Hierbei erfolgte für die Materialien GCC und Kaolin eine Orientierung an den bei Wiedemann [5] und Alles [24], bzw. Erk [72] angegebenen Werten. Für die Messungen in der Vakuumfilterplatte sowie in der CP Zelle war für das System PCC aufgrund des zur Verfügung stehenden Volumens der Apparatur eine Erhöhung der Konzentration erforderlich, um praktikable Werte der Filterkuchenhöhe zu erzielen. Da die Volumenkonzentration der PCC-Suspension beim Übergang von der Drucknutsche auf die anderen Apparaturen beträchtlich erhöht werden musste, erfolgte eine Analyse des Sedimentationsverhaltens der Suspension im Erdschwerefeld bei einer Volumenkonzentration von 10% im LumiReader® (LUM GmbH, Berlin, Deutschland). Diese ergab, dass bereits bei dieser Volumenkonzentration Zonensedimentation auftritt, ein Unterschied im Filterkuchenaufbau innerhalb des verwendeten Konzentrationsbereichs ist somit auszuschließen. Für die genaue Beschreibung des Messsystems LumiReader®, sowie der Vorgehensweise und Auswertung zur Bestimmung des Sedimentationsverhaltens sei beispielsweise auf [88] verwiesen. Eine Ausnahme stellt das System GCC dar. Hier wurde vor der Verdichtung in der CP Zelle zunächst ein Filterkuchen bei einer Druckdifferenz von 80 kPa gebildet und dieser anschließend in die Presseinheit der CP Zelle überführt. Hierfür kam die bei Alles [89] beschriebene Drucknutsche zum Einsatz.

¹ Die im Folgenden für das System PCC dargestellte Charakterisierung, sowie die Anpassung der Porositäts- und Widerstandsfunktion wurde im Rahmen von [85] veröffentlicht und mit Genehmigung von Taylor & Francis in dieser Dissertation verwendet.

Tabelle 4-1: Verwendete Volumenkonzentrationen der Suspensionen in den verschiedenen Apparaturen

Partikelsystem	Volumenkonzentration / %		
	Drucknutsche	Vakuumfilterplatte	CP Zelle
PCC	10	20	25
GCC	n.v.	20	20
Kaolin	n.v.	10	10

4.1 Charakterisierung von Partikelsystem und Suspension

Die Bestimmung der volumetrischen Partikelgrößensummenverteilung $Q_3(x)$ aller verwendeten Partikelsysteme erfolgt an in VE-Wasser suspendierten Partikeln mittels Laserbeugung am Messsystem HELOS H0309 (Sympatec GmbH, Deutschland). Die Partikelgrößenverteilungen sind in Abbildung 4-1 dargestellt. Die mittlere Partikelgröße $x_{50,3}$ findet sich – wie alle weiteren bestimmten Parameter – in Tabelle 4-2. Als charakteristisches Maß für die Verteilungsbreite dient der gemäß Gleichung (4-1) berechnete span.

$$span = \frac{x_{90} - x_{10}}{x_{50}} \quad (4-1)$$

Die beiden CaCO_3 -Systeme PCC und GCC zeigen einen ähnlichen mittleren Partikeldurchmesser, unterscheiden sich allerdings in der Verteilungsbreite. PCC weist eine wesentlich engere Verteilung auf. Kaolin weist eine breitere Partikelgrößenverteilung auf, die im Vergleich zu den CaCO_3 -Systemen zu leicht höheren Partikelgrößen hin verschoben ist.

Tabelle 4-2: Zusammenfassung der gemessenen physikochemischen Eigenschaften der verwendeten Modellsysteme

Partikel-system	Feststoffdichte ρ_s / $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	Mittlere Partikel-größe $x_{50,3}$ / μm	span / -	Spezifische Ober-fläche A_s^* / $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$
PCC	2610	5,2	1,4	$4,1 \pm 0,8$
GCC	2700	5,4	3,1	n.v.
Kaolin	2600	8,1	3,0	$12,2 \pm 0,2$

* Mittelwert und absolute Abweichung aus Doppelbestimmung

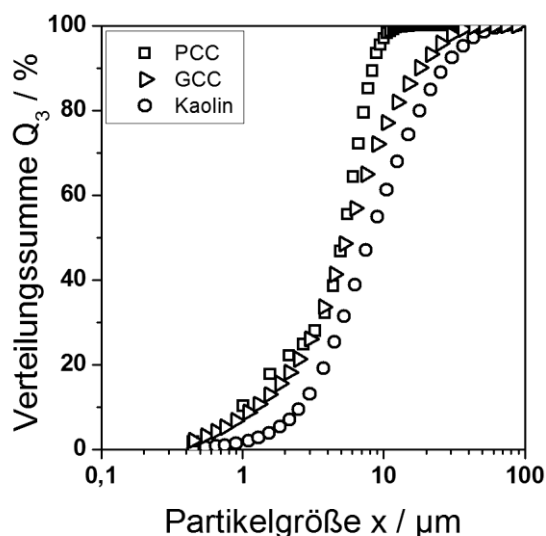


Abbildung 4-1: Summenverteilung der verwendeten Partikelsysteme, bestimmt mit dem Messsystem HELOS H0309 (Sympatec GmbH, Deutschland) an in VE-Wasser suspendierten Partikeln.

Zur Messung der spezifischen Oberfläche A_s dient das System Autosorb 1 (Quantachrome, USA) mit Stickstoff als Adsorptionsgas. Vor der Messung werden die Proben für 2 Stunden bei 250°C unter einem Vakuum von 20 millitorr ausgeheizt. Der in Tabelle 4-2 dargestellte Messwert stellt den Mittelwert, unter Angabe der absoluten Abweichung aus einer Doppelbestimmung, dar. Die Dichtebestimmung erfolgt im Multivolume Gaspyknometer MP 1305 der Micromeritics GmbH, Aachen, Deutschland mit Helium 5.0 bei einer Temperatur von 20 °C. Zuvor werden die Proben bei 130°C mittels Infrarottrocknung ausgeheizt. Zeta Potential, pH und Leitfähigkeit der Suspensionen werden mittels eines AcoustoSizer II (Colloidal Dynamics, USA) bei einer Temperatur von 20 °C bestimmt. Die resultierenden Messwerte sind ebenfalls in Tabelle 4-3 zusammengefasst.

Tabelle 4-3: Zusammenfassung der gemessenen physikochemischen Eigenschaften der Suspensionen

Suspension	Zetapotential / mV	pH / -	Leitfähigkeit / mS·cm ⁻¹
PCC	12,7	10,1	23,0
GCC	7,5	9,2	11,1
Kaolin	-24,3	5,9	12,3

Für Aufnahmen am Rasterelektronenmikroskop (REM) erfolgt zunächst eine Suspendierung der Partikel in VE-Wasser. Anschließend wird die Suspension über eine Nucleopore-Membran abfiltriert. Die Membran mit den abgeschiedenen Partikeln wird im REM vermessen. Durch diese Vorgehensweise sind Aufnahmen vereinzelter Partikeln möglich. Repräsentative Aufnahmen aller drei Partikelsysteme sind in Abbildung 4-2 darge-

stellt. Die Systeme PCC und GCC bestehen aus unregelmäßig geformten, kantigen Partikeln, während das System Kaolin charakteristisch plättchenförmige Partikeln aufweist.

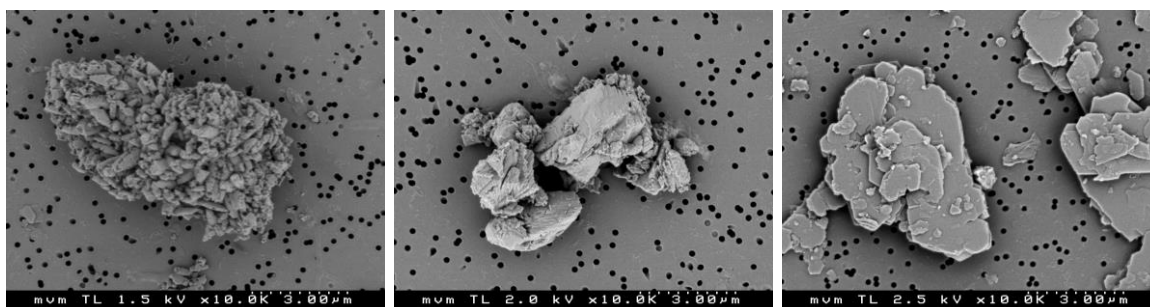


Abbildung 4-2: REM-Aufnahmen von Einzelpartikeln der Systeme PCC (links), GCC (Mitte) und Kaolin (rechts) auf Nuclepore-Membran.

4.2 Filtrations- und Verdichtungsverhalten der verwendeten Modellsysteme

Alle verwendeten Materialien zeigen mehr oder weniger stark ausgeprägtes kompressibles Verhalten, das heißt die Porosität nimmt mit steigendem Pressdruck ab, während der spezifische Widerstand entsprechend zunimmt (Abbildung 4-3). Für PCC kann eine leichte Änderung der Steigung von sowohl Porosität als auch spezifischem Widerstand im Bereich höheren Drucks beobachtet werden. Dies lässt auf eine Änderung des Verdichtungsmechanismus schließen. Während die Verdichtung im niedrigen Druckbereich in der Regel auf Umlagerungsprozessen beruht, können bei erhöhtem Druck weitere Mechanismen zum Tragen kommen, wie in 2.1.2 beschrieben. Als Konsequenz ist die Modellierung des Verdichtungsverhaltens von PCC nur jeweils innerhalb des linearen Bereichs der Porositäts-, bzw. Widerstandsfunktion sinnvoll. Die Modellierung erfolgte durch Anpassung von Gleichung (2-8) und (2-9) an die experimentellen Daten mittels eines Levenberg-Marquardt Algorithmus. Im Fall von PCC wurde die Modellierung der Daten auf den Druckbereich bis einschließlich 600 kPa beschränkt. Die verwendeten festen Parameter sowie die Anpassungsparameter sind Tabelle 4-4 zu entnehmen. Für die Anpassung der Messdaten der Porosität wurde der für ε_0 verwendete Wert aus Sedimentationsversuchen im Standzylinder bestimmt. Hierzu ist einschränkend anzumerken, dass in einem Sediment die unteren Partikelschichten durch das Gewicht der oberen Lagen belastet werden. Somit ist die aus einem Sedimentationsversuch bestimmte Porosität lediglich ein Näherungswert für die Porosität des unbelasteten Sediments. Dennoch ist diese Methode zur Bestimmung von ε_0 in der Literatur weit verbreitet [71,90–92]. Der Widerstand des unbelasteten Haufwerks, $\alpha_{m,0}$, wurde als Anpassungsparameter definiert. Eine Ausnahme stellt das Partikelsystem GCC dar. Bei der verwendeten Volumenkonzentration liegt Schwarm sedimentation vor. Es ist daher

davon auszugehen, dass die aus dem Sedimentationsversuch ermittelte Porosität nicht repräsentativ für die Porosität des durch kuchenbildende Filtration erzeugten Haufwerks ist. Der Parameter ε_0 wurde daher in diesem Fall ebenfalls als Anpassungsparameter definiert.

Tabelle 4-4: Anpassungsparameter der verschiedenen Versuchsmaterialien für die Anpassung der Porositätsfunktion und Widerstandsfunktion gemäß Gleichung (2-8) und (2-9)

Modellsystem	$\varepsilon_0 / -$	$\alpha_{m,0} / \text{m} \cdot \text{kg}^{-1}$	p_0 / kPa	$\beta / -$	$n / -$
PCC	0,75*	1,76E10	0,12	0,062	0,283
GCC	0,66	1,00E10	0,0002	0,035	0,157
Kaolin	0,86*	0,77E10	0,16	0,133	0,717

* Festgelegter Wert aus Sedimentationsversuch.

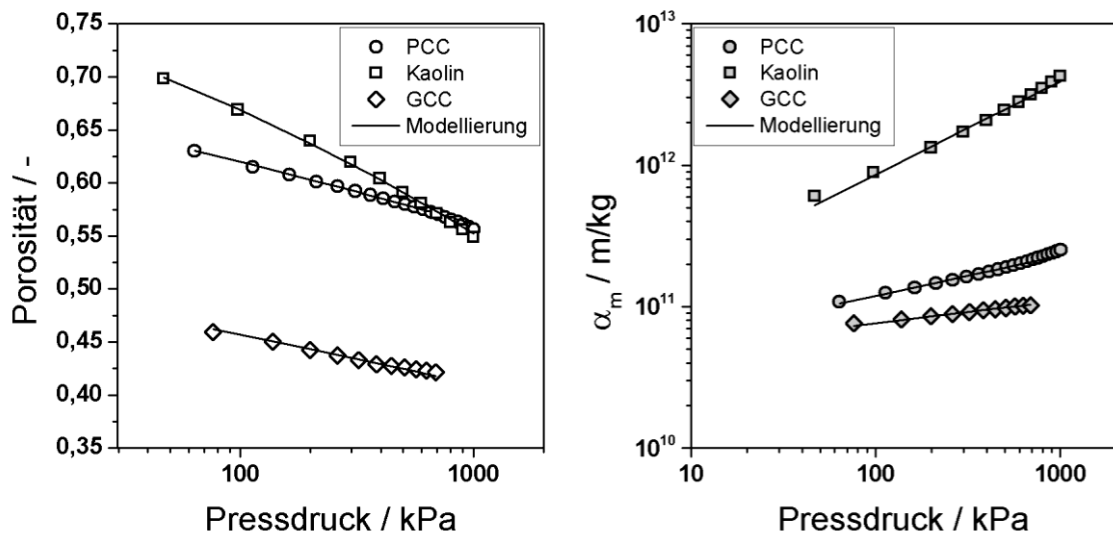


Abbildung 4-3: Variation von Porosität (links) und massenspezifischem Widerstand α_m (rechts) mit dem Pressdruck für die Partikelsysteme PCC, Kaolin und GCC. Die durchgezogenen Linien zeigen die Anpassung der experimentellen Daten mit Gleichung (2-8), bzw. (2-9).

Die Kompressibilität der Versuchsmaterialien kann über die Exponenten β und n charakterisiert werden und nimmt von GCC (niedrigste Kompressibilität), über PCC zu Kaolin hin zu.

5 Rissbildungsverhalten unkonsolidierter Filterkuchen²

Dieses Kapitel dient der Darstellung der Untersuchungen zur Rissbildung während der Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck. Diese werden zum einen in Bezug zu den in der Literatur beschriebenen Phänomenen bei der Rissbildung bei thermischer Trocknung gesetzt. Zum anderen dienen sie als Erklärung für die im späteren Verlauf der Arbeit beschriebenen Besonderheiten bei der Entfeuchtung von zu Rissbildung neigenden Partikelsystemen, sowie als Referenz für die Entfeuchtung von mittels oszillierender Scherung verdichteten Filterkuchen.

Das Versuchsmaterial PCC zeigt bereits bei Filtration unter Vakuumbedingungen ausgeprägte Rissbildung. Abbildung 5-1 zeigt hierzu das Schrumpfungs- und Rissbildungsverhalten bei der Filtration von PCC bei einer Druckdifferenz von 80 kPa. Die Darstellung resultiert aus der Kombination der Datensätze der Abstandsmessung mittels Lasertriangulation, sowie der Bildauswertung. Die im Folgenden genannten Zeiten beziehen sich jeweils auf den Beginn der Filtration. Die Filterkuchenbildung ist typischerweise nach einer Zeit $t_1=130\pm 6$ s beendet. Bis zu diesem Zeitpunkt gibt der Messwert des Laserabstandssensors (gestrichelte Linie in Abbildung 5-1) daher an, wie der Suspensionsspiegel mit Fortschreiten der Filtration sinkt. Jede weitere Höhenänderung, die ab dem Zeitpunkt t_1 gemessen wird, ist der Schrumpfung des Filterkuchens in vertikaler Richtung zuzuschreiben. Der zweite Datensatz in Abbildung 5-1 (durchgezogene Linie) zeigt, wie sich der Rissanteil im Filterkuchen mit fortschreitender Entfeuchtung entwickelt. Unter den beschriebenen Versuchsbedingungen tritt der erste Riss typischerweise nach einer Zeit $t_{crack}=174\pm 7$ s auf. Nach Ende der Filterkuchenbildung schrumpft der Filterkuchen somit zunächst in der Höhe, ohne dass es direkt zur Rissbildung kommt. Insgesamt beträgt die Höhenschrumpfung des Filterkuchens $5,0\% \pm 0,8\%$. Es ist davon auszugehen, dass ebenso Schrumpfung in der Fläche auftritt. Mit der verwendeten Messmethode lässt sich diese allerdings erst ab dem Zeitpunkt des ersten Rissauftritts bestimmen. Die Zunahme der Rissfläche entspricht der Abnahme der Filterkuchenfläche. Die aus der Rissfläche berechnete flächenbezogene Schrumpfung liegt bei $2,2\% \pm 0,3\%$.

² Die in diesem Kapitel dargestellten Ergebnisse, einschließlich Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3 sowie Tabelle 5-1, wurden im Rahmen von [112] publiziert und mit Genehmigung von Taylor & Francis für diese Dissertation übersetzt, bzw. angepasst.

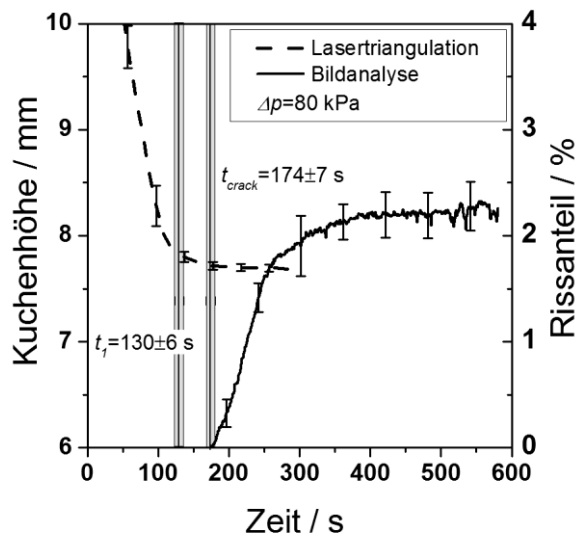


Abbildung 5-1: Schrupfungs- und Rissbildungsverhalten bei der Filtration einer PCC-Suspension bei 80 kPa Gasdifferenzdruck. Das Ende der Kuchenbildung ist mit t_1 , das Auftreten des ersten Risses mit t_{crack} bezeichnet. Zur besseren Übersichtlichkeit wurde die Anzahl der dargestellten Fehlerbalken reduziert.

Zur besseren Vergleichbarkeit der flächenbezogenen Schrupfung mit der längenbezogenen Höhenschrumpfung erfolgt eine Umrechnung in einen längenbezogenen Vergleichswert. Hierfür wird die ermittelte Flächenreduktion auf einen runden Filterkuchen gleichen Flächeninhalts bezogen, und die aus der Schrupfung resultierende äquivalente Reduktion des Durchmessers berechnet. Durch diese Vorgehensweise ergibt sich eine äquivalente Durchmesserschrumpfung von 1,3 %. Somit beträgt die Schrupfung in vertikaler Richtung in etwa das Vierfache der Schrupfung in lateraler Richtung, parallel zur Filterkuchenoberfläche. Dies erscheint zunächst unvereinbar mit den Ergebnissen Wiedemanns [6]. Dieser beobachtete bezüglich des räumlichen Schrupfungsverhaltens eine größere Schrupfung in lateraler Richtung, als in vertikaler. Je nach untersuchtem Partikelsystem übertraf die Durchmesserschrumpfung die Höhenschrumpfung circa um den Faktor 2,5 – 6,25. Allerdings untersuchte Wiedemann das Schrupfungsverhalten von mittels Pressdruck vorverdichteter Filterkuchen. Direkt nach der Filterkuchenbildung weist das Haufwerk jedoch in der Regel einen Porositätsgradienten auf, wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben. Somit sollte ein Haufwerk im Zustand direkt nach der Filterkuchenbildung ein höheres Schrupfungspotential in vertikaler Richtung aufweisen als ein vorverdichtetes Haufwerk. Unter dieser Voraussetzung betrachtet sind die erzielten Ergebnisse eine schlüssige Erweiterung der Ergebnisse Wiedemanns. Ähnliche Ergebnisse wurden zudem im Bereich der Trocknungstechnik erzielt. Tang et al. untersuchten Schrupfung und Rissbildung einer trocknenden Lehm-schicht. Sie stellten fest, dass zum einen zunächst Schrupfung in vertikaler Richtung

auftritt, die mit dem Auftreten des ersten Risses endet. Zum anderen war die Schrumpfung in vertikaler Richtung ebenfalls stärker ausgeprägt als in lateraler Richtung [53].

Ein weiteres Phänomen, das in Folge der Schrumpfung auftritt, ist das sogenannte „Aufschüsseln“ des Filterkuchens. Wiedemann [5] stellte fest, dass ein Unterschied im Schrumpfpotential - hervorgerufen durch den Porositätsgradienten - zwischen Filterkuchenoberseite und -unterseite zur Verformung des Filterkuchens im Verlauf der Entfeuchtung führt. In diesem Fall wurden zylindrische Filterkuchen direkt nach der Filterkuchenbildung unter definierten Bedingungen thermisch getrocknet. Dabei wurde beobachtet, dass sich der gesamte Randbereich des Filterkuchens von der Unterlage ablöste und aufwölbte, der Filterkuchen nahm schließlich eine schüsselartige Form an. Ähnliche Vorgänge sind auch aus der Trocknungstechnik im Bereich der Herstellung dünner Filme aus kolloidalen Dispersionen bekannt [2]. In der vorliegenden Arbeit konnte das Phänomen des Aufschüsselns durch *in situ* Laserabstandsmessungen während der Filtration in einer Drucknutsche nachgewiesen werden. Ein exemplarischer Datensatz für eine Filtration bei einer Gasdruckdifferenz von 175 kPa ist hierzu in Abbildung 5-2 dargestellt. Der Nullpunkt der x-Achse wurde auf den Zeitpunkt des Abschlusses der Filterkuchenbildung t_1 gesetzt und alle Messwerte auf die zu diesem Zeitpunkt vorliegende Filterkuchenhöhe normiert. Wie bereits zuvor beschrieben, gibt der Messwert des Laserabstandssensors vor dem Zeitpunkt t_1 definitionsgemäß die Höhe des Suspensionsspiegels an. Mit Abschluss der Kuchenbildung ist, analog zu Abbildung 5-1, eine Abnahme der Filterkuchenhöhe infolge von Höhenschrumpfung festzustellen. Etwa zwei Sekunden nach Abschluss der Kuchenbildung steigt die gemessene Höhe jedoch wieder an. Über einen Zeitraum von ungefähr zehn Sekunden nimmt die Filterkuchenhöhe vermeintlich zu, bis ein Anstieg um 3 % in Bezug auf den Wert zum Abschluss der Filterkuchenbildung erreicht ist. Die einzig sinnvolle Erklärung für dieses Phänomen ist der oben beschriebene Vorgang des „Aufschüsselns“. Nach Eintreten der Rissbildung kann der Filterkuchen entlang der Rissflanke ungehindert schrumpfen. Infolge des Porositätsgradienten ist die Schrumpfung an der Filterkuchenoberfläche stärker ausgeprägt als an der Unterseite. Der Filterkuchen wölbt sich somit quer zur Rissflanke auf und die Unterseite des Filterkuchens wird vom Untergrund abgelöst. Der sich infolgedessen ergebende Abstand des Filterkuchens zum Filtermedium wird als scheinbare Zunahme der Filterkuchenhöhe gemessen.

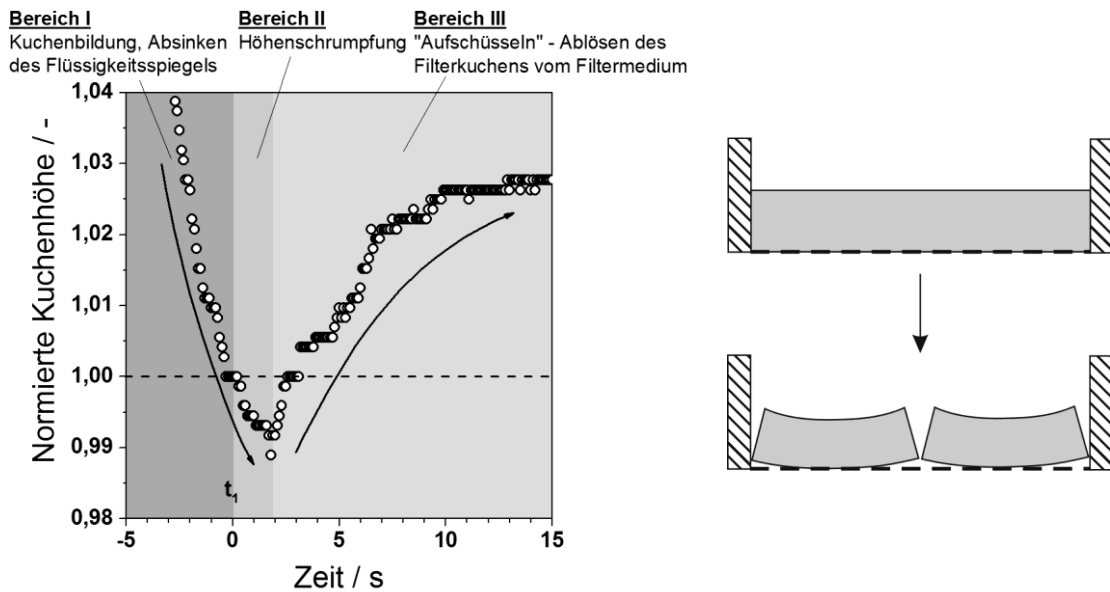


Abbildung 5-2: Links: Scheinbare Zunahme der Filterkuchenhöhe aufgrund des „Aufschüsselns“. Exemplarischer Datensatz für die Filtration einer PCC-Suspension bei einem Gasdifferenzdruck von 175 kPa. Der Nullpunkt der x-Achse wurde auf den Zeitpunkt des Abschlusses der Filterkuchenbildung t_1 gesetzt und die Filterkuchenhöhe auf den Messwert zum Zeitpunkt t_1 normiert. Rechts: Schematische Darstellung des Vorgangs des „Aufschüsselns“.

Der Abbruch von Filtrationsexperimenten während der Entfeuchtung erlaubt es, Rückschlüsse über den Sättigungszustand des Filterkuchens zum Zeitpunkt des Rissauftritts zu ziehen. Filtrationsversuche an der Vakuumfilterplatte wurden hierzu 45 s und 300 s nach Abschluss der Kuchenbildung (Zeitpunkt t_1+45 s, bzw. t_1+300 s), sowie direkt bei Auftritt des ersten Risses (Zeitpunkt t_{crack}) gestoppt. Die jeweils bestimmten Werte der Sättigung S sind in Tabelle 5-1 dargestellt. Der Filterkuchen bleibt über die gesamte Entfeuchtungszeit nahezu vollständig gesättigt. Im Rahmen der Standardabweichung ist keine Abnahme in der Sättigung festzustellen. Dies bedeutet, dass unter den gegebenen experimentellen Bedingungen Rissbildung bereits unterhalb des kapillaren Eintrittsdrucks auftritt. Die gesamte Schrumpfung des Filterkuchens findet im Bereich der Normalschrumpfung statt und die Volumenreduktion des Filterkuchens entspricht gerade dem entfernten Flüssigkeitsvolumen. Dies ist ebenfalls in Übereinkunft mit Beobachtungen aus dem Bereich der thermischen Trocknung. Auch dort tritt Rissbildung im noch nahezu vollständig gesättigten Zustand auf [46,49,50,53,93].

Tabelle 5-1: Sättigung des PCC-Filterkuchens zu verschiedenen Zeitpunkten während der Entfeuchtung bei 80 kPa

	t_{crack}	t_1+45 s	t_1+300 s
Sättigung S / -	0,97±0,09	0,97±0,01	0,97±0,01

Mit zunehmendem Gasdifferenzdruck erhöht sich der Rissanteil beträchtlich. Abbildung 5-3 zeigt hierzu Aufnahmen von Filterkuchen mit typischer Rissbildung nach Entfeuchtung bei 80 kPa, bzw. 340 kPa. In beiden Fällen wurde der Filterkuchen zunächst bei einer Druckdifferenz von 80 kPa gebildet, die Unterschiede im Rissbildungsverhalten sind daher durch den Entfeuchtungsprozess, und nicht etwa durch einen Unterschied im Kuchenaufbau bedingt. Bei einer Druckdifferenz von 340 kPa beträgt die Rissfläche im Filterkuchen $237 \text{ mm}^2 \pm 6 \text{ mm}^2$, bei 80 kPa hingegen lediglich $138 \text{ mm}^2 \pm 14 \text{ mm}^2$. Dies entspricht einem Rissanteil von $3,3 \% \pm 0,1 \%$, bzw. $1,9 \% \pm 0,2 \%$. Auf die Charakteristik des Rissmusters übt die Höhe der angelegten Druckdifferenz hingegen keinen Einfluss aus. In beiden Fällen treffen einzelne Risse im 90° – Winkel aufeinander. Dieses Verhalten ist in Übereinkunft mit der Literatur zur Rissbildung bei thermischer Trocknung [53,94,95] und kann auch in den Arbeiten von Anlauf [63], Liu [66] und Wiedemann [6] beobachtet werden. Abgesehen davon entstehen und wachsen die Risse im Filterkuchen zufällig, ohne dass eine präferierte Richtung zu erkennen ist. Dieses Verhalten wird auch als isotropes Risswachstum bezeichnet [56].

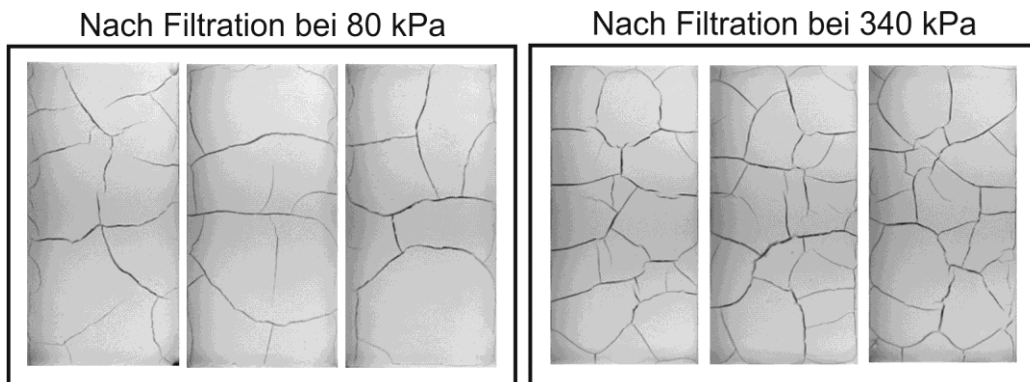


Abbildung 5-3: Einfluss des Gasdifferenzdrucks auf die Rissbildung im Filterkuchen. Die linke Zusammenstellung zeigt die Rissbildung im Filterkuchen nach Entfeuchtung bei einem Gasdifferenzdruck von 80 kPa, die rechte entsprechend bei einem Gasdifferenzdruck von 340 kPa.

6 Einfluss der Konsolidierung von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen auf deren Untersättigungsverlauf³

Das folgende Kapitel stellt den Einfluss von Verdichtungsmaßnahmen auf den Untersättigungsverlauf von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen dar. Die Untersuchungen wurden ebenfalls am im vorangegangenen Kapitel verwendeten Versuchsmaterial PCC durchgeführt. Die Bezeichnung "unkonsolidiert" bezieht sich auf einen Filterkuchen im Zustand direkt nach der Kuchenbildung. Charakteristisch für diesen Zustand ist das Vorhandensein eines Porositätsgradienten über der Filterkuchenhöhe, wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben. Die Bezeichnung "konsolidiert" hingegen beschreibt einen Filterkuchen, dessen Porosität durch Pressen vereinheitlicht wurde. Die Höhe des angelegten Pressdrucks entspricht dabei der des Kuchenbildungsdrucks. Dieser Vorgang wird entsprechend als "konsolidieren" bezeichnet. Mit „Verdichten“ wird allgemein der Vorgang der Volumenreduktion bei ansteigendem Pressdruck bezeichnet. Zur besseren Verständlichkeit sind die experimentell bestimmten Filterkuchencharakteristika im Folgenden nochmals aufgezählt. Die Beschreibung der zugehörigen experimentellen Vorgehensweisen findet sich in Kapitel 3.2.2 und 3.2.3.

Durch Drucknutschenversuche bestimmte Charakteristika:

- Kapillardruckkurve unkonsolidierter Filterkuchen
- Änderung des Filterkuchenwiderstands vom unkonsolidierten zum konsolidierten Zustand hin
- Bestimmung der Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht für unkonsolidierte Filterkuchen
- Untersättigungskinetik, Gasdurchsatz und Rissbildungsverhalten

Durch CP-Zellenversuche bestimmte Charakteristika:

- Kapillardruckkurve konsolidierter Filterkuchen
- Bestimmung der Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht für konsolidierte Filterkuchen

³ Die Inhalte dieses Kapitels einschließlich Abbildung 6-1 bis Abbildung 6-7 wurden unter [85] bereits publiziert und für diese Dissertation mit Genehmigung von Taylor & Francis übersetzt, bzw. modifiziert.

6.1 Einfluss von Konsolidierung und Verdichtung auf charakteristische Filterkucheneigenschaften

Die Darstellung der Kapillardruckkurven erfolgt in Abhängigkeit der Restfeuchte, statt der Sättigung, wie bei Anlauf für kompressible Materialien vorgeschlagen [11]. Abbildung 6-1 vergleicht die Kapillardruckkurven von unkonsolidierten und konsolidierten Filterkuchen nach Filterkuchenbildung, bzw. -verdichtung bei 100 und 400 kPa Differenzdruck. Generell ist zu beobachten, dass die Kurven im Bereich hoher Entfeuchtungsdrücke – oberhalb des kapillaren Eintrittsdrucks – zusammenfallen, während sie sich im unteren Bereich unterscheiden. Dabei ist der Verlauf der Kapillardruckkurve von unkonsolidierten und konsolidierten Filterkuchen jeweils ähnlich. Bei unkonsolidierten Filterkuchen ist von Beginn an eine leichte Reduktion der Restfeuchte zu beobachten. Für konsolidierte Filterkuchen hingegen bleibt die Restfeuchte zu Beginn des Experiments mit steigendem Gasdifferenzdruck zunächst konstant. Die Kapillardruckkurven der konsolidierten Filterkuchen zeigen den für inkompressible Filterkuchen erwarteten Verlauf, während die der unkonsolidierten davon abweichen. Die anfängliche Restfeuchtereduktion im unkonsolidierten Zustand kann der weiteren Verdichtung des Filterkuchens durch den anliegenden Gasdruck zugeschrieben werden. Da der Gasdifferenzdruck unterhalb des kapillaren Eintrittsdrucks liegt, werden keine Poren untersättigt. Stattdessen wird der Filterkuchen durch die anliegende Druckdifferenz weiter komprimiert [8,34,96]. Die auffällige Reduktion der Restfeuchte bei höheren Werten des Gasdifferenzdrucks entspricht dem Beginn der Untersättigung, der kapillare Eintrittsdruck wurde überschritten. Nach Überschreiten des kapillaren Eintrittsdrucks zeigen alle Kapillardruckkurven einen gemeinsamen Verlauf. Somit ist der Untersättigungsverlauf oberhalb des kapillaren Eintrittsdrucks unabhängig vom Ausgangszustand des Filterkuchens. Der kapillare Eintrittsdruck wird aus dem Schnittpunkt der Tangenten an die Kurvenbereiche bei niedrigem und hohem Differenzdruck bestimmt. Dabei ist keine Änderung mit der Konsolidierung zu beobachten, wie auch bei Stickland [8] beschrieben. Bei 100 kPa Kuchenbildungs-, bzw. Pressdruck liegt der kapillare Eintrittsdruck bei circa 140 kPa. Bei 400 kPa Kuchenbildungs-, bzw. Pressdruck erhöht sich der kapillare Eintrittsdruck nur leicht auf 160 kPa. Es ist daher davon auszugehen, dass die Verdichtung des Filterkuchens dessen Untersättigungsverhalten kaum, oder nur in geringem Maße beeinflusst.

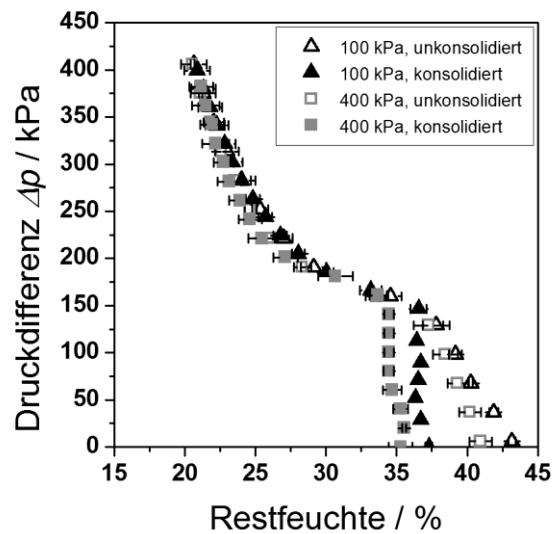


Abbildung 6-1: Änderung der Kapillardruckkurve mit der Konsolidierung für Werte des Kuchenbildungs-, bzw. Konsolidierungsdrucks von 100 kPa (Dreiecke) und 400 kPa (Quadrate).

Abbildung 6-2 zeigt die jeweils erzielte Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht für Filterkuchen im unkonsolidierten und konsolidierten Zustand bei einem Kuchenbildungs-, bzw. Pressdruck von 100, 400 und 600 kPa. Der zur Entfeuchtung verwendete Gasdifferenzdruck entspricht dabei dem jeweiligen Kuchenbildungs-, bzw. Pressdruck. Bei einem Gasdifferenzdruck von 100 kPa ist kein Unterschied in der Restfeuchte zwischen unkonsolidiertem und zuvor konsolidiertem Filterkuchen zu erkennen. Dies stimmt mit den Beobachtungen aus den Kapillardruckkurven überein, bei einem Entfeuchtungsdruck von 100 kPa liefern beide Kurven identische Werte der Restfeuchte (vgl. Abbildung 6-1). Der verwendete Gasdifferenzdruck von 100 kPa liegt unterhalb des kapillaren Eintrittsdrucks. Daher ist davon auszugehen, dass der Gasdruck in diesem Fall auf den unkonsolidierten Filterkuchen wie ein Pressstempel wirkt, und die Restfeuchte durch Reduktion der Porosität verringert wird. Anders gestaltet sich die Situation bei 400 und 600 kPa Gasdifferenzdruck. Diese Werte liegen deutlich oberhalb des experimentell bestimmten kapillaren Eintrittsdrucks. Unter diesen Umständen werden leicht unterschiedliche Werte der Restfeuchte für den unkonsolidierten und konsolidierten Zustand erzielt. Die Restfeuchtwerte der konsolidierten Filterkuchen liegen dabei leicht oberhalb der Werte der unkonsolidierten Filterkuchen. Eine mögliche Erklärung für die beobachtete Abweichung besteht in der Veränderung der Filterkucheneigenschaften während der Untersättigung. Im Verlauf der Untersättigung eines zunächst vollständig gesättigt vorliegenden Partikelsystems nimmt dessen Festigkeit bis zu einem gewissen Grad zu [97,98]. Direkt bei einsetzender Untersättigung steigen Festigkeit und somit auch der Widerstand gegen Verformung sprunghaft an. Wie zuvor erwähnt, weisen kompressible Filterkuchen direkt nach der Kuchenbildung einen Porositätsgradien-

ten auf [27]. Die Verfestigung infolge der Untersättigung könnte einer gleichzeitigen Verdichtung des Filterkuchens durch den anliegenden Gasdifferenzdruck möglicherweise entgegenwirken. Allerdings scheint diese Annahme nicht in Übereinkunft mit den Daten der Kapillardruckkurve, hier fallen die Kurven für den unkonsolidierten und konsolidierten Fall oberhalb des kapillaren Eintrittsdrucks zusammen. Hier gilt es jedoch zu beachten, dass die Voraussetzungen bei beiden Experimenten unterschiedlich sind. Beim Kapillardruckversuch wird der auf dem Filterkuchen lastende Gasdifferenzdruck stufenweise erhöht. Die oberflächennahen Schichten höherer Porosität können daher nach und nach durch den stetig ansteigenden Gasdifferenzdruck verdichtet werden, bis schließlich die Untersättigung einsetzt. Beim konventionellen Filtrationsversuch hingegen liegt direkt der höchste Wert der Druckdifferenz an und die Untersättigung – und somit Verfestigung – des Filterkuchens setzt ein. Die Bestimmung der Porosität der Filterkuchen nach den verschiedenen Arten von Entfeuchtungsexperimenten bekräftigt diese Annahme. Abbildung 6-3 zeigt die Werte der Porosität, die nach reiner Untersättigung des Filterkuchens, sowie nach Pressung gefolgt von Untersättigung erzielt wurden. Die Werte der Porosität nach reiner Untersättigung liegen allgemein etwas höher. Darüber hinaus sind die erzielten Werte nahezu unabhängig vom anliegenden Entfeuchtungsdruck und liegen bei einem Wert von $0,61 \pm 0,01$. Ging der Untersättigung eine Pressung voraus, werden niedrigere Werte der Porosität erzielt, die darüber hinaus mit steigendem Druck abnehmen. Die Werte der Porosität bei reiner Pressung des Filterkuchens wurden der Vollständigkeit halber hinzugefügt. Wie zu erwarten beeinflusst die Untersättigung die Porosität eines konsolidierten Filterkuchens nicht.

Einfluss der Konsolidierung von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen auf deren
 Untersättigungsverlauf

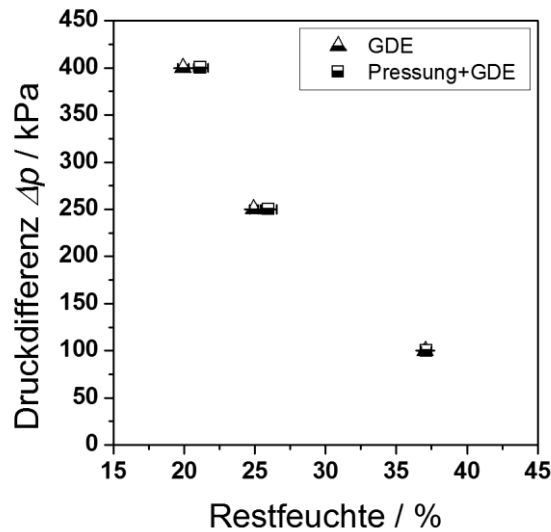


Abbildung 6-2: Erzielte Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht nach Filterkuchenbildung und direkt angeschlossener Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck (Dreiecke) und nach einer der Entfeuchtung vorgeschalteten Konsolidierung (Quadrate) unter Variation des Drucks.

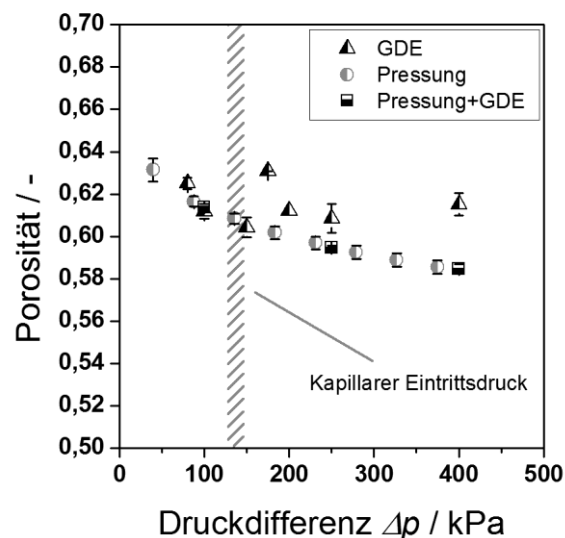


Abbildung 6-3: Vergleich der erzielten Porosität bei verschiedenen Vorgehensweisen zur Entfeuchtung: Reine Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck (Dreiecke), Konsolidierung mittels Pressdruck und anschließende Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck (Quadrate), sowie reine Konsolidierung mittels Pressdruck (Kreise).

Im Fall konsolidierter Filterkuchen tragen zwei Mechanismen zur Reduktion der Restfeuchte bei, die Konsolidierung durch Pressdruck sowie die Untersättigung durch Gasdifferenzdruck. Abbildung 6-4 zeigt anhand der Versuchsdaten der Filtrationsversuche bei 400 kPa, wie Konsolidierung und/oder Untersättigung quantitativ zur Restfeuchte-

Einfluss von Konsolidierung und Verdichtung auf charakteristische Filterkucheneigenschaften

tereduktion beitragen. Der Startwert entspricht der Restfeuchte des Filterkuchens nach der Kuchenbildung. Zur besseren Vergleichbarkeit wurden alle Werte der Restfeuchte auf diesen Zustand normiert. Insgesamt kann die Restfeuchte um mehr als die Hälfte reduziert werden. In etwa 12 % der gesamten Restfeuchtereduktion entfallen dabei auf die Konsolidierung. Der größere Anteil wird bei der nachfolgenden Untersättigung erzielt. Im Vergleich zum kombinierten Verfahren wird die Restfeuchte bei der reinen Untersättigung geringfügig stärker reduziert. Dies entspricht den zuvor gemachten Beobachtungen: Im Fall des unkonsolidierten Filterkuchens setzt mit Beginn der Untersättigung die Verfestigung des Filterkuchens ein, so dass eine Struktur höherer Porosität erhalten bleibt. Konsolidierte Filterkuchen demgegenüber sind etwas schlechter zu untersättigen. Allerdings wird dies zum Teil von der zusätzlichen Flüssigkeitsentfernung durch die vorangegangene Konsolidierung ausgeglichen

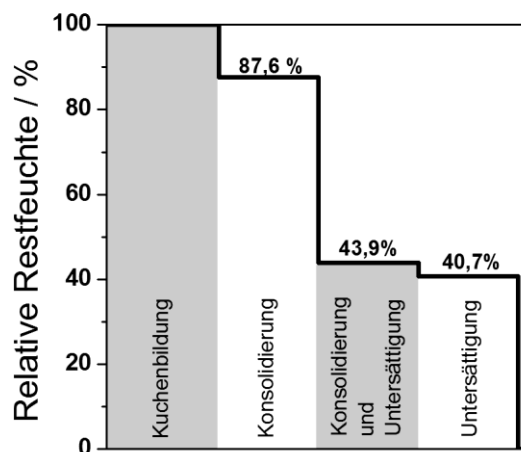


Abbildung 6-4: Anteil von Konsolidierung und Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck an der Gesamtreduktion der Filterkuchenfeuchte am Beispiel eines bei 400 kPa gebildeten, konsolidierten und untersättigten Filterkuchens. Die Werte wurden auf die Restfeuchte des Filterkuchens nach der Kuchenbildung normiert.

Die bisher gemachten Beobachtungen legen die Vermutung nahe, dass für das verwendete Modellsystem kein negativer Einfluss der Verdichtung auf das Ergebnis der Untersättigung zu erwarten ist. In technischen Prozessen ist jedoch auch die zeitliche Komponente relevant. Bisher wurden ausschließlich Gleichgewichtswerte betrachtet. Zur besseren Abschätzung des Einflusses der Verdichtung auf die Entfeuchtungskinetik wird daher der Durchströmungswiderstand bestimmt. Abbildung 6-5 zeigt, wie der Gesamtwiderstand des Filterkuchens im unkonsolidierten und konsolidierten Zustand vom Kuchenbildungs-, bzw. Pressdruck abhängt. Für beide Zustände steigt der Widerstand mit dem Druck an, wie es für kompressible Systeme zu erwarten ist. Allerdings ist die Zunahme des Widerstands mit dem Druck für den unkonsolidierten Fall weniger stark ausgeprägt. In Abbildung 6-5 ist dies anhand der jeweiligen Steigung der Ausgleichsge-

raden an die Datenpunkte ersichtlich. Der Anstieg des Widerstands mit der Druckdifferenz beträgt im konsolidierten Fall ungefähr das Doppelte des Anstiegs im unkonsolidierten Fall. Dies entspricht den Beobachtungen von Alles [24], die feststellte, dass sich die mittlere Porosität unkonsolidierter Filterkuchen mit steigendem Druck nur geringfügig ändert, der Druckeinfluss auf die Porosität kommt erst nach Konsolidierung des Filterkuchens voll zum Tragen. Dieser Effekt ist umso ausgeprägter, je kompressibler das System ist.

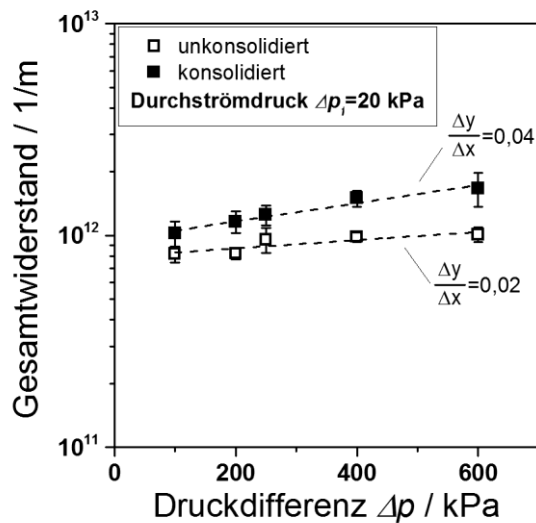


Abbildung 6-5: Änderung des Gesamtwiderstands des Filterkuchens aufgrund der Konsolidierung in Abhängigkeit der Druckdifferenz bei Kuchenbildung, bzw. Konsolidierung. Die gestrichelten Linien stellen jeweils die Anpassung einer Geradengleichung an die experimentellen Daten dar.

6.2 Experimentell bestimmte Untersättigungskinetik von Filterkuchen bei auftretender Rissbildung

Die geringe Änderung der in Kapitel 6.1 bestimmten Filterkucheneigenschaften vom unkonsolidierten zum konsolidierten Zustand hin lässt vermuten, dass die Verdichtung, als Maßnahme zur Verhinderung von Rissbildung, den Verlauf der Untersättigung kaum beeinflusst. Wenn überhaupt ein messbarer Einfluss auftritt, sollte die Untersättigungskinetik im konsolidierten Zustand gegenüber dem unkonsolidierten Zustand langsamer ablaufen. Im Folgenden werden nun die tatsächlichen Untersättigungskinetiken dargestellt und im Hinblick auf die bereits erzielten Ergebnisse diskutiert.

Das untersuchte Material PCC zeigt nach der Filtration in der Drucknutsche qualitativ unterschiedliche Grade an Rissbildung. Abbildung 6-6 zeigt typische Aufnahmen von Filterkuchen nach Untersättigung bei einer Druckdifferenz von 200, 400 und 600 kPa.

Experimentell bestimmte Untersättigungskinetik von Filterkuchen bei auftretender Rissbildung

Die in der oberen Reihe dargestellten Filterkuchen wurden direkt untersättigt. In diesem Fall gehen Filterkuchenbildung und Untersättigung bei konstanter anliegender Druckdifferenz nahtlos ineinander über. In der unteren Reihe sind Filterkuchen dargestellt, die nach Abschluss der Kuchenbildung zunächst konsolidiert und anschließend untersättigt wurden. Im untersuchten Druckbereich zeigen alle unkonsolidierten Filterkuchen ausgeprägte Rissbildung. Die einzelnen Risse treffen dabei im 90°-Winkel aufeinander, wie bei Goehring et al. [95] beschrieben und auch in Kapitel 4 dargestellt. Eine einheitliche Zellgröße der Filterkuchenfragmente liegt nicht vor. Dies könnte durch das vergleichsweise große Höhe-zu-Fläche-Verhältnis erklärt werden. Darüber hinaus zeigen einige Filterkuchen Randablösung, ein Effekt der auch bei Trocknungsexperimenten oftmals beobachtet wird [46,61]. In Bezug auf den Gasdurchsatz wirkt eine Randablösung ebenso wie ein Riss im Filterkuchen als Bypass.

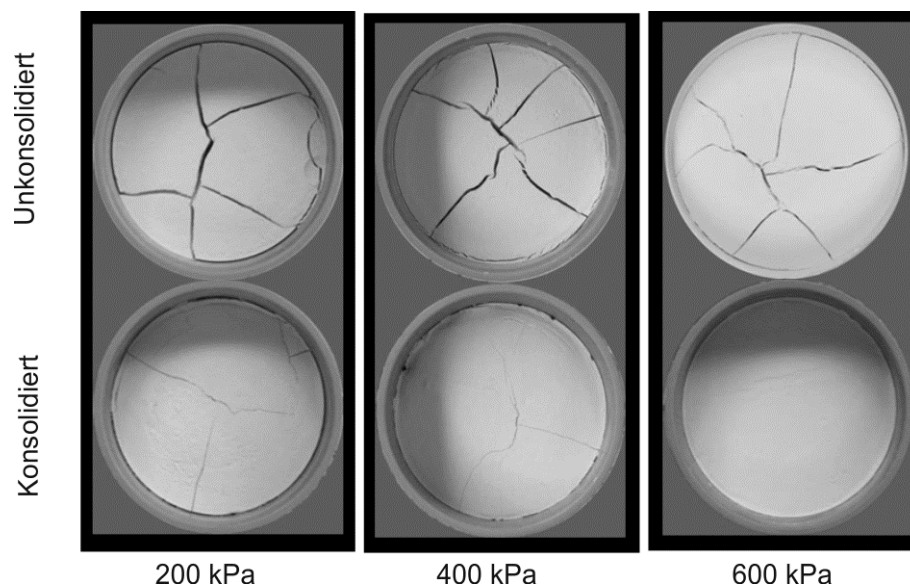


Abbildung 6-6: Reduzierung der Rissbildung im Filterkuchen mit steigendem Konsolidierungsdruck. Obere Reihe: Nach Kuchenbildung und anschließender Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck bei 200, 400 und 600 kPa. Untere Reihe: Nach Kuchenbildung, Konsolidierung und anschließender Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck bei 200, 400 und 600 kPa.

Zum Vergleich der Entfeuchtungskinetik von unkonsolidiertem und konsolidiertem Zustand hinsichtlich des Erreichens der Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht erfolgt eine Umrechnung der Messdaten in die relative Restfeuchte RF_{rel} . Hierzu wird die aktuelle Reduktion der Restfeuchte des Filterkuchens gemäß Gleichung (6-1) auf die maximal mögliche Reduktion normiert. Der Wert der Restfeuchte zum Zeitpunkt $t=0$ entspricht dabei dem jeweiligen Wert nach der Kuchenbildung, bzw. Konsolidierung. Der Wert der Restfeuchte für $t \rightarrow \infty$ entspricht der jeweiligen druckabhängigen Grenze der Untersättigung, wie in Kapitel 6.1 dargestellt. Eine Ausnahme stellen die Messungen bei 600 kPa dar. In diesem Fall liegt die Gasdruckdifferenz weit oberhalb des nominellen kapillaren Eintrittsdrucks der verwendeten Membran. Daher wurde der Gleichge-

wichtswert der Restfeuchte nicht experimentell bestimmt, sondern durch Extrapolation aus den Kapillardruckkurven bestimmt.

$$RF_{rel} = \frac{RF(t) - RF_{t \rightarrow \infty}}{RF_{t=0} - RF_{t \rightarrow \infty}} \quad (6-1)$$

Zum Vergleich der absoluten Entfeuchtungsrate sind in Tabelle 6-1 die Werte der Restfeuchtereduktion innerhalb der ersten zehn Sekunden Entfeuchtungszeit für alle experimentellen Bedingungen zusammengefasst. Die Berechnung der Entfeuchtungsrate erfolgte durch lineare Interpolation zwischen dem jeweiligen Ausgangswert der Restfeuchte und dem Messwert der Restfeuchte nach zehn Sekunden Entfeuchtungszeit. Hierbei ist festzustellen, dass die Entfeuchtung bei einer Druckdifferenz von 200 kPa für unkonsolidierten und konsolidierten Zustand mit annähernd gleicher Geschwindigkeit verläuft. Bei den beiden höheren Druckdifferenzen hingegen ergeben sich deutliche Unterschiede zwischen unkonsolidiertem und konsolidiertem Filterkuchenzustand. Während die Untersättigung im Fall des konsolidierten Filterkuchens mit -0,71%/s ($\Delta p=400$ kPa), bzw. -0,72%/s ($\Delta p=600$ kPa) voranschreitet, liegt die Entfeuchtungsrate im unkonsolidierten Fall mit -0,23%/s ($\Delta p=400$ kPa) und -0,46%/s ($\Delta p=600$ kPa) wesentlich niedriger.

Tabelle 6-1: Entfeuchtungsrate innerhalb der ersten zehn Sekunden Entfeuchtungszeit für unkonsolidierte und konsolidierte Filterkuchen unter Variation der Druckdifferenz.

Nenndruckdifferenz/ kPa	Versuchsbedingung	$\frac{\Delta RF}{\Delta t_2}$ / %/s
200	Unkonsolidiert	-0,19
200	Konsolidiert	-0,15
400	Unkonsolidiert	-0,23
400	Konsolidiert	-0,71
600	Unkonsolidiert	-0,46
600	Konsolidiert	-0,72

Die experimentell bestimmten Untersättigungskinetiken bei Werten des Gasdifferenzdrucks von 200, 400 und 600 kPa sind in Abbildung 6-7 dargestellt. Bei Betrachtung des gesamten Verlaufs der Untersättigungskinetik fallen weitere Unterschiede zwischen unkonsolidiertem und konsolidiertem Filterkuchen auf: Für einen Gasdruck von 200 kPa (Abbildung 6-7 a) fallen die Kurven für die Untersättigungskinetik für den unkonsolidierten und den konsolidierten Zustand des Filterkuchens zusammen. Es ist auffällig, dass die zuvor bestimmte Grenze der Untersättigung nicht annähernd erreicht wird. Für den unkonsolidierten Fall erreicht die Untersättigung bereits nach einer Entfeuchtungszeit von 80 Sekunden einen stationären Wert. In beiden Fällen trat ausgeprägte Rissbildung auf (vgl. Abbildung 6-6). Ein anderes Bild zeigen die Filtrationsversuche bei 400 kPa

Experimentell bestimmte Untersättigungskinetik von Filterkuchen bei auftretender Rissbildung

(Abbildung 6-7 b) und 600 kPa (Abbildung 6-7 c). Hier schreitet die Untersättigung im betrachteten Zeitraum stetig voran. Im konsolidierten Zustand wird die Grenze der Untersättigung näherungsweise erreicht. Entgegen der im vorherigen Teil diskutierten Ergebnisse zu erwarten, verläuft die Untersättigung der konsolidierten Filterkuchen schneller, als die der unkonsolidierten. Angesichts des geringfügig nach oben verschobenen kapillaren Eintrittsdrucks, sowie des leicht höheren Durchströmungswiderstands, wäre ein annähernd gleicher, bzw. ein für den konsolidierten Filterkuchen leicht verlangsamer Untersättigungsverlauf zu erwarten. In genau diesen Fällen war der angelegte Pressdruck ausreichend, um die Rissbildung zu verhindern, oder zumindest weitgehend zu reduzieren. Die bei gleicher Druckdifferenz gebildeten und untersättigten unkonsolidierten Filterkuchen zeigen hingegen ausgeprägte Rissbildung (vergleiche Abbildung 6-6).

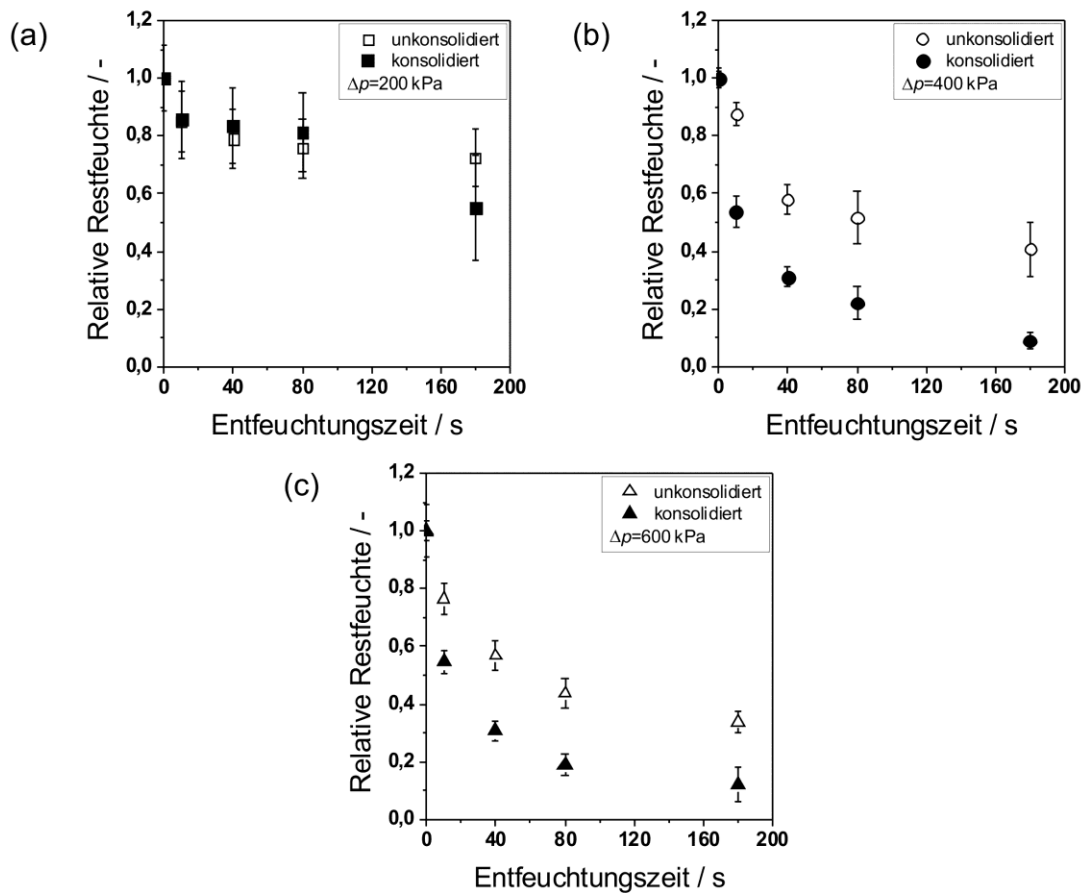


Abbildung 6-7: Entfeuchtungskinetik unkonsolidierter und konsolidierter Filterkuchen bei Druckdifferenzen von (a) 200 kPa, (b) 400 kPa und (c) 600 kPa. Fehlerbalken wurden aus den Standardabweichungen der jeweiligen experimentellen Daten unter Berücksichtigung der Fehlerfortpflanzung berechnet.

Einfluss der Konsolidierung von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen auf deren Untersättigungsverlauf

Trotz Rissbildung und des daraus resultierenden Gasdurchsatzes konnte die anliegende Druckdifferenz in der Nutsche weitestgehend aufrechterhalten werden. Im unkonsolidierten Fall nimmt der in der Nutsche gemessene Gasdifferenzdruck im Laufe der Untersättigung stärker ab, als im konsolidierten Fall. Insgesamt liegt der Druckabfall jedoch unterhalb 1% und ist daher zu vernachlässigen. Tabelle 6-2 zeigt hierzu die sich einstellende Reduktion des Gasdrucks. Die verlangsamte Untersättigungskinetik im unkonsolidierten Fall ist somit nicht durch einen Abfall der Druckdifferenz zu erklären.

Tabelle 6-2: Maximaler Druckabfall in der Drucknutsche während der Entfeuchtung unkonsolidierter und konsolidierter Filterkuchen für verschiedene Anfangsdruckdifferenzen

Nenndruck-differenz/ kPa	Versuchsbedingung	Druckabnahme / kPa	Druckabnahme / %
200	Unkonsolidiert	1,8±0,1	0,9±0,0
200	Konsolidiert	1,8±0,5	0,9±0,3
400	Unkonsolidiert	3,6±1,8	0,9±0,5
400	Konsolidiert	1,2±0,7	0,3±0,2
600	Unkonsolidiert	5,4±1,3	0,9±0,2
600	Konsolidiert	2,5±1,1	0,4±0,2

Diese Beobachtungen legen nahe, dass die Verlangsamung der Untersättigungskinetik direkt durch die Rissbildung verursacht wird. Umgekehrt kann geschlossen werden, dass die Verdichtung des Filterkuchens als Maßnahme zur Verhinderung von Rissbildung entgegen der Erwartungen nicht zu Einbußen in der erzielbaren Restfeuchte führt. Zwei Erklärungsansätze können für die beobachtete Verlangsamung der Untersättigung herangezogen werden. Zum einen ist es denkbar, dass es infolge von Wandablösung und Rissbildung bei gewissen Porenbereichen zu einem Druckausgleich kommt, diese also keiner Druckdifferenz ausgesetzt sind und daher nicht mehr untersättigt werden können. Zum anderen könnte das in Kapitel 5 beschriebene „Aufschüsseln“ des Filterkuchens die Ursache sein. Tritt dieses Phänomen während der Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck auf, kommt es zur Ablösung des Filterkuchens vom Filtermedium und infolgedessen zu einer Reduktion der hydraulischen Kontaktfläche des Filterkuchens mit dem Filtermedium. Dies wiederum hätte einen verlangsamten Verlauf der Untersättigung zur Folge. In Hinblick auf die im vorangegangenen Unterkapitel erzielten Ergebnisse zur Gleichgewichtsrestfeuchte erscheint die Möglichkeit der Ablösung vom Filtermedium plausibler. Eine Isolierung einzelner Porenbereiche würde sich direkt auf den erzielten Wert der Gleichgewichtsrestfeuchte auswirken und käme bei der Verwendung gasundurchlässiger Membranen ebenso zum Tragen, wie bei der Verwendung von Filtertüchern. Dementsprechend sollte der Unterschied zwischen den in den zwei Experimenttypen erzielten Werten der Restfeuchte gering sein. Eine Verlangsamung der

Experimentell bestimmte Untersättigungskinetik von Filterkuchen bei auftretender Rissbildung

Untersättigung infolge einer reduzierten hydraulischen Kontaktfläche hingegen hätte bei Verwendung der gasundurchlässigen Membran kaum einen Einfluss auf die Bestimmung des Endwerts der Restfeuchte. Es ist davon auszugehen, dass selbst bei einer verlangsamt Entfeuchtung eine Entfeuchtungszeit von 60 Minuten zum Erreichen des Entfeuchtungsgleichgewichts ausreichend ist.

Zuletzt soll diskutiert werden, ob der Gasdurchsatz während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung geeignet ist um das Ausmaß der Rissbildung zu beurteilen. Hierzu zeigt Abbildung 6-8 jeweils den Gasdurchsatz, der sich bei der Untersättigung von unkonsolidierten und konsolidierten Filterkuchen bei Druckdifferenzen von 200, 400 und 600 kPa einstellt:

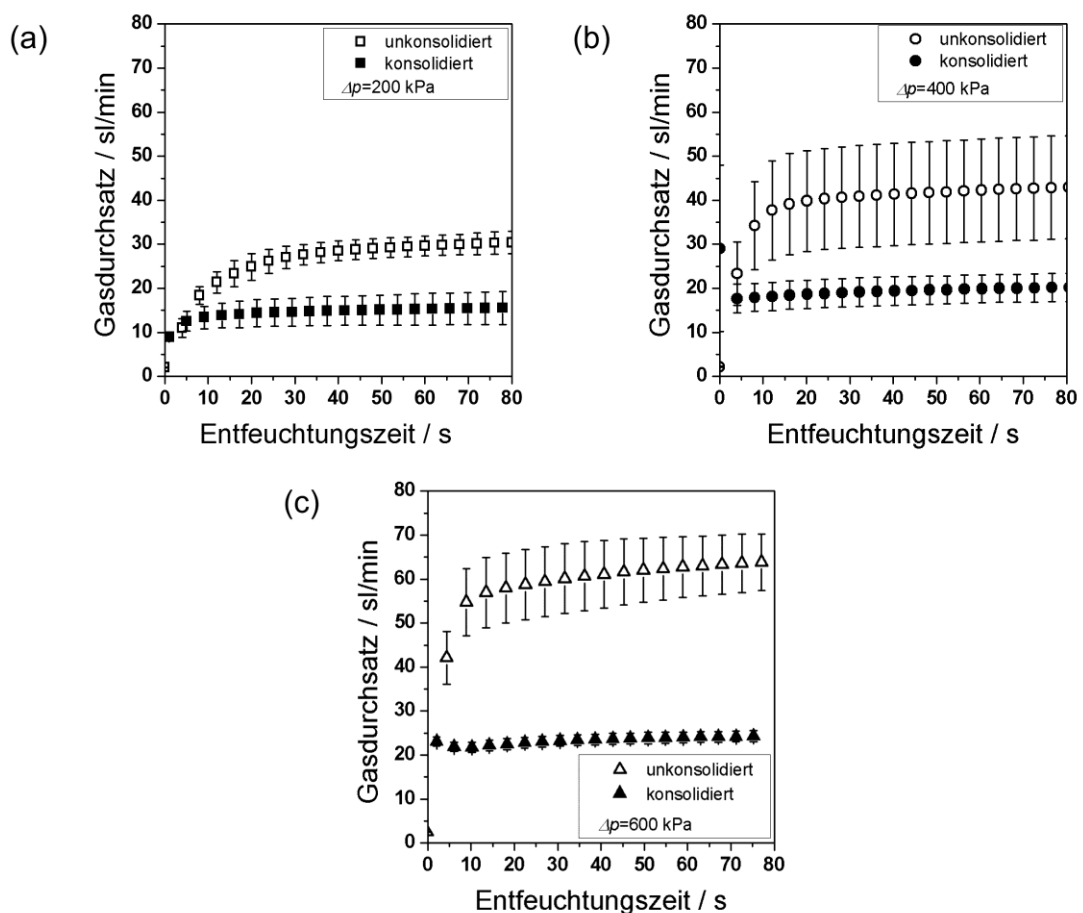


Abbildung 6-8: Gasdurchsatz während der Untersättigungsphase von unkonsolidierten und konsolidierten Filterkuchen bei einem Gasdifferenzdruck von a) 200 kPa, b) 400 kPa und c) 600 kPa bezogen auf Referenzbedingungen vom 101,325 kPa und 0°C. Zur besseren Übersichtlichkeit ist lediglich jeder fünfte aufgenommene Datenpunkt dargestellt.

Besonders im unkonsolidierten Fall sind beträchtliche Abweichungen zwischen den Einzelmessungen zu beobachten und es ergeben sich dementsprechend hohe Werte der Standardabweichung. Nicolaou [18] beschreibt bezüglich der Messung des Gas-

Einfluss der Konsolidierung von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen auf deren Untersättigungsverlauf

durchsatzes, dass selbst für rissfreie Filterkuchen relative Abweichungen in Höhe von bis zu 15 % möglich sind. Dementsprechend ist bei rissbehafteten Filterkuchen aufgrund der zufälligen Struktur des Rissmusters mit erheblich höheren Abweichungen zu rechnen. Die höchste Abweichung ergibt sich für den bei 4 bar gebildeten, unkonsolidierten Filterkuchen, diese liegt bei ca. 27 %. Generell liegt der Gasdurchsatz im unkonsolidierten Fall jeweils höher, als beim konsolidierten Filterkuchen. Es scheint zunächst naheliegend, diese Beobachtung auf Unterschiede im Rissbildungsverhalten zurückzuführen. Allerdings erweist sich die Gasdurchsatzmessung als unsensibel gegenüber dem Grad der Rissbildung. Für einen Gasdifferenzdruck von 200 kPa ist, wie aus Abbildung 6-6 ersichtlich, lediglich eine Reduzierung der Rissbildung von unkonsolidiertem zum konsolidierten Zustand hin zu beobachten. Bei einem Gasdifferenzdruck von 600 kPa hingegen tritt im konsolidierten Fall keine sichtbare Rissbildung mehr auf. Dementsprechend wäre zu erwarten, dass bei den Versuchen bei 600 kPa ein größerer Unterschied im Gasdurchsatz auftritt, als bei 200 kPa. Wird die Änderung des Gasdurchsatzes vom unkonsolidierten Fall zum konsolidierten Fall hin relativ betrachtet und die Fehlerfortpflanzung berücksichtigt, ist eine Beurteilung der Rissreduktion anhand des Gasdurchsatzes nicht möglich.

Für die Darstellung in Abbildung 6-9 wurde der Wert des Gasdurchsatzes durch den unkonsolidierten Filterkuchen jeweils auf den Wert im konsolidierten Zustand normiert, dies erfolgte für alle drei Werte des Gasdifferenzdrucks. Die linke Abbildung zeigt den Gesamtverlauf des normierten Gasdurchsatzes über einen Entfeuchtungszeitraum von 80 Sekunden. Es ist ersichtlich, dass der Gasdurchsatz in allen Fällen um etwa den gleichen Faktor zunimmt, wie in Tabelle 6-3 zusammengefasst. Eine Differenzierung der jeweils beobachteten druckspezifischen Unterschiede in der Änderung des Rissbildungsverhaltens anhand der Änderung des Gasdurchsatzes ist somit nicht möglich. Auch der in Abbildung 6-9 rechts dargestellte Anstieg des Gasdurchsatzes zu Beginn der Entfeuchtung lässt im Rahmen der Abweichung keinen Rückschluss auf die Änderung des Rissbildungsverhaltens zu.

Experimentell bestimmte Untersättigungskinetik von Filterkuchen bei auftretender Rissbildung

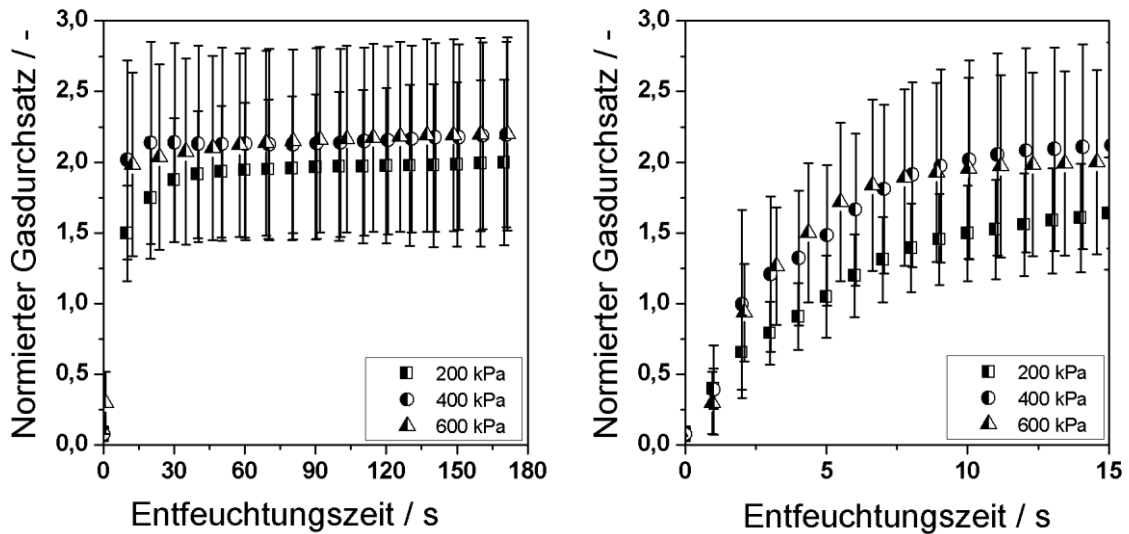


Abbildung 6-9: Entwicklung des normierten Gasdurchsatzes durch den Filterkuchen über eine Entfeuchtungszeit von 180 Sekunden für Druckdifferenzen von 200, 400 und 600 kPa. Links: Verlauf über die gesamte Entfeuchtungszeit. Zur besseren Übersichtlichkeit ist nur jeder zehnte aufgenommene Datenpunkt dargestellt. Rechts: Anfangsbereich, jeder zweite aufgenommene Datenpunkt ist dargestellt.

Tabelle 6-3: Verhältnis des Gasdurchsatzes bei unkonsolidiertem Filterkuchen bezogen auf den Gasdurchsatz durch den konsolidierten Filterkuchen vor Abbruch der Entfeuchtung bei einer Gesamtentfeuchtungszeit von 180 Sekunden unter Variation der Druckdifferenz.

Δp / kPa	200	400	600
Normierter Gasdurchsatz / -	2,0±0,6	2,2±0,7	2,2±0,7

Zusammenfassend ist zu sagen, dass die Bestimmung der charakteristischen Filterkucheneigenschaften zwar eine Verlangsamung des Untersättigungsverlaufs infolge der Verdichtung vermuten ließ, die experimentell bestimmte Entfeuchtungskinetik dies jedoch nicht bestätigte. Vielmehr zeigte sich, dass die Untersättigung der verdichteten Filterkuchen schneller verlief, als die der unverdichteten Filterkuchen, bei denen es zu Beginn der Untersättigung zur Rissbildung kam. Dies zeigt dass die Rissbildung einen negativen Einfluss auf den Untersättigungsverlauf ausübt. Die wahrscheinlichste Erklärung stellt dabei die Ablösung des Filterkuchens vom Filtermedium infolge des bereits beschriebenen „Aufschüsseln“ dar. Aufgrund dessen stellt die Verdichtung des Filterkuchens eine anzurathende Maßnahme zur Verhinderung der Rissbildung dar.

7 Filterkuchenverdichtung mittels oszillierender Scherung⁴

Das folgende Kapitel befasst sich mit der Verdichtung von Filterkuchen durch den Eintrag von oszillierender Scherung. Es ist allgemein akzeptiert, dass der bestimmende Parameter bei Schwingungsvorgängen nicht die Versuchszeit, sondern vielmehr die Anzahl an Schwingungen ist. Ergebnisse unter Variation der Versuchszeit werden daher in der Regel in Abhängigkeit der Anzahl an Schwingungen dargestellt. Der Datenpunkt bei einer Anzahl von null Schwingungen stellt jeweils den Referenzzustand des Filterkuchens vor dem Schwingungseintrag dar. Dies ist der Zustand nach Filterkuchenbildung bei einem Differenzdruck von 80 kPa, sofern nicht abweichend vermerkt.

7.1 Parameterstudie zur Verdichtung von Filterkuchen mittels oszillierender Scherung

Ein typischer Verlauf von Restfeuchte und Porosität während des Verdichtungsversuches ist in Abbildung 7-1 dargestellt. Hierbei handelt es sich um einen Datensatz, der unter Verwendung des Modellprodukts PCC aufgenommen wurde. Restfeuchte und Porosität nehmen erwartungsgemäß gleichermaßen ab. Die dargestellten Werte der Porosität wurden mittels Probenehmern, wie in Kapitel 3.1 beschrieben, bestimmt. Auffällig ist die zum Teil beträchtliche Standardabweichung der derartig bestimmten Werte. Da die während der Verdichtung anliegende Druckdifferenz unterhalb des kapillaren Eintrittsdrucks liegt, ist eine Untersättigung des Filterkuchens auszuschließen. Der Filterkuchen liegt daher am Ende der Verdichtung vollständig gesättigt vor. In diesem Zustand verfügt das Versuchsmaterial über eine zähe, klebrige Textur und haftet aufgrund der Verdichtung stark am Filtertuch. Diese Faktoren führen zu einer erschwerten repräsentativen Probenahme. Entsprechend ergibt sich eine vergleichsweise große Streuung in den Werten der Porosität. Aufgrund dessen wird der Grad der Verdichtung im Folgenden anhand der Restfeuchte des Filterkuchens beurteilt. Da eine Untersättigung ausgeschlossen ist, erfolgt die Reduktion der Restfeuchte ausschließlich durch Verdichtung. Somit ist die Reduktion der Restfeuchte äquivalent zur Reduktion der Filterkuchenporosität. Der Verdichtungsverlauf lässt sich grob in zwei Bereiche untertei-

⁴ Die in Kapitel 7.1 und 7.2 dargestellten Ergebnisse für das System PCC, einschließlich Abbildung 7-1 bis Abbildung 7-3, Abbildung 7-7 und Abbildung 7-8, sowie Tabelle 7-1 wurden im Rahmen von [87] publiziert und mit Genehmigung von Taylor & Francis für diese Dissertation übersetzt, bzw. angepasst.

Parameterstudie zur Verdichtung von Filterkuchen mittels oszillierender Scherung

len, einen ersten Bereich, in dem die Verdichtung sehr schnell vonstattengeht, um sich dann im zweiten Bereich asymptotisch einem Grenzwert anzunähern. Die mathematische Beschreibung des Verdichtungsverhaltens ist über das in Gleichung (7-1) dargestellte Exponentialgesetz möglich. Hierbei wird die Änderung der Restfeuchte RF in Abhängigkeit der Schwingungszahl n_{osz} dargestellt. Die Anpassung von Gleichung (7-1) an die experimentell bestimmten Daten erfolgte in OriginPro 8.5.1G unter Verwendung eines Levenberg-Marquardt Algorithmus. Die Anpassungsparameter RF_{∞} , B und v , sowie das korrigierte Bestimmtheitsmaß, sind in Tabelle 7-1 zusammengefasst. Der Vergleich von RF_{∞} mit dem experimentell minimal erreichten Wert der Restfeuchte RF_f zeigt, dass die Verdichtung durch die Anpassungsfunktion in guter Näherung beschrieben werden kann. Die in Tabelle 7-1 angegebene Abweichung für RF_{∞} stellt den Standardfehler der Anpassung dar.

$$RF(n_{osz}) = RF_{\infty} + B \cdot e^{-\frac{n_{osz}}{v}} \quad (7-1)$$

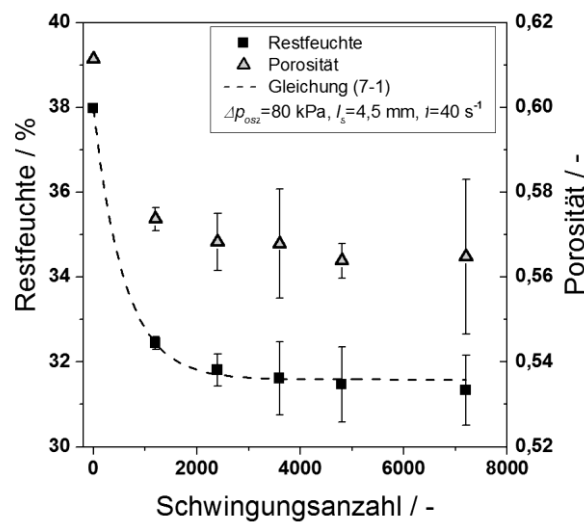


Abbildung 7-1: Exemplarischer Verlauf von Restfeuchte (linke y-Achse, Quadrate) und Porosität (rechte y-Achse, Dreiecke) mit steigender Anzahl an Schwingungen. Versuchsparameter: Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=80$ kPa, Scherweg $l_s=4,5$ mm und Frequenz $f=40$ s⁻¹.

Tabelle 7-1: Anpassungsparameter für den Fit der experimentellen Daten für PCC mit Gleichung (7-1) und experimentell bestimmter Wert RF_f .

Für experimentelle Parameter $\Delta p_{osz}=20$ kPa, $l_s=4,5$ mm					
Frequenz f/s^{-1}	$B/\%$	$RF_{\infty}/\%^*$	$\nu/-$	$\bar{R}^2/-$	$RF_f/\%$
5	2,9	35,0±0,6	1298	0,9865	35,7±1,0
10	3,0	35,0±0,1	810	0,9828	34,5±0,1
17	4,2	33,8±0,5	532	0,9438	32,5±0,5
25	5,8	32,2±0,3	978	0,9957	31,9±0,6
40	6,3	31,7±0,1	652	0,9987	31,1±0,6
Für experimentelle Parameter $\Delta p_{osz}=80$ kPa, $l_s=4,5$ mm					
Frequenz f/s^{-1}	$B/\%$	$RF_{\infty}/\%^*$	$\nu/-$	$\bar{R}^2/-$	$RF_f/\%$
5	5,6	32,3±0,4	565	0,9850	31,9±0,2
17	6,2	31,8±0,6	751	0,9935	30,9±0,5
40	6,4	31,6±0,1	599	0,9998	31,3±0,8

* Die angegebene Abweichung gibt den Standardfehler der Anpassung an.

Tendenziell ist zu beobachten, dass mit steigender Frequenz geringere Werte der Restfeuchte erzielt werden. Allerdings wird das Verdichtungsverhalten stark vom anliegenden Druck beeinflusst. Abbildung 7-2 zeigt hierzu links die Reduktion der Restfeuchte mit der Anzahl an Schwingungen unter Variation der Frequenz bei einer Druckdifferenz von 20 kPa. Das Verdichtungsverhalten wird für alle verwendeten Frequenzen gut durch das oben beschriebene Exponentialgesetz wiedergegeben. Mit Ausnahme des Versuches bei einer Frequenz von $17 s^{-1}$ läuft die Restfeuchte auf einen stationären Endwert zu. Die Verdichtungsdaten lassen sich qualitativ in zwei Bereiche unterteilen: Sowohl im Bereich niedriger Frequenzen (5 und $10 s^{-1}$) als auch im Bereich hoher Frequenzen (25 und $40 s^{-1}$) werden ähnliche Endwerte der Verdichtung erzielt. Der verhältnismäßig große Unterschied zwischen beiden Endwerten legt nahe, dass ein Grenzwert der Spannung oder Energie überschritten werden muss, um eine weitergehende Verdichtung zu erzielen. Für die Verdichtung in vertikaler Richtung wurden ähnliche Beobachtungen von Barkan gemacht [99]. In diesem Fall musste ein Schwellwert der Beschleunigung überschritten werden. Die Versuche bei Frequenzen von 5 , 17 und $40 s^{-1}$ wurden bei einer Druckdifferenz von 80 kPa wiederholt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 7-2 rechts

dargestellt. Auch hier ist der experimentell bestimmte Verlauf der Verdichtung durch Gleichung (7-1) beschreibbar und die Anpassungsparameter finden sich in Tabelle 7-1. Im Unterschied zu den Daten bei einer Druckdifferenz von 20 kPa ist hier jedoch nur ein geringer Einfluss der Druckdifferenz auf den Verdichtungsverlauf zu beobachten. Darüber hinaus laufen die Daten sowohl bei 5 s^{-1} als auch bei 17 s^{-1} auf einen wesentlich geringeren Endwert zu als bei 20 kPa. Alle Kurven zeigen einen ähnlichen Verlauf. Dies legt nahe, dass die Verdichtung unter diesen Bedingungen nur zu einem geringen Maß von der angelegten Frequenz abhängt, und der erzielte Grad der Verdichtung hauptsächlich durch die Anzahl an Schwingungen bestimmt wird.

Abbildung 7-3 zeigt den Vergleich der Verdichtungsgrenze RF_{∞} in Abhängigkeit der Frequenz für 20 und 80 kPa Druckdifferenz. Der untere Grenzwert der Restfeuchte RF_{∞} wird aus der Anpassung des Exponentialgesetzes an die Messdaten erhalten. Wie bereits aus der detaillierten Darstellung in Abbildung 7-2 vermutet, hängt die Verdichtungsgrenze für eine Druckdifferenz von 20 kPa stark von der Frequenz ab. Bei einer Druckdifferenz von 80 kPa hingegen, ändert sich die Verdichtungsgrenze kaum mit zunehmender Frequenz. Außerdem fällt auf, dass die bei 80 kPa erzielte Verdichtungsgrenze nahezu mit dem niedrigsten Wert bei 20 kPa zusammenfällt. Dies lässt vermuten, dass es sich hier um eine globale Grenze der Verdichtung für das Modellsystem PCC mit dieser Verdichtungsmethode handelt.

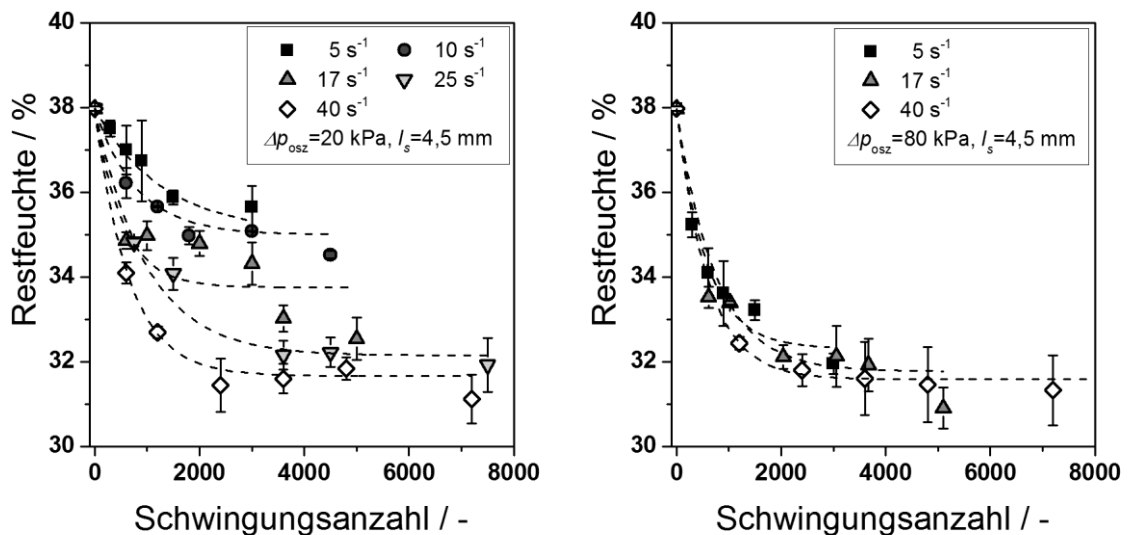


Abbildung 7-2: Abnahme der Restfeuchte mit der Anzahl an Schwingungen für verschiedene Frequenzen bei einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$ (links) und $\Delta p_{osz}=80 \text{ kPa}$ (rechts), und einem Scherweg $l_s=4,5 \text{ mm}$ für das Versuchsmaterial PCC. Die gestrichelten Linien zeigen die Anpassung von Gleichung (7-1) an die experimentellen Daten.

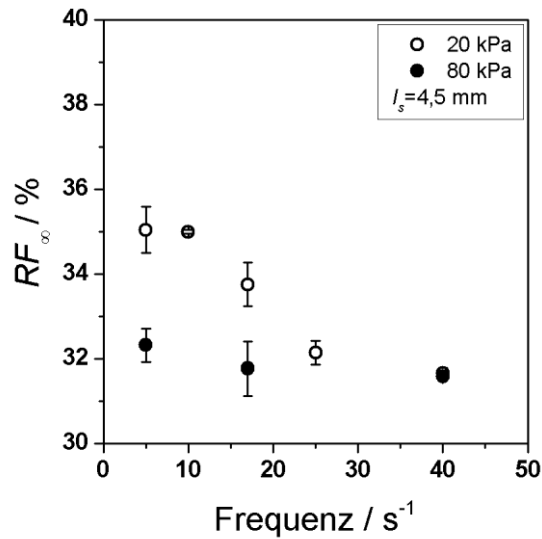


Abbildung 7-3: Abhängigkeit der Verdichtungsgrenze RF_{∞} des Versuchsmaterials PCC von der Frequenz unter Variation der Druckdifferenz Δp_{osz} . Der Scherweg l_s liegt konstant bei 4,5 mm. Es sei darauf hingewiesen, dass die Datenpunkte bei 40 s^{-1} bei 20 und 80 kPa Druckdifferenz zusammenfallen. Die Fehlerbalken zeigen den Standardfehler des Anpassungsparameters RF_{∞} .

Für die weiteren Versuchsmaterialien sind grundsätzlich ähnliche Tendenzen zu beobachten. Abbildung 7-4 und Abbildung 7-5 zeigen die für die Versuchsmaterialien Kaolin und GCC erzielten Ergebnisse. Auch hier ermöglicht der Einsatz der oszillierenden Scherung eine Verdichtung des Filterkuchens. In Bezug auf die Kinetik der Verdichtung ist für das Versuchsmaterial Kaolin ein ähnliches Verhalten wie für PCC festzustellen. Auch in diesem Fall ist der Verlauf der Verdichtung durch das in Gleichung (7-1) dargestellte Exponentialgesetz beschreibbar. Bereits durch reine Betrachtung der Diagramme bei $\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$ und 80 kPa ist ersichtlich, dass die anliegende Druckdifferenz die Geschwindigkeit der Verdichtung beeinflusst. Hierbei wird der Grenzwert der Verdichtung bei höherer Druckdifferenz bei einer geringeren Anzahl von Schwingungen erreicht.

Parameterstudie zur Verdichtung von Filterkuchen mittels oszillierender Scherung

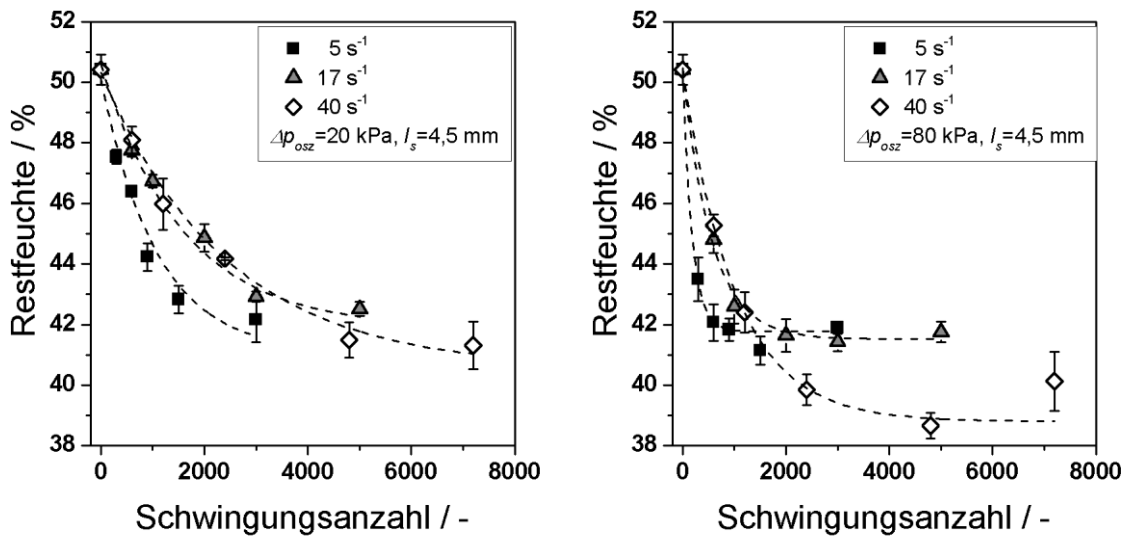


Abbildung 7-4: Abnahme der Restfeuchte mit steigender Anzahl an Schwingungen unter Variation der Frequenz bei einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links) und $\Delta p_{osz}=80$ kPa (rechts), und einem Scherweg $l_s=4,5$ mm für das Versuchsmaterial Kaolin. Die gestrichelten Linien zeigen die Anpassung von Gleichung (7-1) an die experimentellen Daten.

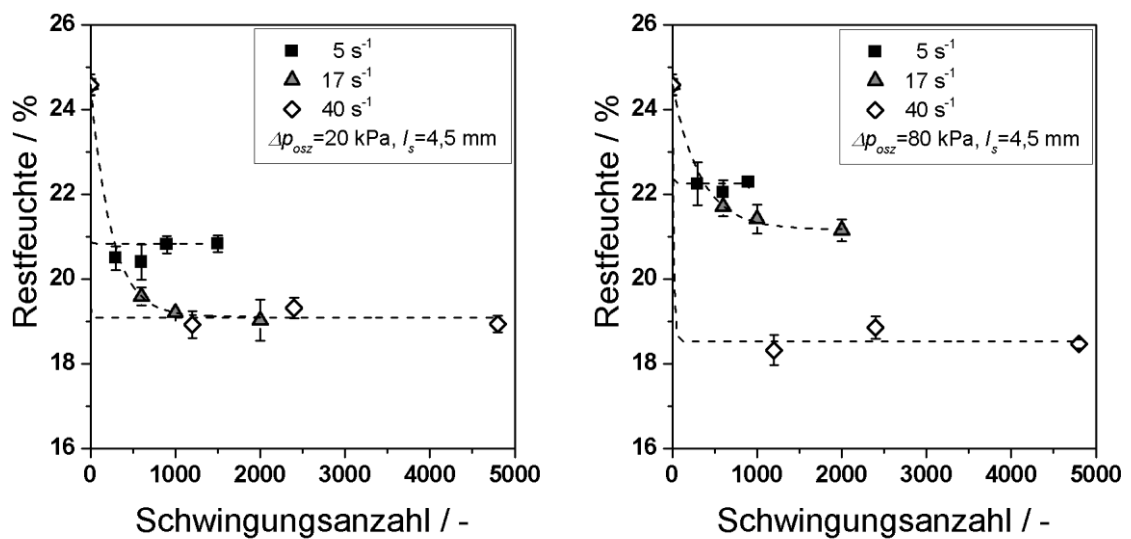


Abbildung 7-5: Abnahme der Restfeuchte mit steigender Anzahl an Schwingungen unter Variation der Frequenz bei einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links) und $\Delta p_{osz}=80$ kPa (rechts), und einem Scherweg $l_s=4,5$ mm für das Versuchsmaterial GCC. Die gestrichelten Linien zeigen die Anpassung von Gleichung (7-1) an die experimentellen Daten. Der Fit für $f=5$ s⁻¹ und $f=40$ s⁻¹ wurde lediglich der besseren Übersichtlichkeit halber hinzugefügt.

Der Vergleich der für GCC erzielten Ergebnisse für die Kinetik der Verdichtung mit denen der Versuchsmaterialien PCC und Kaolin hingegen gestaltet sich schwierig. Wie aus Abbildung 7-5 ersichtlich, läuft die Verdichtung im Falle von GCC außerordentlich schnell ab. Für die Versuche bei Frequenzen von 5 und 40 s⁻¹ wird der Grenzwert der

Verdichtung bereits mit dem ersten Datenpunkt erreicht. Lediglich für die Verdichtung bei 17 s^{-1} ist eine Abhängigkeit des Verdichtungszustandes von der Anzahl der Schwingungen annähernd erkennbar, und somit eine Anpassung der experimentellen Daten mit Gleichung (7-1) sinnvoll. Für das Modellsystem GCC erfolgt die Betrachtung der Verdichtungsgrenze daher nicht anhand des Anpassungsparameters RF_{∞} , sondern auf Basis der Messwerte. Hierzu wurden die bei 5 und 40 s^{-1} erzielten Werte der Restfeuchte gemittelt. Bei einer Frequenz von 17 s^{-1} dient der niedrigste experimentell erzielte Wert der Restfeuchte als Vergleichswert. Aufgrund der sehr guten Übereinstimmung des Werts mit dem Anpassungsparameter RF_{∞} (siehe Auflistung der entsprechenden Daten in Tabelle 7-3) erscheint diese Vorgehensweise gerechtfertigt.

Tabelle 7-2: Anpassungsparameter für den Fit der experimentellen Daten für Kaolin mit Gleichung (7-1) und experimentell bestimmter Wert RF_f .

Für experimentelle Parameter $\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$, $l_s=4,5 \text{ mm}$					
Frequenz f/s^{-1}	$B/\%$	$RF_{\infty}/\%^*$	$v/-$	$\bar{R}^2/-$	$RF_f/\%$
5	9,1	$41,0 \pm 1,6$	1085	0,9268	$42,2 \pm 0,7$
17	8,7	$41,9 \pm 0,5$	1589	0,9824	$42,5 \pm 0,2$
40	9,8	$40,5 \pm 0,5$	2429	0,9935	$41,3 \pm 0,8$

Für experimentelle Parameter $\Delta p_{osz}=80 \text{ kPa}$, $l_s=4,5 \text{ mm}$					
Frequenz f/s^{-1}	$B/\%$	$RF_{\infty}/\%^*$	$v/-$	$\bar{R}^2/-$	$RF_f/\%$
5	8,6	$41,8 \pm 0,1$	184	0,9868	$41,1 \pm 0,5$
17	8,9	$41,5 \pm 0,2$	558	0,9911	$41,4 \pm 0,3$
40	11,6	$38,8 \pm 0,3$	1017	0,9911	$38,7 \pm 0,4$

* Die angegebene Abweichung gibt den Standardfehler der Anpassung an.

Parameterstudie zur Verdichtung von Filterkuchen mittels oszillierender Scherung

Tabelle 7-3: Anpassungsparameter für den Fit der experimentellen Daten für GCC mit Gleichung (7-1) und experimentell bestimmter Wert RF_f .

Für experimentelle Parameter $\Delta p_{osz}=20$ kPa, $l_s=4,5$ mm					
Frequenz f/s^{-1}	$B/\%$	$RF_{\infty}/\%^*$	$v/-$	$\bar{R}^2/-$	$RF_f/\%$
5	3,8**	20,8±3,0**	1,6**	0,9752**	20,6±0,2
17	5,5	19,1±0,0	248	0,9998	19,0±0,5
40	5,5**	19,1±0,2**	1,8**	0,9864**	19,1±0,2

Für experimentelle Parameter $\Delta p_{osz}=80$ kPa, $l_s=4,5$ mm					
Frequenz f/s^{-1}	$B/\%$	$RF_{\infty}/\%^*$	$v/-$	$\bar{R}^2/-$	$RF_f/\%$
5	2,3**	22,3±0,1**	7**	0,9768**	22,2±0,1
17	3,4	21,2±0,1	332	0,9981	21,2±0,3
40	6,1**	18,5±0,1**	18**	0,9880**	18,6±0,3

* Die angegebene Abweichung gibt den Standardfehler der Anpassung an.

** Scheinbarer Fit

Die jeweiligen Verdichtungsgrenzen der Modellsysteme Kaolin und GCC sind in Abbildung 7-6 dargestellt. Im Gegensatz zu PCC fällt auf, dass die Grenzwerte der Verdichtung sowohl bei konstantem Druck innerhalb der verschiedenen Frequenzen, als auch insgesamt betrachtet, eine geringere Variationsbreite aufweisen. Zudem zeigen beide Materialien eine zu PCC unterschiedliche Abhängigkeit der Verdichtungsgrenze von Frequenz und Druckdifferenz. Während bei PCC bei einer Druckdifferenz von 20 kPa eine deutliche Abhängigkeit der Verdichtungsgrenze von der Frequenz besteht, kann für Kaolin – unter Berücksichtigung der Standardabweichung – bei dieser Druckdifferenz von einer frequenzunabhängigen Grenze der Verdichtung ausgegangen werden. Für Frequenzen von $5 s^{-1}$ und $17 s^{-1}$ ist zudem weder ein Einfluss der Druckdifferenz, noch der Frequenz auf die erzielte Verdichtung auszumachen. Der Einfluss der Druckdifferenz wird lediglich bei der höchsten Frequenz von $40 s^{-1}$ signifikant. Hier ist ein deutlicher Abfall der Restfeuchte im Vergleich zu den anderen Parameterkombinationen zu verzeichnen. GCC hingegen zeigt ein abweichendes Verdichtungsverhalten. Hier besteht für beide untersuchten Druckdifferenzen eine Frequenzabhängigkeit der Verdichtung. Hierbei werden im niedrigen Frequenzbereich ($5 s^{-1}$ und $17 s^{-1}$) bei 20 kPa Druckdifferenz geringere Werte der Restfeuchte und somit eine größere Verdichtung erzielt als

bei 80 kPa. Durch weitere Steigerung der Frequenz auf einen Wert von 40 s^{-1} ist hier jedoch keine weitere Reduktion der Restfeuchte mehr möglich. Bei einer Druckdifferenz von 80 kPa hingegen wird beim Übergang von 5 s^{-1} zu 17 s^{-1} nur eine geringfügige Reduktion der Restfeuchte erzielt. Eine deutliche Verdichtung ergibt sich hier beim Übergang von 17 s^{-1} zu 40 s^{-1} .

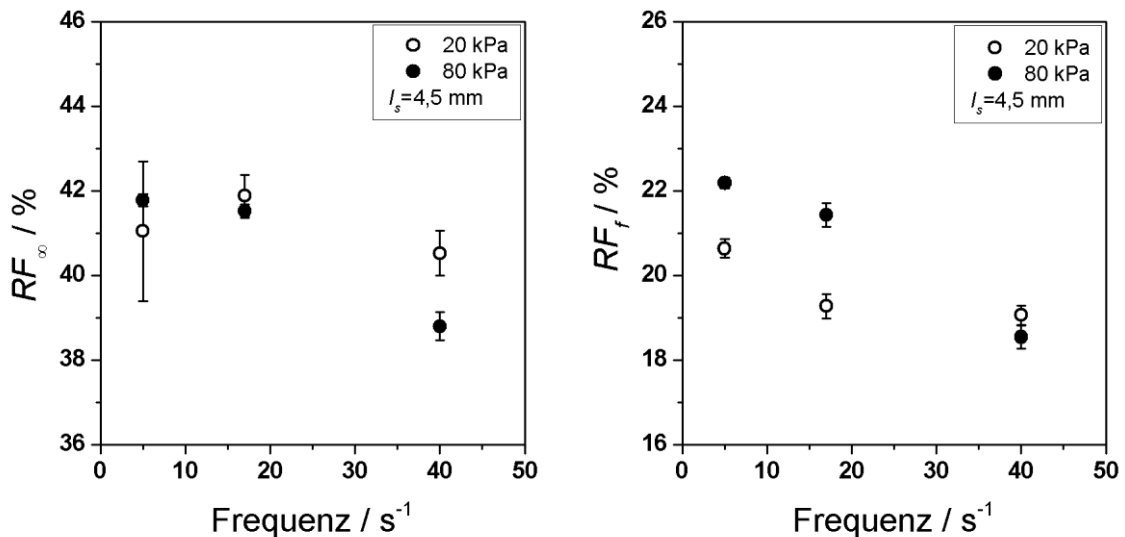


Abbildung 7-6: Abhängigkeit der Verdichtungsgrenze RF_{∞} , bzw. RF_f von der Frequenz unter Variation der Druckdifferenz Δp_{osz} für die Versuchsmaterialien Kaolin (links) und GCC (rechts). Scherweg $l_s = 4,5 \text{ mm}$. Die Fehlerbalken im linken Diagramm zeigen den Standardfehler des Anpassungsparameters RF_{∞} , die im rechten Diagramm die Standardabweichung der aus den experimentellen Daten gemittelten Restfeuchte RF_f .

Die Rolle der überlagerten Druckdifferenz während des Verdichtungsprozesses ist komplex, da sie mehrere Aspekte gleichzeitig und auf gegenläufige Art und Weise beeinflusst. Mit steigendem äußeren Druck erhöhen sich, wie bei Tomas [100] und Youd [101] beschrieben, zugleich die interpartikulären Haftkräfte. Somit ist mehr Energieeintrag, bzw. Kraftaufwand nötig, um diese Haftkräfte zu brechen. Zur Verdichtung muss jedoch auch die Porenflüssigkeit verdrängt werden. Dieser Vorgang wiederum folgt dem Gesetz von Darcy, die Durchströmungsgeschwindigkeit ist proportional zum Druckgradienten. So gesehen ist in diesem Punkt mit steigendem Druck eine Verbesserung der Verdichtung zu erwarten. Es ist vorstellbar, dass der gegenläufige Einfluss des Drucks auf das Verdichtungsverhalten schließlich die Grenze der Verdichtung bestimmt. Vaxelaire und Olivier [78] untersuchten in einer Studie zur Verdichtung mit überlagerter stetiger Scherung auch Belebtschlamm aus einer Kläranlage und konnten hierbei keinerlei zusätzlichen Effekt von Scherung auf die Verdichtung erzielen. Sie führten dies auf den hohen Widerstand des hochkompressiblen Produkts in der Nähe des Filtermediums zurück – der sogenannte „skin effect“ [102–104] – der die Verdrängung von Fluid aus

dem Filterkuchen und somit auch die Verdichtung limitiere. Ähnliche Beobachtungen sind auch aus dem Bereich der Gutbettzerkleinerung bekannt. Beim Verdichten flüssigkeitsgesättigter Gutbetten limitiert ebenfalls die Drainage der Porenflüssigkeit den Verdichtungsprozess [105]. Es ist daher wahrscheinlich, dass der Einfluss des überlageren Drucks auf die Verdichtung bei der oszillierenden Scherung hochgradig materialspezifisch ist.

Um zu ergründen, ob Scherlänge und Frequenz die Verdichtung unabhängig voneinander beeinflussen, oder ob letztlich die Kombination beider Parameter das Verdichtungsresultat bestimmt, wurden Versuche unter Variation der Scherlänge durchgeführt. Abbildung 7-7 zeigt die Änderung im Endwert der Restfeuchte RF_f für Scherlängen von 4,5 und 7,5 mm als Funktion der Frequenz (Abbildung 7-7, links), sowie der gemäß Gleichung (3-12) berechneten mittleren Scherrate (Abbildung 7-7, rechts). Die Darstellungsweise in Abhängigkeit der Frequenz lässt zunächst einen Einfluss der Scherlänge auf den Wert von RF_f vermuten: Im hohen Frequenzbereich fallen die Werte für beide Scherlängen zwar zusammen, im niedrigen Frequenzbereich hingegen werden bei konstanter Frequenz unterschiedliche Werte von RF_f erzielt. In Abhängigkeit der mittleren Scherrate betrachtet, relativiert sich dieser scheinbare Einfluss der Scherlänge allerdings. Im Rahmen der Standardabweichung ist kein Einfluss der Scherlänge auf die erzielte Verdichtung zu beobachten. Je höher die mittlere Scherrate, desto geringere Werte von RF_f werden erzielt. Dies legt nahe, dass die Kombination von Scherlänge und Frequenz den Verdichtungsprozess bestimmt und nicht die Einzelparameter.

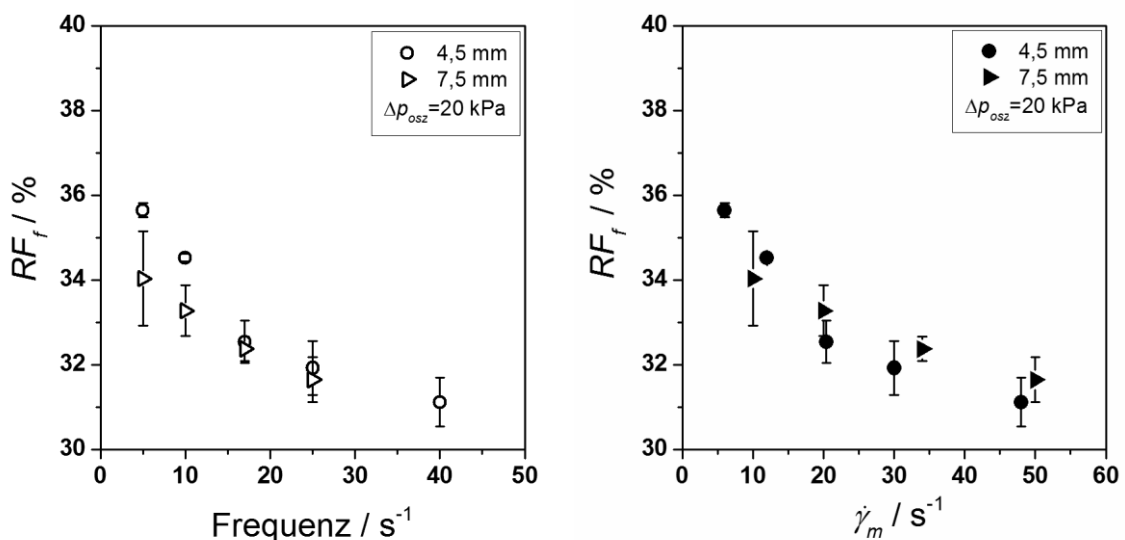


Abbildung 7-7: Einfluss des Scherwegs l_s auf die Restfeuchte RF_f im Verdichtungs-gleichgewicht in Abhängigkeit der Frequenz (links) und der mittleren Scherrate (rechts) bei einer konstanten Druckdifferenz Δp_{osz} von 20 kPa. Daten für PCC.

7.2 Vergleich des erzielten Verdichtungsgrads bei oszillierender Scherung und bei reiner Pressung

Zur Beurteilung der Effektivität der Verdichtung mittels oszillierender Scherung wird die Verdichtung durch reinen Pressdruck als Vergleichsbasis herangezogen. Hierfür wird die jeweils erzielte Restfeuchte in Abhängigkeit des aufgebrauchten Drucks betrachtet. Abbildung 7-8 zeigt den jeweils erzielten Endwert der Restfeuchte RF_f nach Kompaktierung in der CP Zelle, sowie nach Verdichtung durch oszillierende Scherung, bei einem überlagerten Druck von 20 und 80 kPa für das Partikelsystem PCC. Generell bewegen sich die durch Verdichtung mittels oszillierender Scherung erzielten Werte der Restfeuchte im gleichen Bereich wie die durch reine Pressung erzielten Werte. Bereits bei einer überlagerten Druckdifferenz von 20 kPa werden Werte der Restfeuchte im Bereich von $35,7\% \pm 1,0\%$ bei 5 s^{-1} , bis zu $31,1\% \pm 0,6\%$ bei 40 s^{-1} erreicht. Tabelle 7-4 zeigt, welcher Wert des Pressdrucks bei reiner Pressung jeweils erforderlich wäre, um den gleichen Wert der Restfeuchte wie bei der Verdichtung mittels oszillierender Scherung zu erzielen. Zusätzlich ist aufgeführt, um welchen Faktor der erforderliche Pressdruck für den Fall der oszillierenden Scherung reduziert wird. Zur Ermittlung der Vergleichswerte des Pressdrucks bei reiner Pressung wurden die experimentellen Daten aus den Verdichtungsversuchen in der CP Zelle durch eine Polynomfunktion dritten Grades angepasst. Um einen Restfeuchtwert von beispielsweise $35,7\% \pm 1,0\%$ bei reiner Pressung in der CP Zelle zu erzielen, ist ein Pressdruck von ungefähr 292 kPa vonnöten. Durch Einsatz der oszillierenden Scherung kann der Pressdruck somit um den Faktor 15 reduziert werden. Für ein Calciumcarbonat-Partikelsystem mit ähnlicher Partikelgrößenverteilung erzielte Erk [72] ähnliche Werte für die Reduzierbarkeit des überlagerten Pressdrucks bei zusätzlicher Scherung. Im in Abbildung 7-8 betrachteten Messbereich ist durch Einsatz der oszillierenden Scherung eine Reduktion des Pressdrucks bis zu einem Faktor von 48 (20 kPa, 25 s^{-1} , $l_s=4,5 \text{ mm}$) möglich. Laut der in Tabelle 7-4 dargestellten Daten kann der Pressdruck bei Werten der Restfeuchte unter 32 % um das bis zu 73fache reduziert werden. Allerdings handelt es sich hierbei um extrapolierte Werte des Pressdrucks. Da mit steigendem Pressdruck potentiell zusätzliche Verdichtungsmechanismen zum Tragen kommen (siehe Kapitel 2.1.2), kann die tatsächliche Reduktion des Pressdrucks von der hier berechneten abweichen.

Vergleich des erzielten Verdichtungsgrads bei oszillierender Scherung und bei reiner Pressung

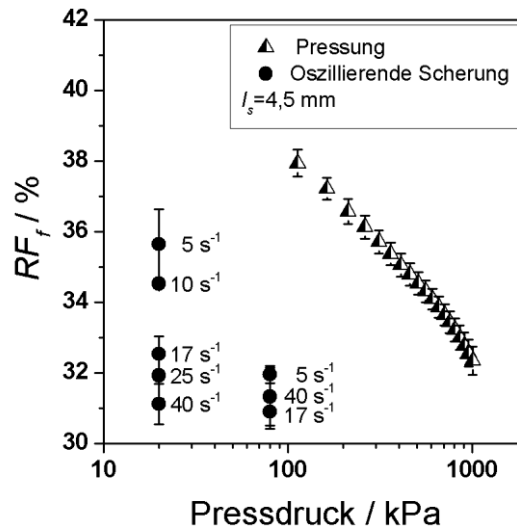


Abbildung 7-8: Vergleich der im Experiment minimal erzielten Werte der Restfeuchte RF_f in Abhängigkeit des Pressdrucks bei Verdichtung mittels oszillierender Scherung (Kreise) und bei reiner Pressung (Dreiecke) für PCC. Die Beschriftung der Messpunkte der Datenreihen zur oszillierenden Scherung gibt die eingesetzte Schwingfrequenz an.

Tabelle 7-4: Gegenüberstellung des zur Erzielung eines bestimmten Restfechtewertes erforderlichen Pressdrucks für Verdichtung durch oszillierende Scherung und reine Pressung, sowie Angabe des Faktors um den der Pressdruck durch Einsatz oszillierender Scherung reduziert werden kann. Werte für das Versuchsmaterial PCC.

Frequenz f / s^{-1}	$\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$					$\Delta p_{osz}=80 \text{ kPa}$		
	5	10	17	25	40	5	17	40
Min. Restfeuchte / %	35,7	34,5	32,5	31,9	31,1	31,9	30,9	31,3
Äquivalenter Pressdruck / kPa	292	480	961	1155*	1454*	1155*	1536*	1375*
Faktor Reduktion Pressdruck / -	15	24	48	58	73	14	19	17

*Durch Extrapolation gewonnene Werte außerhalb des Bereichs der experimentellen Daten.

Für das Partikelsystem Kaolin ist der Vergleich der in den zwei Verfahren erzielten Werte der Restfeuchte in Abhängigkeit des Pressdrucks in der linken Grafik in Abbildung 7-9 dargestellt. Im Gegensatz zu den Ergebnissen für PCC fällt zunächst auf, dass nur ein vergleichsweise geringer Einfluss von Frequenz und überlagertem Pressdruck auf die maximal erzielte Verdichtung besteht. Bei konstantem Pressdruck liefert die Verdichtung mittels oszillierender Scherung aufgrund der zusätzlichen Scherung niedrigere Werte der Restfeuchte als die reine Pressung. Allerdings ist durch die reine Pressung absolut betrachtet eine höhere Verdichtung zu erzielen. Während bei PCC über den gesamten betrachteten Pressdruckbereich hinweg vergleichbare Werte der Restfeuchte durch oszillierende Scherung zu erzielen waren, ist die mögliche Verdichtung bei Kaolin

auf den Bereich bis zu einem äquivalenten Pressdruck von 210 kPa begrenzt. Entsprechend fällt die Reduktion des Pressdrucks zur Erzielung eines konstanten Werts der Restfeuchte ebenfalls geringer aus als bei PCC. In Tabelle 7-7 sind die berechneten Werte des äquivalenten Pressdrucks, sowie die sich daraus ergebende Reduktion des Pressdrucks durch Einsatz der oszillierenden Scherung zusammengefasst. Hieraus ist ersichtlich, dass sich der zur Erzielung eines bestimmten Restfeuchtwertes erforderliche Pressdruck durch das Verfahren der oszillierenden Scherung um den Faktor zwei bis acht reduzieren lässt. Auffällig ist, dass die Reduktion des Pressdrucks bei kleinen Werten von Δp_{osz} günstiger ausfällt. Bei einem Wert $\Delta p_{osz}=20$ kPa liegt der Faktor bei 7-8, bei $\Delta p_{osz}=80$ kPa hingegen nur bei 2-3. Für das Partikelsystem Kaolin wäre ein Einsatz der Verdichtung mittels oszillierender Scherung daher dann günstig, wenn moderate Werte der Restfeuchte bei niedriger Druckdifferenz erzielt werden sollen.

Für GCC hingegen erweist sich die Verdichtung mittels oszillierender Scherung im Vergleich zur reinen Pressung als ähnlich vorteilhaft wie für das zuerst betrachtete PCC. Der Vergleich der mit beiden Verfahren erzielbaren Verdichtung ist rechts in Abbildung 7-9 dargestellt. Der geringsten erzielten Verdichtung bei oszillierender Scherung bei der Parameterkombination 80 kPa, 5 s^{-1} , $l_s=4,5$ mm entspricht ein äquivalenter Pressdruck von 382 kPa. Somit kann der zur Verdichtung erforderliche Pressdruck in diesem Fall um den Faktor fünf reduziert werden. Insgesamt sind durch Einsatz der oszillierenden Scherung wesentlich niedrigere Werte der Restfeuchte, und somit höhere Grade der Verdichtung, zu erzielen als durch die reine Pressung im betrachteten Druckbereich. Tabelle 7-6 fasst die Werte des äquivalenten Pressdrucks zu den durch oszillierende Scherung erreichten Verdichtungszuständen nochmals zusammen. Die durch oszillierende Scherung erreichten Verdichtungszustände liegen weit unterhalb des durch Pressung experimentell erreichten Wertespektrums. Da GCC im untersuchten Druckbereich nur geringfügig komprimierbar ist, scheint es wahrscheinlich, dass weitergehende Verdichtung durch Pressung nur beim Auftreten zusätzlicher Verdichtungsmechanismen möglich ist. Die in diesen Fällen durch Extrapolation ermittelten Vergleichswerte des Pressdrucks sind daher kritisch zu betrachten.

Vergleich des erzielten Verdichtungsgrads bei oszillierender Scherung und bei reiner Pressung

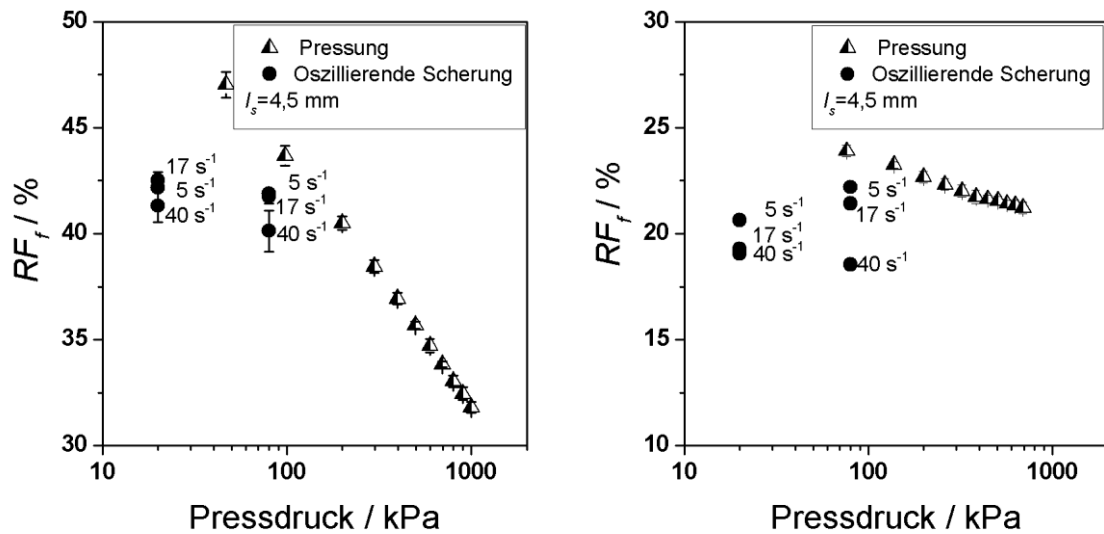


Abbildung 7-9: Vergleich der im Experiment minimal erzielten Werte der Restfeuchte RF_f in Abhängigkeit des Pressdrucks bei Verdichtung mittels oszillierender Scherung (Kreise) und bei reiner Pressung (Dreiecke). Die Beschriftung der Messpunkte der Datenreihen zur oszillierenden Scherung gibt die eingesetzte Schwingfrequenz an. Links: Daten für Kaolin. Rechts: Daten für GCC.

Tabelle 7-5: Gegenüberstellung des zur Erzielung eines bestimmten Restfeuchtwertes erforderlichen Pressdrucks für Verdichtung durch oszillierende Scherung und reine Pressung, sowie Angabe des Faktors um den der Pressdruck durch Einsatz oszillierender Scherung reduziert werden kann. Werte für das Versuchsmaterial Kaolin.

Frequenz f / s^{-1}	$\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$			$\Delta p_{osz}=80 \text{ kPa}$		
	5	17	40	5	17	40
Min. Restfeuchte / %	42,2	42,5	41,3	41,9	41,7	40,1
Äquivalenter Pressdruck / kPa	142	132	167	149	153	210
Faktor Reduktion Pressdruck / -	7	7	8	2	2	3

Tabelle 7-6: Gegenüberstellung des zur Erzielung eines bestimmten Restfeuchtwertes erforderlichen Pressdrucks für Verdichtung durch oszillierende Scherung und reine Pressung, sowie Angabe des Faktors um den der Pressdruck durch Einsatz oszillierender Scherung reduziert werden kann. Werte für das Versuchsmaterial GCC.

Frequenz f / s^{-1}	$\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$			$\Delta p_{osz}=80 \text{ kPa}$		
	5	17	40	5	17	40
Min. Restfeuchte / %	20,6	19,3	19,1	22,2	21,4	18,6
Äquivalenter Pressdruck / kPa	1453*	5760*	6969*	382	650	10742*
Faktor Reduktion Pressdruck / -	73	288	348	5	8	134

* Durch Extrapolation ermittelte Werte außerhalb der experimentell bestimmten Daten.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass der Einsatz von oszillierender Scherung es ermöglicht, Filterkuchen bei - im Vergleich zur reinen Pressung - sehr geringen Werten des

Pressdrucks zu verdichten. Somit ist ein Einsatz der Technik an kontinuierlichen Trennaggregaten prinzipiell denkbar. In Anbetracht der Datenlage scheint es, dass die Verdichtung mittels oszillierender Scherung für Systeme geringer Kompressibilität wirksamer ist, als für stärker kompressible Systeme.

7.3 Vorüberlegungen zur Bilanzierung der Verdichtungsenergie und zum Scale-Up⁵

Für den Vergleich der mittels reiner Pressung und mittels oszillierender Scherung erzielbaren Verdichtung wurden zunächst ausschließlich die im Verdichtungsgleichgewicht erzielbaren Werte betrachtet. Zudem wurde das Verdichtungsverhalten ausschließlich in Bezug auf die Anzahl an Schwingungen dargestellt. Während diese Betrachtungsweise essentiell für das generelle Verständnis des Verdichtungsprozesses ist, ist für den Übergang zum technischen Trennprozess die zeitliche Komponente von Bedeutung. In Trennaggregaten zur kontinuierlichen Filtration ist die Prozesszeit limitiert und kann nur innerhalb gewisser Grenzen verändert werden. Dies trifft insbesondere auf Drehtrommelfilter zu, bei denen die zur Verfügung stehenden Zeitfenster für Kuchenbildung, Verdichtung, Gasdifferenzdruckentfeuchtung und Kuchenabwurf über die Geometrie fest miteinander verknüpft sind. Bedingt durch die zur Verfügung stehende Prozesszeit ist es oftmals nicht möglich, einen Filterkuchen bis ins Verdichtungsgleichgewicht zu kompaktieren. Allerdings zeigen die Verdichtungsdaten aus Kapitel 7.1, dass ein bestimmter Grad der Verdichtung in der Regel mit unterschiedlichen Parameterkombinationen erreicht werden kann. Es ist daher von Interesse, welche Parameterkombination es erlaubt, einen bestimmten Grad der Verdichtung in der zur Verfügung stehenden Zeit zu erreichen. Zusätzlich ist der zur Verdichtung benötigte Energieeinsatz von Belang. Daher stellt sich die Frage, welche Parameterkombination im technischen Prozess günstig hinsichtlich des zeitlichen Aufwands und des Energieeinsatzes ist.

In erster vereinfachter Betrachtung erfolgt die Abschätzung des zur Verdichtung erforderlichen Energieeintrags anhand der kinetischen Energie, die durch die Auslenkung der Übertragerplatte auf den Filterkuchen übertragen wird [106]. Diese ist gemäß Gleichung (7-2) proportional zum Quadrat der Plattengeschwindigkeit.

$$E \sim v^2 \quad (7-2)$$

⁵ Die dargestellten Berechnungen für das System PCC, einschließlich Abbildung 7-10 und Tabelle 7-7 wurden im Rahmen von [112] publiziert und mit Genehmigung von Taylor & Francis für diese Dissertation übersetzt, bzw. angepasst.

Vorüberlegungen zur Bilanzierung der Verdichtungsenergie und zum Scale-Up

In dieser vereinfachten Betrachtungsweise wird davon ausgegangen, dass die eingebrachte kinetische Energie bei jeder Schwingung dissipiert, eine mögliche Rückgewinnung von Energie durch elastische Rückdehnung wird vernachlässigt. Unter Hinzuziehung der Anzahl an Schwingungen n_{osz} lässt sich somit ein Ausdruck für die kumulierte Energie E_{tot} formulieren (Gleichung (7-3)):

$$E_{tot} \sim v^2 \cdot n_{osz} \quad (7-3)$$

Für die Berechnung der Geschwindigkeit v erfolgt eine Vereinfachung analog zur Vorgehensweise zur Berechnung der mittleren Scherrate. Die Geschwindigkeit wird über die Dauer einer Schwingung gemittelt. Die so laut Gleichung (7-4) berechnete mittlere Geschwindigkeit v_m ergibt sich aus der doppelten Scherlänge $2l_s$ und der Frequenz f .

$$v_m = 2l_s \cdot f \quad (7-4)$$

Diese Vorgehensweise liefert keine realen Werte für den Energieeintrag. Vielmehr wird ein zur Energie proportionaler Zahlenwert erhalten, der den Vergleich verschiedener Parameterkombinationen für ein Versuchsmaterial ermöglicht. Zur besseren Lesbarkeit wird im Folgenden der Begriff „scheinbarer Energieeintrag“ verwendet.

Zur Vergleichbarkeit der Verdichtungsdaten bei unterschiedlichen Parameterkombinationen werden der scheinbare Energieeintrag und die Prozesszeit für feste Werte der Restfeuchte herangezogen. Hierzu wird mithilfe der exponentiellen Anpassung an die Versuchsdaten gemäß Gleichung (7-1) berechnet, nach welcher Anzahl an Schwingungen diskrete Werte der Restfeuchte erzielt werden. Für das Produkt PCC erfolgte die Berechnung für Werte der Restfeuchte von 36%, 35% und 34%, für das Produkt Kaolin für 49%, 47%, 45% und 43%. Der scheinbare Energieeintrag bei dieser jeweils erforderlichen Anzahl von Schwingungen wird gemäß Gleichung (7-3) unter Hinzuziehung von Gleichung (7-4) berechnet und es erfolgt eine Umwandlung der Anzahl an Schwingungen in die Schwingzeit t_{osz} . Abbildung 7-10 zeigt die resultierenden Daten für das Produkt PCC. Gleiche Werte der Restfeuchte sind hierbei durch durchgezogene Linien dargestellt und Datenpunkte für gleiche Frequenzen sind mit gestrichelten Linien verbunden. Eine gemeinsame Tendenz ist auszumachen. Um einen bestimmten Wert der Restfeuchte in kurzer Zeit zu erzielen, muss viel Energie aufgewendet werden. Steht umgekehrt mehr Zeit für die Verdichtung zur Verfügung, kann der gewünschte Restfeuchtwert auch bei niedriger Frequenz unter geringerem Energieeinsatz erreicht werden. Allerdings sind, abhängig von den jeweiligen experimentellen Bedingungen, manche Werte der Restfeuchte mit niedrigen Frequenzen nicht zu erreichen. Daher

können keine allgemeinen Empfehlungen für die Verwendung bestimmter Parameterkombinationen ausgesprochen werden, sondern die spezifischen Rahmenbedingungen der jeweiligen Trennaufgabe sind zu beachten.

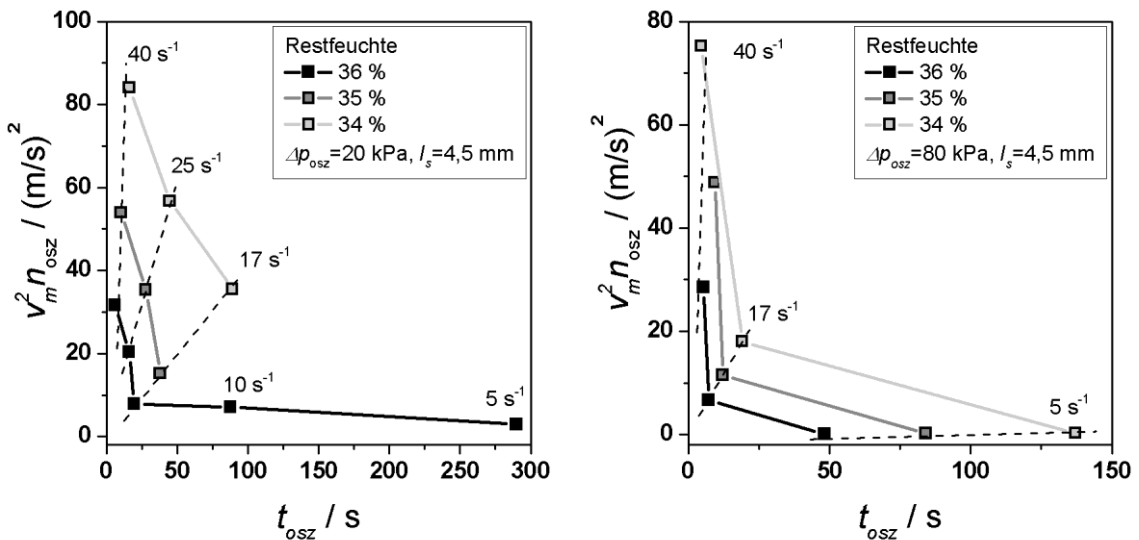


Abbildung 7-10: Gegenüberstellung von scheinbarem Energieverbrauch und Schwingzeit die erforderlich sind, um bei der Verdichtung des Produktes PCC einen bestimmten Wert der Restfeuchte zu erzielen. Links: Daten für $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$. Rechts: Daten für $\Delta p_{osz} = 80 \text{ kPa}$. Datenpunkte bei identischer Frequenz sind durch gestrichelte Linien verbunden.

Tabelle 7-7 zeigt die zur Erreichung eines bestimmten Verdichtungsziels erforderlichen Werte der Schwingzeit. Die benötigten Zeiten liegen größenordnungsmäßig innerhalb des typischen Betriebsbereichs kontinuierlich arbeitender Dreh- und Bandfilter.

Tabelle 7-7: Zusammenstellung der zur Erreichung eines bestimmten Restfeuchtwertes RF erforderlichen Schwingzeiten t_{osz} für variierte Werte von Druckdifferenz Δp_{osz} und Frequenz für das Versuchsmaterial PCC.

Zielwert RF /%	Erforderliche Schwingzeit t_{osz}					
	$\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}, l_s = 4,5 \text{ mm}$			$\Delta p_{osz} = 80 \text{ kPa}, l_s = 4,5 \text{ mm}$		
	5 s^{-1}	17 s^{-1}	40 s^{-1}	5 s^{-1}	17 s^{-1}	40 s^{-1}
36	290 s	20 s	6 s	48 s	7 s	6 s
35	n.v.	38 s	10 s	84 s	12 s	9 s
34	n.v.	89 s	16 s	137 s	19 s	5 s

Für die Verdichtung des Produktes Kaolin ist die gleiche Tendenz auszumachen. Abbildung 7-11 zeigt die Gegenüberstellung von scheinbarem Energieverbrauch und Schwingzeit die erforderlich sind, um Werte der Restfeuchte von 49%, 47%, 45% und 43% zu erzielen. Die jeweiligen Werte der Verdichtungszeit t_{osz} sind in Tabelle 7-8 nochmals gesondert aufgeführt. Im Hinblick auf einen Einsatz im kontinuierlichen Pro-

zess ist die Verdichtung bei einer Druckdifferenz Δp_{osZ} von 80 kPa vorzuziehen, da hier drei- bis sechsfach niedrigere Beanspruchungszeiten als bei 20 kPa Druckdifferenz ausreichend sind, um den gleichen Restfeuchtwert zu erzielen.

Auf die Betrachtung des Partikelsystems GCC wird verzichtet. Da die Verdichtungskinetik für dieses Material nicht bei allen Parameterkombinationen zu ermitteln war, ist unklar, zu welchem Zeitpunkt die diskreten Vergleichswerte der Verdichtung tatsächlich erreicht werden. Dementsprechend ist eine detaillierte Betrachtung des Verdichtungsfortschritts in energetischer Hinsicht nicht möglich.

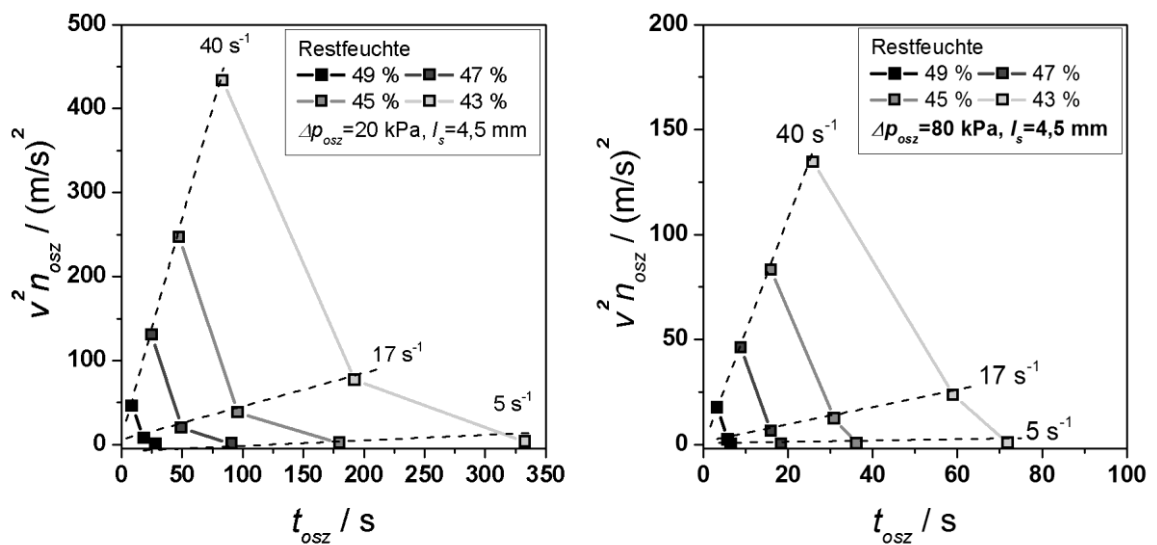


Abbildung 7-11: Gegenüberstellung von scheinbarem Energieverbrauch und Schwingzeit die erforderlich sind, um bei der Verdichtung des Produktes Kaolin einen bestimmten Wert der Restfeuchte zu erzielen. Die Abbildung links zeigt die Daten für eine Druckdifferenz Δp_{osZ} von 20 kPa, rechts für 80 kPa. Datenpunkte bei identischer Frequenz sind durch gestrichelte Linien verbunden. Es sei auf die unterschiedliche Skalierung der Achsen beider Diagramme hingewiesen.

Tabelle 7-8: Zusammenstellung der zur Erreichung eines bestimmten Restfeuchtwertes RF erforderlichen Schwingzeiten t_{osZ} für variierte Werte von Druckdifferenz Δp_{osZ} und Frequenz für das Versuchsmaterial Kaolin.

Zielwert RF / %	Erforderliche Schwingzeit t_{osZ}					
	$\Delta p_{osZ} = 20$ kPa, $l_s = 4,5$ mm			$\Delta p_{osZ} = 80$ kPa, $l_s = 4,5$ mm		
	5 s ⁻¹	17 s ⁻¹	40 s ⁻¹	5 s ⁻¹	17 s ⁻¹	40 s ⁻¹
49	28	19	9	7	6	3
47	91	50	25	19	16	9
45	180	96	48	36	31	16
43	333	193	84	72	49	26

7.4 Bilanzierung des Energiebedarfs

Nachdem der Energiebedarf für die Verdichtung durch oszillierende Scherung im vorangegangenen Abschnitt für eine vergleichende Betrachtung abgeschätzt wurde, soll nun eine detaillierte Ermittlung des auf die trockene Feststoffmasse bezogenen spezifischen Energieeintrags unter Einbezug der Verdichtungsarbeit erfolgen. Nach Darlegung der zur Berechnung nötigen Grundlagen folgt die Darstellung der Ergebnisse und anhand dieser die Überprüfung der in Kapitel 7.3 getroffenen Schlussfolgerungen. Im Anschluss dient ein Vergleich mit dem Energiebedarf für die thermische Trocknung, sowie für die Verdichtung durch reine Pressung für die experimentell erzielten Werte zur abschließenden Bewertung des Verfahrens in energetischer Hinsicht. Die Berechnung des Energiebedarfs für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung erfolgt zunächst für die Partikelsysteme PCC und Kaolin. Die Grundlage hierfür stellt die in Kapitel 7.1 bestimmte Verdichtungskinetik dar. Da diese für das System GCC – aufgrund der im Vergleich äußerst schnell ablaufenden Verdichtung – nicht zu bestimmen war, ist eine Berechnung des Energiebedarfs in der im Folgenden beschriebenen Form nicht möglich. Der abschließende Vergleich des Energiebedarfs für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung mit den Entfeuchtungsverfahren der thermischen Trocknung und der Pressung erfolgt beispielhaft für das Partikelsystem PCC.

7.4.1 Berechnung des Energiebedarfs für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung

Die für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung benötigte Energie setzt sich aus dem Anteil für die Verdrängung des Fluids W , sowie dem Anteil für den Schwingungseintrag E_{osz} zusammen. Zur Abschätzung von E_{osz} wird die kinetische Energie berechnet, die der Filterkuchen durch die Auslenkung jeweils erhält. Vereinfachend wird davon ausgegangen, dass die gesamte Filterkuchenmasse m_{tot} ausgelenkt wird. Analog zur in Kapitel 7.3 beschriebenen Vorgehensweise wird die Geschwindigkeit über eine Schwingung gemittelt und die berechnete Energie unter Vernachlässigung elastischer Effekte über die Anzahl an Schwingungen aufsummiert. Die Filterkuchenmasse m_{tot} wird dabei kontinuierlich angepasst. Hierfür erfolgt zunächst die Umrechnung der experimentell bestimmten Werte der Restfeuchte in die Porenziffer e , sowie die Anpassung der jeweiligen Datensätze mit einer Exponentialfunktion analog zum durch Gleichung (7-1) beschriebenen Verdichtungsverlauf. Die Verwendung der Porenziffer e zur Berechnung der Energie ist zweckmäßig, da sie sich auf ein konstantes Feststoffvolumen bezieht. Die Näherungsformel zur Beschreibung des Verdichtungsverlaufes anhand der Porenziffer weist somit folgende Form auf:

$$e(n_{osz}) = e_{\infty} + B_e \cdot \exp\left(-\frac{n_{osz}}{v_e}\right) \quad (7-5)$$

Damit ergibt sich der in Gleichung (7-6) dargestellte Zusammenhang für die für den Schwingungseintrag erforderliche Energie E_{osz} . Hierbei bezeichnet e_{∞} jeweils den frequenz- und druckspezifischen Grenzwert der Porenziffer für Werte von $n_{osz} \rightarrow \infty$.

$$E_{osz}(n_{osz}) = \frac{1}{2} \sum_{n_{osz}=0}^{n_{osz,end}} \left(m_s + m_s \frac{\rho_l}{\rho_s} \cdot \left(e_{\infty} + B_e \cdot \exp\left(-\frac{n_{osz}}{v_e}\right) \right) \right) \cdot v_m^2 \quad (7-6)$$

Die Verdrängungsarbeit W ergibt sich aus dem Produkt der anliegenden Druckdifferenz Δp_{osz} und des verdrängten Flüssigkeitsvolumens ΔV gemäß Gleichung (7-7). Hierbei bezeichnet e_0 die vor Beginn der Verdichtung vorliegende Porenziffer.

$$W(n_{osz}) = \Delta p \cdot \Delta V_l(n_{osz}) = \Delta p \cdot (e_0 - e(n_{osz})) \cdot \frac{m_s}{\rho_s} \quad (7-7)$$

Der Verlauf der insgesamt zur Verdichtung erforderlichen Energie berechnet sich somit als die Summe von kinetischer Energie und Verdrängungsarbeit zu:

$$E_{Ges,osz}(n_{osz}) = \Delta p \cdot \Delta V(n_{osz}) + E_{osz}(n_{osz}) \quad (7-8)$$

Abbildung 7-12 zeigt exemplarisch den Verlauf des Anteils der Verdrängungsarbeit W , des Anteils für den Schwingungseintrag E_{osz} sowie der Gesamtenergie $E_{Ges,osz}$ in Abhängigkeit der Schwingungsanzahl, sowie in Abhängigkeit der Porenziffer, für das Versuchsmaterial PCC. Die Verläufe zeigen, dass der Anteil der Verdrängungsarbeit an der Gesamtenergie wesentlich geringer ausfällt als der Anteil für die Erzeugung der Schwingung. Es wird zudem deutlich, dass die Verdichtung mittels oszillierender Scherung zunehmend energieintensiver wird, je stärker sich der Verdichtungsgrad des Filterkuchens der Verdichtungsgrenze nähert. Die Energie zur Erzeugung der Schwingung wird mit jedem weiteren Schwingungszyklus erneut aufgewandt, vermag aber kaum noch eine weitergehende Verdichtung zu ermöglichen. Entsprechend divergiert die Gesamtenergie bei der Annäherung an die jeweilige Verdichtungsgrenze. Aus diesen Daten lässt sich bereits schließen, dass Verdichtungszustände nahe des Grenzwerts nur unter hohem Energieeintrag zu realisieren sind. Ein Gesamtüberblick des Verlaufs der Energieanteile

W und E_{osz} sowie der Gesamtenergie $E_{Ges,osz}$ für die verschiedenen Kombinationen von Frequenz und überlagerter Druckdifferenz für das System PCC ist in Abbildung A- 1 und Abbildung A- 2 im Anhang dargestellt.

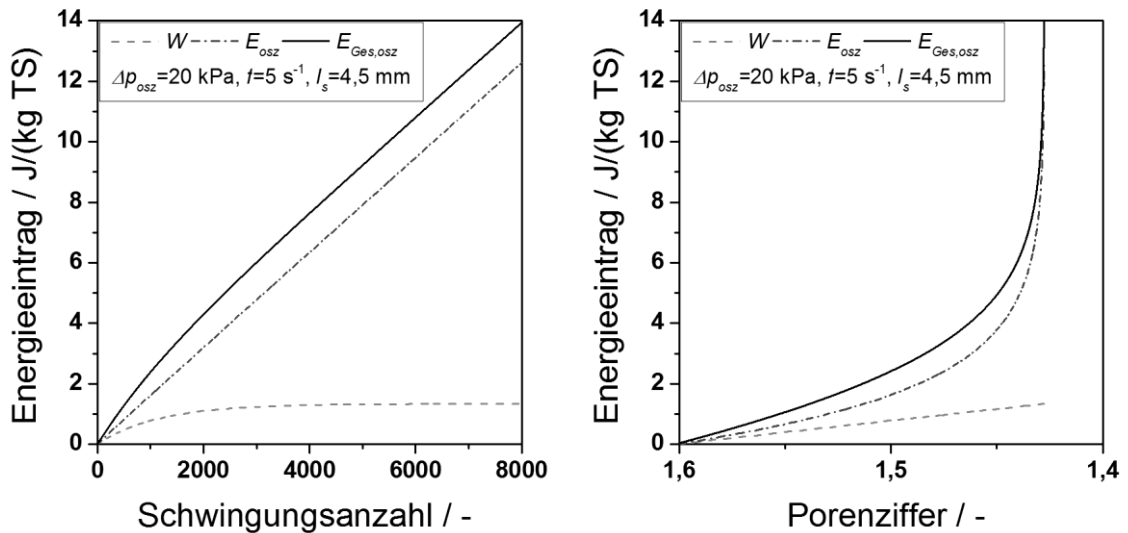


Abbildung 7-12: Exemplarischer Datensatz für den Verlauf des Energieeintrags während der Verdichtung eines PCC-Filterkuchens mittels oszillierender Scherung in Abhängigkeit der Schwingungszahl (links) und der Porenziffer (rechts). Druckdifferenz $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$, Frequenz $f = 5 \text{ s}^{-1}$, Scherlänge $l_s = 4,5 \text{ mm}$.

Prinzipiell zeigen alle Datensätze den bereits oben beschriebenen Verlauf. Eine Ausnahme stellt der in Abbildung 7-13 dargestellte Verlauf bei der Verdichtung bei einer Frequenz von 5 s^{-1} und einer überlagerten Druckdifferenz von 80 kPa dar. Dies ist der einzige Fall, in dem die Verdichtungsarbeit den Hauptanteil an der Gesamtenergie ausmacht. In allen anderen Fällen übersteigt die dem System zugeführte kinetische Energie die Verdichtungsarbeit deutlich. Bei der Verdichtung der Kaolin-Filterkuchen ist dasselbe Phänomen in wesentlich stärkerer Ausprägung zu beobachten. Abbildung 7-14 zeigt hierzu den Verlauf der Anteile W und E_{osz} sowie der Gesamtenergie $E_{Ges,osz}$ in Abhängigkeit der Porenziffer des Filterkuchens für eine überlagerte Druckdifferenz von 20 kPa (links) und 80 kPa (rechts). In beiden Fällen übersteigt der Anteil für die Verdrängungsarbeit W den Anteil für die Schwingungserzeugung E_{osz} deutlich. Im Falle der Verdichtung bei 80 kPa entfällt fast der gesamte Anteil der eingesetzten Energie auf die Verdrängungsarbeit. Dies kann so interpretiert werden, dass die eingetragene Schwingungsenergie bei dieser Parameterkombination besonders effektiv für die Verdichtung genutzt werden kann. Für die übrigen Parameterkombinationen übersteigt wiederum die eingetragene Schwingungsenergie die Verdrängungsarbeit deutlich. Die Ergebnisse sind qualitativ ähnlich zu den für PCC bereits dargestellten und finden sich in Abbildung A- 3 und Abbildung A- 4 im Anhang.

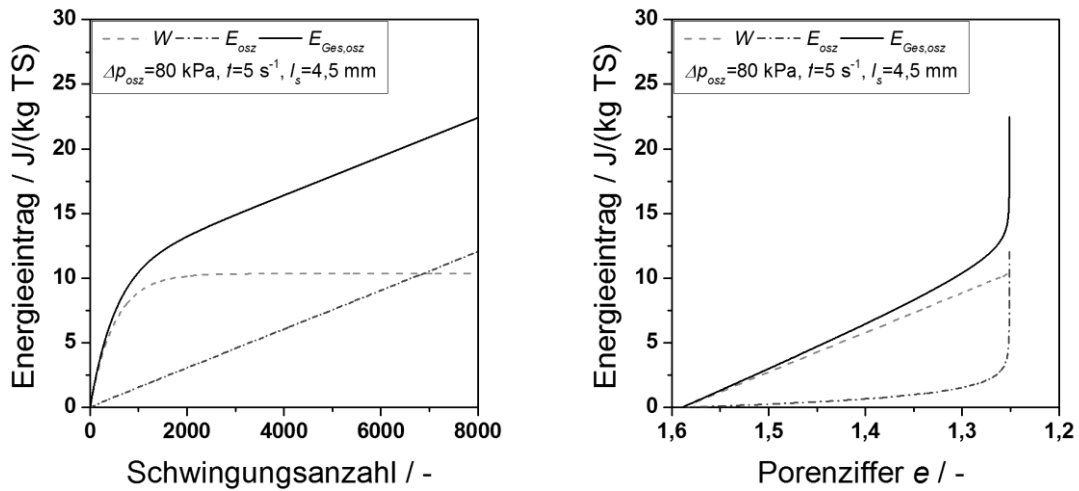


Abbildung 7-13: Verlauf des Energieeintrags während der Verdichtung eines PCC-Filterkuchens mittels oszillierender Scherung in Abhängigkeit der Schwingungszahl (links) und der Porenziffer (rechts). Druckdifferenz $\Delta p_{osz} = 80 \text{ kPa}$, Frequenz $f = 5 \text{ s}^{-1}$, Scherlänge $l_s = 4,5 \text{ mm}$.

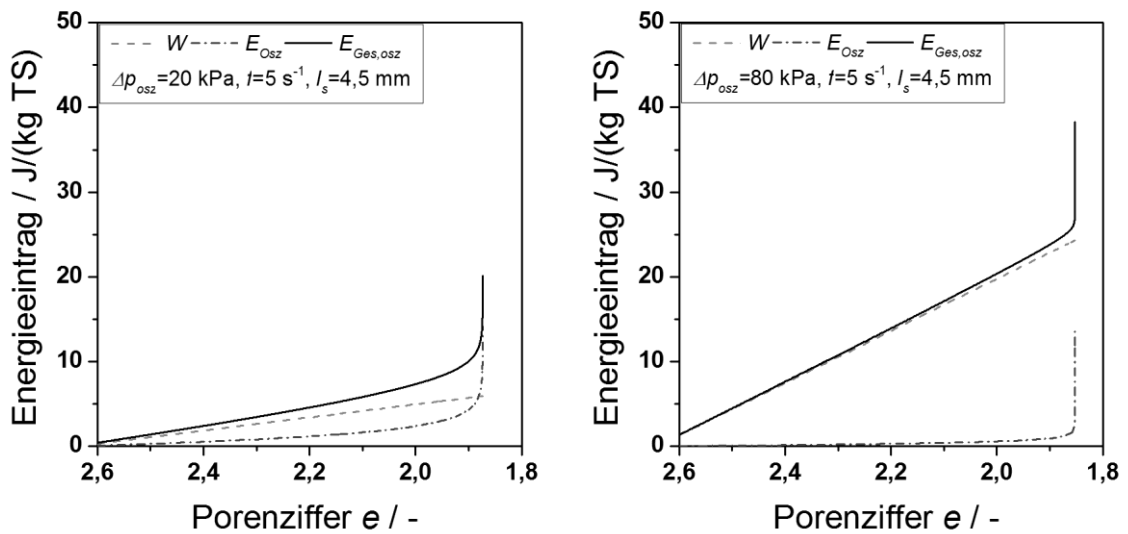


Abbildung 7-14: Verlauf des Energieeintrags während der Verdichtung eines Kaolin-Filterkuchens mittels oszillierender Scherung in Abhängigkeit der Porenziffer bei einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$ (links), bzw. 80 kPa (rechts). Frequenz $f = 5 \text{ s}^{-1}$, Scherlänge $l_s = 4,5 \text{ mm}$.

Wie bereits in Kapitel 7.3 beschrieben kann ein bestimmter Verdichtungszustand in der Regel durch unterschiedliche Parameterkombinationen erzielt werden. Die zunächst durchgeführte vereinfachte Abschätzung zeigte, dass ein und derselbe Verdichtungszustand bei niedrigen Frequenzen unter geringerer Energiezufuhr erreicht wird, als bei hohen Frequenzen. Die in Abbildung 7-15 dargestellten Daten aus der ausführlichen

Berechnung nach Gleichung (7-6) – (7-8) bestätigen diese Schlussfolgerung der vereinfachten Abschätzung. Die linke Grafik zeigt den Verlauf des zur Verdichtung auf eine bestimmte Porenziffer erforderlichen Energieeintrags unter Variation der Frequenz für eine überlagerte Druckdifferenz von 20 kPa, die rechte Grafik entsprechend für 80 kPa. Ist der gewünschte Wert der Porenziffer bei verschiedenen Parameterkombinationen zu erreichen, so erfordert die Verdichtung bei der geringstmöglichen Frequenz am wenigsten Energie. Die Ergebnisse für das Partikelsystem Kaolin sind qualitativ ähnlich, auf eine Darstellung im Hauptteil wird daher verzichtet. Die entsprechenden Daten finden sich im Anhang in Abbildung A- 5.

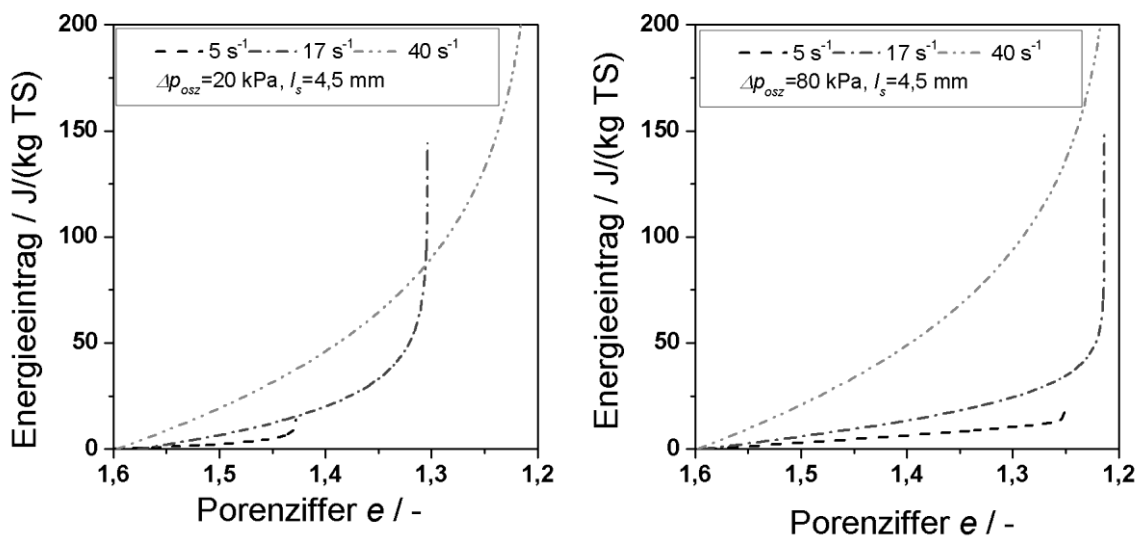


Abbildung 7-15: Zur Verdichtung eines PCC-Filterkuchens auf eine bestimmte Porenziffer erforderlicher Energieeintrag $E_{Ges,osz}$ unter Variation der Schwingfrequenz für eine Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links), bzw. 80 kPa (rechts).

7.4.2 Vergleich des Energiebedarfs für die Restfeuchtereduktion durch thermische Trocknung und durch den Einsatz von oszillierender Scherung

Die mechanische Flüssigkeitsabtrennung benötigt in der Regel um ein Vielfaches weniger Energie als die Entfeuchtung mittels thermischer Trocknung. Vorweg sei jedoch erwähnt, dass eine vergleichende Betrachtung von Literaturangaben schwierig ist, da oftmals unterschiedliche Bezugsgrößen gewählt werden. Couturier et al. nennen als Richtwert für den Energieverbrauch konventioneller Filter einen Wert von 0,5-10 kWh/m³ und beziehen diesen dabei auf das Volumen der abzutrennenden Suspension. Sie geben an, dass der Energieverbrauch für die mechanische Flüssigkeitsabtrennung um den Faktor 10²-10³ niedriger liegt als für die thermische Trocknung [107]. Reichmann und Tomas betrachten die mechanische Flüssigkeitsabtrennung in Pressfiltern

und berechnen den für die Verdrängung der Filtratmasse erforderlichen spezifischen Energiebedarf. Bei gleichem Fluid ist dieser lediglich abhängig vom Pressdruck. Für Wasser als Fluid ergibt sich für typische in Pressfiltern vorkommende Druckdifferenzen somit ein spezifischer Energiebedarf $\frac{\Delta p}{\rho_l}$ von 0,5-5 kJ/kg [71]. Wird als Referenzwert für den Energiebedarf für thermische Trocknung die Verdampfungsenthalpie von Wasser zugrunde gelegt, so liegt der Energiebedarf für die mechanische Entfeuchtung um den Faktor 10^3 - 10^4 niedriger [108].

Der Energiebedarf für die thermische Trocknung ergibt sich als Summe des Anteils für die Erwärmung von Feststoff und Flüssigkeit von 20 °C auf 100 °C bei 101,325 kPa, sowie des Anteils für das Verdampfen der Flüssigkeit. Die Temperaturabhängigkeit der spezifischen Wärmekapazität im betrachteten Temperaturbereich wird vernachlässigt. Die Berechnung soll exemplarisch für das Partikelsystem PCC unter Verwendung der im Folgenden aufgeführten Größen erfolgen:

- Spezifische Wärmekapazität $c_{p,Wasser}=4200 \text{ J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$
- Spezifische Wärmekapazität $c_{p,Kalkstein}=1000 \text{ J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$
- Spezifische Verdampfungsenthalpie Wasser= $2257\cdot 10^3 \text{ J}/\text{kg}$

Eine mögliche Änderung der spezifischen Werte für Wasser, sowie der Siedetemperatur aufgrund der aus dem Versuchsmaterial herausgelösten Salze wird für die Berechnung vernachlässigt.

Für die vergleichende Betrachtung der Entfeuchtung mittels oszillierender Scherung und mittels thermischer Trocknung wird zunächst davon ausgegangen, dass die Filterkuchenbildung bei einer Druckdifferenz von 80 kPa erfolgt. Beim Partikelsystem PCC liegt der Filterkuchen nach Abbruch der Kuchenbildung und vor Beginn der Verdichtung mit einer Restfeuchte von 37,97 % vor, dies entspricht einer Porenziffer von 1,598. Nun erfolgt die Berechnung der Energie, die erforderlich ist, um – ausgehend von diesem Zustand – durch thermische Trocknung die gleiche Menge Flüssigkeit wie bei Verdichtung mittels oszillierender Scherung zu erzielen. Zur Berechnung der mit einer bestimmten Parameterkombination maximal entziehbaren Flüssigkeitsmenge wird das 1,05 – fache des frequenz- und druckspezifischen Anpassungsparameters RF_∞ als Vergleichsgrundlage gewählt. Zur besseren Einordnung der durch die oszillierende Scherung entfernbaren Flüssigkeitsmenge zeigt Abbildung 7-16 zunächst die Energie, die jeweils erforderlich wäre, um die gleiche Flüssigkeitsmenge ausschließlich durch thermisches Trocknen zu entfernen. Pro Kilogramm trockene Feststoffmasse liegt der Energiebedarf hierzu bei 161 – 380 kJ/kg. Bei den Parameterkombinationen $\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$ und $f=5 \text{ s}^{-1}$ und $\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$ und $f=10 \text{ s}^{-1}$ werden identische Werte von RF_∞ erzielt, entsprechend ist auch die gleiche thermische Energie vonnöten um diesen Zustand zu erzielen.

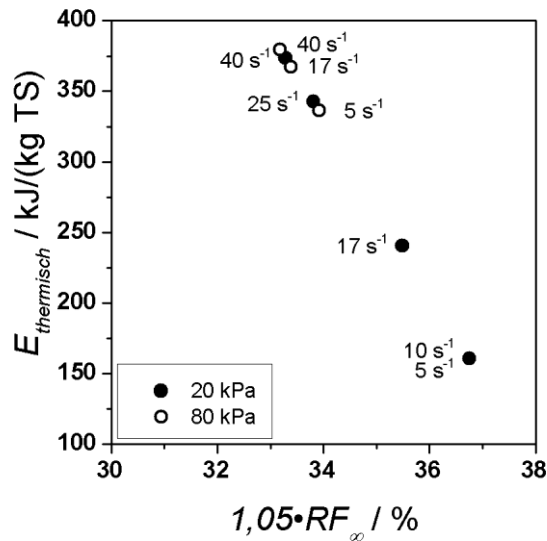


Abbildung 7-16: Erforderlicher Energieeintrag, um den gleichen Wert der Restfeuchte wie durch oszillierende Scherung durch thermisches Trocknen zu erzielen. Die Beschriftungen der Datenpunkte geben die jeweilige Frequenz an. Daten für PCC.

Zur Berechnung der für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung erforderlichen Energie wird zunächst die zum Erreichen des Vergleichszustands jeweils benötigte Anzahl an Schwingungen ermittelt. Im Anschluss erfolgt die Berechnung des Energiebedarfs anhand Gleichung (7-6) – (7-8). Abbildung 7-17 zeigt das Verhältnis von Energie für die thermische Trocknung zu Energie für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung unter Variation von Frequenz und Druckdifferenz während der Verdichtung. Es ist ersichtlich, dass für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung um die Größenordnung 10^3 bis 10^4 weniger Energie erforderlich ist, als für die Entfernung der jeweils gleichen Flüssigkeitsmenge über thermische Trocknung. Somit liegt der Energiebedarf für die Entfeuchtung mittels oszillierender Scherung im Vergleich zur thermischen Trocknung in einer ähnlichen Größenordnung wie für die Entfeuchtung mit konventionellen mechanischen Verfahren.

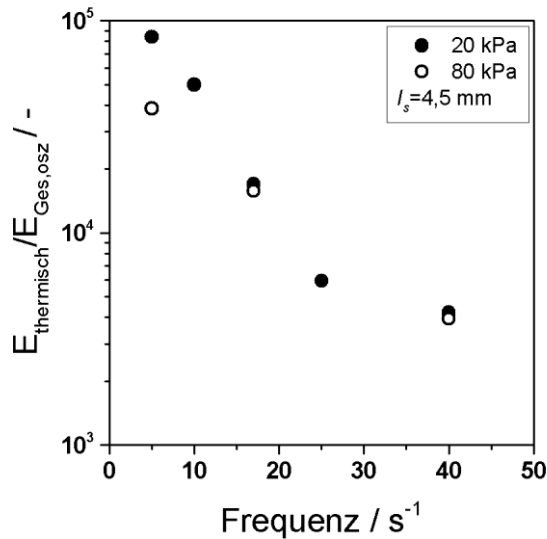


Abbildung 7-17: Verhältnis von benötigter thermischer Energie zum Energiebedarf bei oszillierender Scherung zur Erzielung des Vergleichswerts der Restfeuchte von $1,05 \cdot RF_{\infty}(\Delta p_{osz}, f)$. Daten für PCC.

7.4.3 Vergleich des Energiebedarfs für die Restfeuchtereduktion durch Pressung und durch den Einsatz der oszillierenden Scherung

Nach Betrachtung der erforderlichen Energie für die Entfeuchtung mittels thermischer Trocknung folgt nun ein Vergleich der rein mechanischen Entfeuchtungsverfahren. Hierbei wird der Energiebedarf für die Entfeuchtung mittels oszillierender Scherung dem Energiebedarf für die Entfeuchtung des Filterkuchens durch eine zusätzlich aufgebrachte mechanische Presskraft gegenübergestellt.

Die Bestimmung der für die Verdichtung durch reine Pressung erforderlichen Energie erfolgt durch Integration der aus den Messdaten der CP Zellen-Versuche erstellten Kraft-Weg-Kurven unter Vernachlässigung der elastischen Rückdehnung des Filterkuchens. Abbildung 7-18 zeigt hierzu eine exemplarische Kraft-Weg-Kurve für die Verdichtung eines PCC-Filterkuchens durch Pressung in der CP Zelle. In Abbildung 7-19 ist der durch Integration der Kraft-Weg-Kurve erhaltene Energieeintrag dargestellt, der für die Verdichtung des Filterkuchens erforderlich ist. Die berechneten Daten werden durch ein Polynom dritten Grades angenähert, um die Berechnung des Energiebedarfs für beliebige Verdichtungszustände zu ermöglichen.

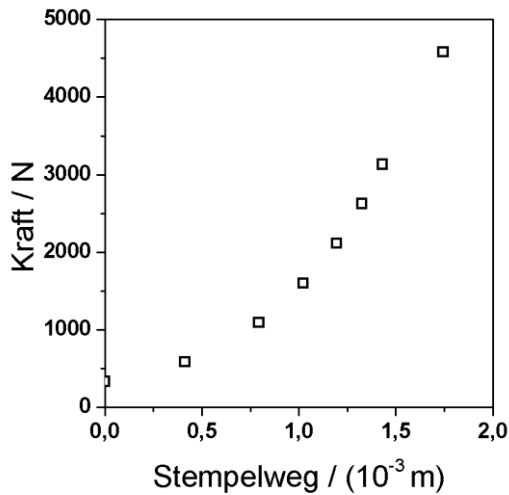


Abbildung 7-18: Exemplarische Kraft-Weg-Kurve für die Verdichtung von PCC in der CP Zelle.

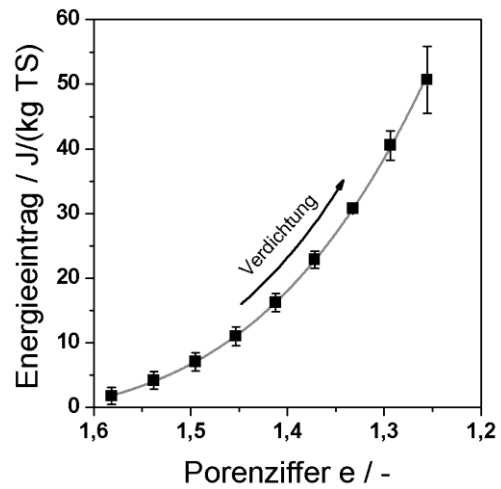


Abbildung 7-19: Zur Verdichtung des PCC-Filterkuchens mittels Pressung erforderlicher Energieeintrag, bezogen auf die trockene Feststoffmasse. Die graue Linie zeigt den Fit an die Messdaten mittels eines Polynoms dritten Grades.

Zum Vergleich mit dem Energiebedarf für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung werden nun – analog zur Vorgehensweise in Kapitel 7.3 – diskrete Zustände der Verdichtung ausgewählt, und der erforderliche Energieeintrag für beide Verfahren berechnet. Der besseren Anschaulichkeit halber dient in diesem Fall die Restfeuchte als Maß für den Entfeuchtungszustand. Der Vergleich des Energiebedarfs für beide Verfahren erfolgt durch direkte Gegenüberstellung der berechneten Werte: In Abbildung 7-20 ist die zur Erzielung eines bestimmten Wertes der Restfeuchte erforderliche Energie bei Verdichtung mittels oszillierender Scherung gegen die erforderliche Energie bei Verdichtung mittels Pressung aufgetragen. Liegt ein Datenpunkt oberhalb der Winkelhalbierenden, so ist in diesem Fall der Energiebedarf für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung höher, als wenn der gleiche Wert der Restfeuchte durch reine Pressung erzielt wird. Entsprechend ist bei Datenpunkten unterhalb der Winkelhalbierenden die Verdichtung mittels oszillierender Scherung das energetisch günstigere Verfahren. In der linken Grafik sind Zustände dargestellt, bei denen die Druckdifferenz während der Verdichtung mittels oszillierender Scherung bei 20 kPa liegt, in der rechten Grafik liegt diese bei 80 kPa. Bei bloßer Betrachtung fällt auf, dass bei einer Druckdifferenz von 20 kPa ein Großteil der Datenpunkte weit oberhalb der Winkelhalbierenden liegt. Somit sind die jeweiligen Zielwerte der Restfeuchte nur durch erhöhten Energieeinsatz gegenüber der reinen Pressung zu erreichen. Anders zeigt sich die Situation bei einer Druckdifferenz von 80 kPa. Hier ermöglicht es der Einsatz von oszillierender Scherung bei Frequenzen von 5 s^{-1} und 17 s^{-1} die Zielwerte der Restfeuchte unter geringerem Energieeinsatz als bei reiner Pressung zu erreichen. Eine Ausnahme stellt die Verdichtung

bei einer Frequenz von 40 s^{-1} dar. Hier liegt die für die Verdichtung erforderliche Energie in allen Fällen oberhalb der für die reine Pressung benötigten Energie.

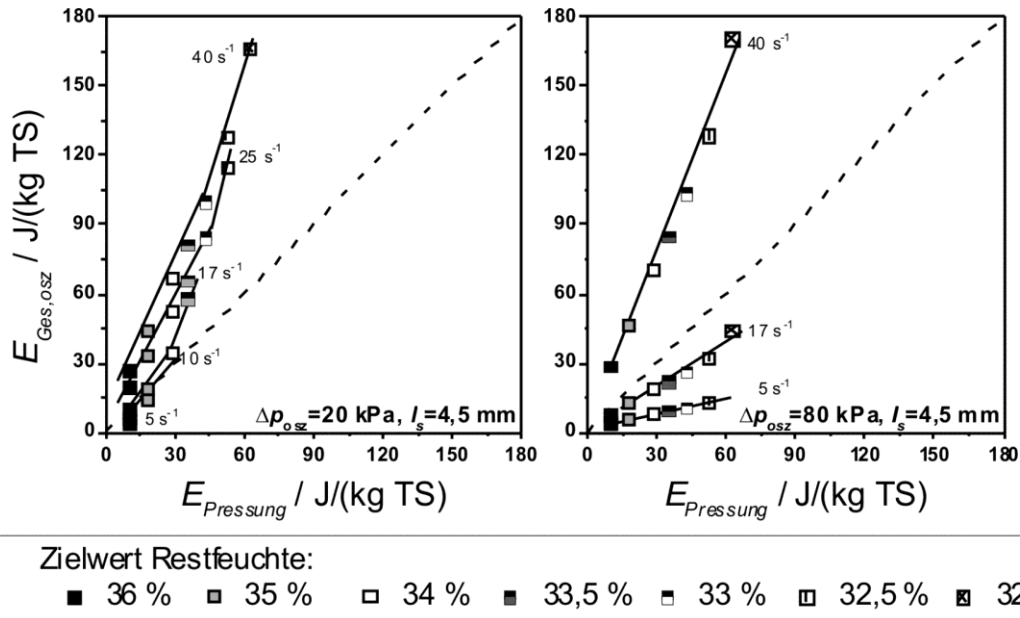


Abbildung 7-20: Gegenüberstellung des Energiebedarfs zur Erzielung diskreter Werte der Restfeuchte mittels des Verfahrens der Verdichtung durch oszillierende Scherung und durch reine Pressung. Links: Vergleich für $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$. Rechts: Vergleich für $\Delta p_{osz} = 80 \text{ kPa}$. Datenpunkte bei gleicher Frequenz sind mit durchgezogenen Linien verbunden. Daten für PCC.

Das Verhältnis des Energiebedarfs für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung und mittels reiner Pressung ist in Abbildung 7-21 nochmals gesondert dargestellt. Das Verhältnis bewegt sich für eine Druckdifferenz von 20 kPa im Bereich von 0,39 – 2,80 und für eine Druckdifferenz von 80 kPa im Bereich von 0,26 – 3,00. Der Energiebedarf für die Verdichtung liegt somit für beide Verfahren näherungsweise in der gleichen Größenordnung. Für die Verdichtung bei 17 s^{-1} und 40 s^{-1} ist für beide Druckdifferenzen ein Minimum im Verhältnis der Energien zu beobachten. Dies ist der exponentiell verlaufenden Verdichtungskinetik im Fall der Verdichtung mittels oszillierender Scherung geschuldet, die zum Divergieren des Energieeintrags in der Nähe der Verdichtungsgrenze führt.

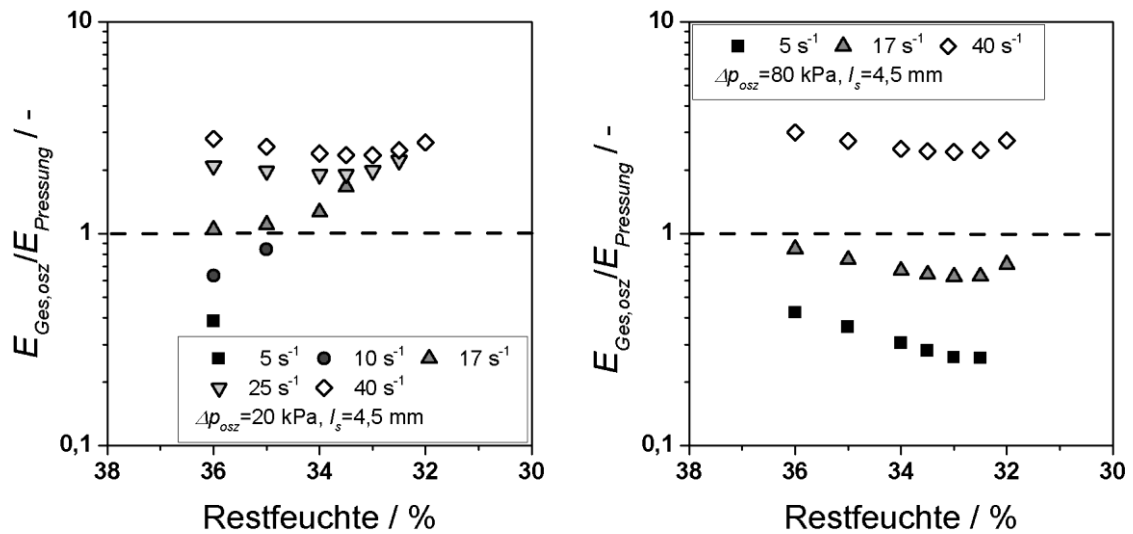


Abbildung 7-21: Verhältnis des Energiebedarfs für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung unter Variation der Frequenz und mittels reiner Pressung für eine Druckdifferenz während der oszillierenden Scherung von 20 kPa (links) und 80 kPa (rechts). Daten für PCC.

7.4.4 Abschließende Bemerkungen zur Bilanzierung des Energiebedarfs

Zusammenfassend ist zu sagen, dass die Superposition von aufzubringender kinetischer Energie und zu leistender Verdrängungsarbeit es ermöglichte, das Verfahren der Verdichtung mittels oszillierender Scherung in energetischer Hinsicht zu bewerten. Dabei erfolgte sowohl die vergleichende Betrachtung verschiedener Parameterkombinationen, als auch der Vergleich mit den Entfeuchtungsverfahren der thermischen Trocknung und der Pressentwässerung. In der Regel macht die kinetische Energie den Hauptanteil an der zur Verdichtung nötigen Gesamtenergie aus. Da die Energie zur Schwingungserzeugung mit Annäherung an die Verdichtungsgrenze divergiert, sind Verdichtungsstände nahe dieser nur unter vergleichsweise hohem Energieeinsatz zu realisieren. Prinzipiell ist es daher in energetischer Hinsicht zunächst günstiger Parameterkombinationen zu wählen, bei denen das angestrebte Verdichtungsziel im vorderen steil abfallenden Bereich der Verdichtungskinetik liegt. Zudem erfordert die Verdichtung auf einen bestimmten Zielzustand bei niedrigen Frequenzen in der Regel weniger Energie als bei hohen Frequenzen. Allerdings gilt es zu berücksichtigen, dass die Verdichtung bei niedrigen Frequenzen eine längere Verdichtungszeit erfordert und im kontinuierlichen Prozess daher zulasten des Durchsatzes ginge. Betrachtet man umgekehrt den Fall eines Prozesses mit konstanter zur Verfügung stehender Verdichtungszeit, so wird bei Einsatz hoher Frequenzen eine stärkere Entwässerung erzielt als bei niedrigen Frequenzen. Die zur Entfeuchtung mittels thermischer Trocknung benötigte Energie liegt in jedem Fall um mehrere Größenordnungen oberhalb der für die Verdichtung mittels oszillierender

Scherung erforderlichen Energie. Unter diesem Gesichtspunkt wird der höhere Energiebedarf für die Verdichtung bei hohen Frequenzen vernachlässigbar.

7.5 Einfluss der Verdichtung mittels oszillierender Scherung auf das Rissbildungsverhalten⁶

Die bisher dargestellten Ergebnisse zeigen, dass die Verdichtung und Entwässerung mittels oszillierender Scherung sowohl hinsichtlich der erzielbaren Restfeuchte, als auch hinsichtlich des hierfür benötigten Energiebedarfs, eine Alternative zur Verdichtung mittels Pressung darstellt. Zuletzt ist nun zu klären, inwiefern die Verdichtung mittels oszillierender Scherung zur Vermeidung von Rissbildung beitragen kann. Hierbei wurde die Entfeuchtung der bei verschiedenen Parameterkombinationen verdichteten Filterkuchen bei zwei Werten des Gasdifferenzdrucks Δp_E durchgeführt, 80 kPa und 340 kPa. Der Gasdifferenzdruck von 80 kPa liegt, wie in Kapitel 6.1 dargestellt, unterhalb des kapillaren Eintrittsdrucks. Eine Untersättigung des Filterkuchens sollte somit ausgeschlossen, und eine etwaige Entfeuchtung alleine aufgrund von Filterkuchenschumpfung möglich sein. Der Gasdifferenzdruck von 340 kPa hingegen liegt oberhalb des kapillaren Eintrittsdrucks. Zwar nimmt dieser, wie in Kapitel 2.1.3 beschrieben, mit steigendem Verdichtungsgrad zu, für das verwendete Partikelsystem wurde allerdings im Rahmen der in Kapitel 6.1 dargestellten Untersuchungen nur ein geringfügiger Anstieg festgestellt. In diesem Fall sollte die Reduktion der Restfeuchte daher durch den Entfeuchtungsmechanismus der Untersättigung erfolgen.

Zunächst wird der Einfluss der Verdichtungsdauer auf den Rissanteil im Filterkuchen betrachtet. Abbildung 7-22 zeigt hierzu im linken Diagramm den Rissanteil im Filterkuchen nach einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa in Abhängigkeit der Verdichtungszeit für Verdichtungsfrequenzen von 5 s^{-1} , 17 s^{-1} und 40 s^{-1} . Die während der Verdichtung anliegende Druckdifferenz lag bei 80 kPa, die Scherlänge l_S bei 4,5 mm. Die dargestellten Daten zeigen die Ergebnisse von Einzelversuchen, das heißt, für jeden aufgenommenen Datenpunkt wurden neue Filterkuchen gebildet, verdichtet und anschließend für die jeweilige Entfeuchtungszeit t_2 entfeuchtet. Wie in Kapitel 7.1 dargestellt, schreitet die Verdichtung des Filterkuchens mit zunehmender Verdichtungszeit, bzw. Anzahl an Schwingungen weiter fort. Es wäre daher anzunehmen, dass der Rissanteil im Filterkuchen ebenfalls mit zunehmender Verdichtungszeit stärker reduziert wird.

⁶ Die dargestellten Ergebnisse einschließlich Abbildung 7-23 und Abbildung 7-26 wurden im Rahmen von [112] publiziert und mit Genehmigung von Taylor & Francis für diese Dissertation übersetzt, bzw. angepasst.

Die tatsächlichen Ergebnisse weichen von dieser Annahme jedoch ab. Es ist festzustellen, dass der sich während der Entfeuchtung im Filterkuchen einstellende Rissanteil zufälligen Schwankungen unterliegt. Dies ist durch apparative Effekte zu erklären. Im Laufe des Verdichtungsprozesses kommt es vereinzelt zu Beschädigungen des Filterkuchens, die auf unterschiedliche Ursachen zurückzuführen sind und deren Auftreten als zufällig einzustufen ist. An derartigen Fehlstellen führt die bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung einsetzende Filterkuchenschumpfung direkt und ungehindert zum Risswachstum. Derartige Unregelmäßigkeiten entstehen vor allem in den Randbereichen, da der Filterkuchen hier zu Beginn des Verdichtungsprozesses eine erhöhte Feuchtigkeit im Vergleich zum Zentrum aufweist, und somit durch die Übertragerplatte leicht deformiert werden kann. Zudem wurde in einzelnen Fällen beobachtet, dass sich im Laufe der Vibrationsbehandlung Falten im Filtertuch bilden, die zur Schädigung des Filterkuchens führen. Trotz dieser Unzulänglichkeiten lässt sich eine grundlegende Korrelation zwischen dem Rissanteil im Filterkuchen und seinem Verdichtungszustand zu Beginn der Gasdifferenzdruckentfeuchtung feststellen. Wie bei Wiedemann und Stahl [6] angeregt, sollte der Rissanteil im Filterkuchen direkt vom Grad der Verdichtung abhängen, da mit zunehmender Verdichtung das Schumpfungspotential sinkt. Abbildung 7-22 zeigt hierzu im rechten Diagramm den Rissanteil in Abhängigkeit der Restfeuchte nach Abschluss der Verdichtung unter Variation der Frequenz. Ein prinzipieller Trend zu kleineren Rissanteilen mit abnehmender Restfeuchte ist festzustellen. Für die anschließende Betrachtung des Einflusses verschiedener Kombinationen von Verdichtungs- und Entfeuchtungsparametern auf den Rissanteil werden die Daten bei jeweils konstanter Verdichtungszeit nach Erreichen des Verdichtungsgleichgewichts verglichen.

Einfluss der Verdichtung mittels oszillierender Scherung auf das Rissbildungsverhalten

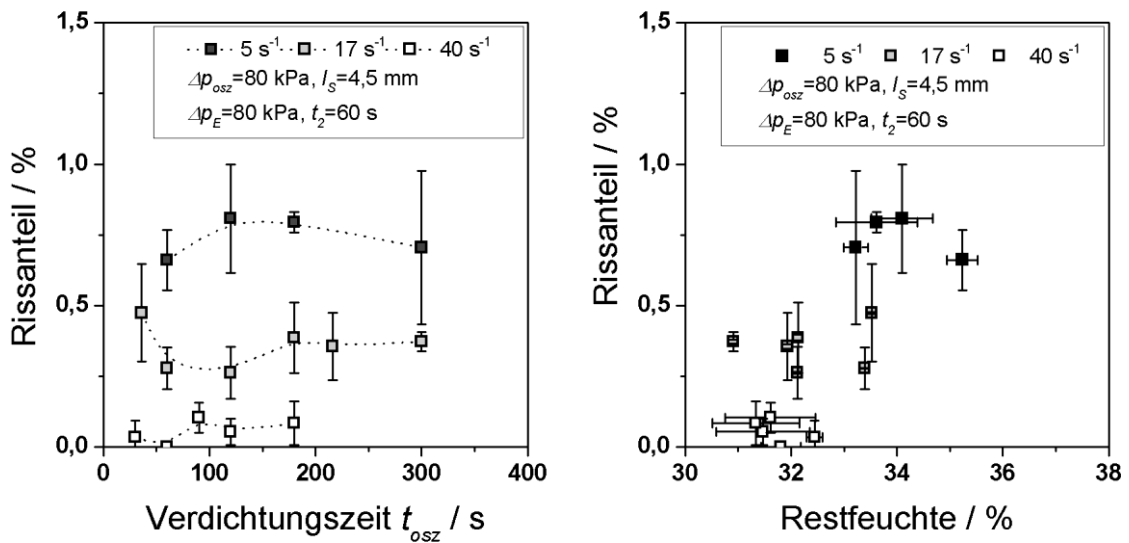


Abbildung 7-22: Änderung des Rissanteils im Filterkuchen nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung für 60 s bei 80 kPa in Abhängigkeit der Verdichtungszeit t_{osz} (links), bzw. der hierbei jeweils erzielten Restfeuchte im Filterkuchen (rechts) unter Variation der Frequenz. $\Delta p_{osz}=80$ kPa, $l_s=4,5$ mm. Die gestrichelten Verbindungslinien im linken Diagramm dienen der Übersichtlichkeit.

Im Vergleich zum Referenzzustand des Filterkuchens direkt nach der Filterkuchenbildung ist durch die Verdichtung mittels oszillierender Scherung eine deutliche Reduzierung des Rissanteils zu erzielen. Abbildung 7-23 zeigt den sich im verdichteten Filterkuchen infolge der Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck ergebenden Rissanteil in Abhängigkeit der nach Abschluss der Verdichtung vorliegenden Restfeuchte. Die linke Abbildung zeigt die Ergebnisse nach Entfeuchtung bei 80 kPa Gasdifferenzdruck, die rechte Abbildung entsprechend nach Entfeuchtung bei 340 kPa Gasdifferenzdruck. Die in Abbildung 7-23 dargestellten Ergebnisse zeigen für alle getesteten Versuchsbedingungen eine signifikante Reduktion des Rissanteils im Vergleich zum Ausgangszustand des Filterkuchens. Wie bereits in Kapitel 5 festgestellt, ist die Rissbildung mit höherem Entfeuchtungsdruck im Referenzzustand ohne Verdichtung stärker ausgeprägt, als unter Vakuumbedingungen. Dieser Umstand bleibt auch im verdichteten Zustand weiter bestehen. Es fällt zunächst auf, dass bei der Vakuumentfeuchtung eine Abhängigkeit des Rissanteils vom Differenzdruck während der Verdichtung Δp_{osz} zu bestehen scheint: Bei konstanter Restfeuchte werden für $\Delta p_{osz}=20$ kPa geringere Werte des Rissanteils erzielt. Dies ist allerdings durch die bereits im vorherigen Abschnitt beschriebenen Vorschädigungen des Filterkuchens während des Verdichtungsprozesses bei höherem Differenzdruck zu erklären. Bei $\Delta p_{osz}=80$ kPa sind diese stärker ausgeprägt als bei $\Delta p_{osz}=20$ kPa. Bei höherem Entfeuchtungsdruck wiederum ergibt sich insgesamt ein höherer Rissanteil, so dass der Einfluss der Vorschädigung vergleichsweise schwächer ins Gewicht fällt. Für beide Werte der Entfeuchtungsdruckdifferenz ist die Reduktion

der Rissbildung vom unverdichteten Zustand hin zum bei 5 s^{-1} und $\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$ verdichteten Filterkuchen am stärksten ausgeprägt. Hier wird bei einer Entfeuchtungsdruckdifferenz von 80 kPa eine absolute Reduktion des Rissanteils um 90 % erzielt. Bei einer Gasdruckdifferenz von 340 kPa hingegen wird der Rissanteil um 65 % reduziert. Mit zunehmender Verdichtung sinkt der Rissanteil in beiden Fällen nochmals, allerdings nicht mehr im gleichen Ausmaß. Tabelle 7-9 zeigt hierzu zusammengefasst, um welchen prozentualen Anteil die Rissbildung bei den verschiedenen Versuchsbedingungen jeweils reduziert werden konnte. Bei einer Entfeuchtungsdruckdifferenz von 80 kPa ist die Rissbildung im Vergleich zum Referenzzustand ohne Scherung um maximal 98% reduziert. Demgegenüber steht eine maximale Reduktion um 83 % bei einer Entfeuchtungsdruckdifferenz von 340 kPa.

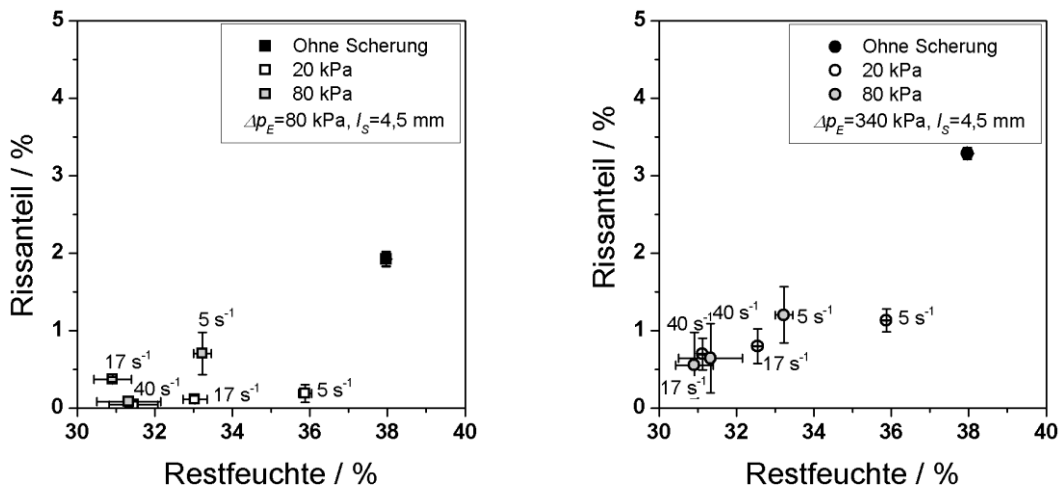


Abbildung 7-23: Rissanteil im Filterkuchen nach einer der Verdichtung mittels oszillierender Scherung nachgeschalteten Entfeuchtung bei einem Gasdifferenzdruck von 80 kPa (links) und 340 kPa (rechts) in Abhängigkeit der Filterkuchenrestfeuchte bei Abschluss des Verdichtungsprozesses.

Tabelle 7-9: Absolute prozentuale Reduktion der Rissbildung bei der Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck aufgrund der vorgeschalteten Verdichtung mittels oszillierender Scherung, im Vergleich zum Referenzzustand ohne Verdichtungsmaßnahme. Variierte Größen sind die Höhe des Gasdifferenzdrucks während der Verdichtung Δp_{osz} sowie die Frequenz.

Gasdifferenzdruck / kPa	Reduktion der Rissbildung / %					
	$\Delta p_{osz}=20 \text{ kPa}$			$\Delta p_{osz}=80 \text{ kPa}$		
	5 s^{-1}	17 s^{-1}	40 s^{-1}	5 s^{-1}	17 s^{-1}	40 s^{-1}
80	90	94	98	51	81	96
340	65	76	79	63	83	80

Einfluss der Verdichtung mittels oszillierender Scherung auf das Rissbildungsverhalten

Analog zu den in Kapitel 5 durchgeführten Untersuchungen wurde außerdem die Höhenschumpfung des verdichteten Filterkuchens mittels Laserabstandsmessung bestimmt. Hierfür erfolgte die Filterkuchenverdichtung für 180 s unter einem Differenzdruck $\Delta p_{osz}=80$ kPa, einer Frequenz $f=40$ s⁻¹ und einer Scherlänge $l_s=4,5$ mm. Während der Entfeuchtung bei einer Druckdifferenz $\Delta p_E=80$ kPa war eine Abnahme der Filterkuchenhöhe um $0,34 \pm 0,31$ % im Vergleich zur Kuchenhöhe direkt nach der Verdichtung zu verzeichnen. Der Filterkuchen direkt nach der Kuchenbildung wies hingegen eine Höhenschumpfung von $5,0 \pm 0,8$ % auf. Somit ermöglicht der Einsatz der Verdichtung mittels oszillierender Scherung eine beträchtliche Reduktion des vertikalen Schumpfungspotentials. Ob die verbleibende Rissbildung tolerierbar ist, hängt von den spezifischen Gegebenheiten des tatsächlichen Prozesses ab. Es gilt abzuwägen, ob die erzielte zusätzliche Reduktion der Restfeuchte den durch die Rissbildung erhöhten Gasdurchsatz aufwiegt. Abbildung 7-24 zeigt hierzu wie die Restfeuchte des Filterkuchens nach Gasdifferenzdruckentfeuchtung im Vergleich zum Zustand nach der Verdichtung nochmals reduziert wird. Durch 60 s Gasdifferenzdruckentfeuchtung sinkt die Restfeuchte auf Werte von $28,7 \pm 0,3$ % bis $30,8 \pm 0,2$ %. Die Auswertung der in Abbildung 6-1 dargestellten Kapillardruckkurve ergibt für einen Gasdifferenzdruck von 340 kPa einen Gleichgewichtswert der Restfeuchte von ca. 22 %. Dementsprechend ist das Entfeuchtungsgleichgewicht unter den gegebenen Versuchsbedingungen noch nicht erreicht. Allerdings gilt es auch hier, den zusätzlichen Gasdurchsatz durch eine verlängerte Entfeuchtung und die weitere Restfeuchtereduktion gegeneinander abzuwägen.

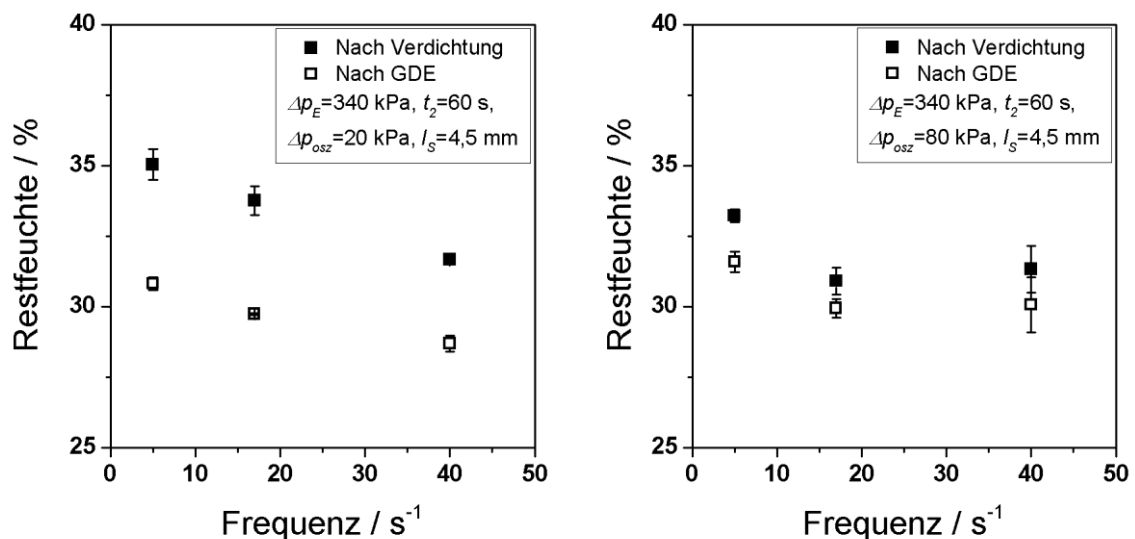


Abbildung 7-24: Reduktion der Restfeuchte des bei verschiedenen Frequenzen verdichteten Filterkuchens infolge der Gasdifferenzdruckentfeuchtung (GDE) bei 340 kPa für den bei 20 kPa (links) und 80 kPa (rechts) verdichteten Filterkuchen. Die Verdichtung erfolgte jeweils bei einer Scherlänge l_s von 4,5 mm, die Gasdifferenzdruckentfeuchtung erfolgte für 60 s.

Tabelle 7-10: Reduktion der Restfeuchte des verdichteten Filterkuchens infolge der Gasdifferenzdruckentfeuchtung (GDE) bei 340 kPa unter Variation der Frequenz f und der überlagerten Druckdifferenz Δp_{osz} . Scherlänge $l_s=4,5$ mm, Entfeuchtungszeit $t_2=60$ s.

Frequenz f / s^{-1}	$\Delta p_{osz}=20$ kPa, $l_s=4,5$ mm			$\Delta p_{osz}=80$ kPa, $l_s=4,5$ mm		
	5	17	40	5	17	40
RF nach Verdichtung / %	35,9±0,2	33,0±0,5	31,5±0,6	33,2±0,2	30,9±0,5	31,3±0,8
RF nach GDE / %	30,8±0,2	29,7±0,0	28,7±0,3	31,6±0,4	30,0±0,3	30,1±1,0

Es stellt sich die Frage, warum trotz des Erreichens hoher Verdichtungsgrade weiterhin Rissbildung auftritt. Bei den in Kapitel 6.2 dargestellten Versuchen unter reiner Pressung war eine komplette Verhinderung der Rissbildung bereits möglich. Die durch die Verdichtung mittels oszillierender Scherung erzielten Packungsdichten liegen dabei im selben Bereich, bzw. niedriger. Prinzipiell könnte der Unterschied im Rissbildungsverhalten in der unterschiedlich großen Filterfläche begründet sein, da mit steigender Filterfläche die Neigung zur Rissbildung ansteigt. Davon abgesehen sind jedoch noch weitere Erklärungen denkbar. So ergab die direkte Beobachtung der Entfeuchtungsexperimente bei 80 kPa Gasdifferenzdruck, dass Risse im Allgemeinen in den Randbereichen des Filterkuchens entstehen und wachsen. Es ist davon auszugehen, dass die Randbereiche des Filterkuchens weniger stark verdichtet sind als der zentrale Bereich. Zunächst liegt in Apparaten zur Pressverdichtung generell eine Spannungsverteilung vor [25,29]. Dabei werden in den Randbereichen des Versuchsvolumens die niedrigsten Werte der Spannung, und entsprechend geringere Werte der Verdichtung erzielt. Speziell im vorliegenden Versuchsaufbau wird der äußerste Rand des Filterkuchens zudem kaum verdichtet, da für die Ausführung der Schwingung durch die Übertragerplatte eine freie Weglänge gegeben sein muss. Somit ist denkbar, dass im zentralen Bereich des Filterkuchens der zur Vermeidung von Rissbildung nötige Grad der Verdichtung zwar erzielt wird, in den Randbereichen jedoch nicht. Des Weiteren treten in den Randbereichen aufgrund der Haftung des Filterkuchens an der Wand womöglich höhere Schrumpfungsspannungen auf.

Eine weitere mögliche Ursache für die auftretende Rissbildung liegt in der Art und Weise der Verdichtung an sich. Die verdichteten Filterkuchen wiesen zum Teil eine qualitative Veränderung im Rissbildungsverhalten gegenüber dem unverdichteten Zustand auf. Dies war sowohl unter Vakuum- als auch unter Überdruckbedingungen zu beobachten. Abbildung 7-25 und Abbildung 7-26 zeigen Aufnahmen der Rissbildung in verdichteten Filterkuchen nach Anlegen eines Gasdifferenzdrucks von 80 kPa, bzw. 340 kPa. Im Vergleich zu den in Kapitel 5 dargestellten Aufnahmen nicht verdichteter Filterkuchen fällt die unterschiedliche Charakteristik des Rissbildes auf. Während die unverdichteten

Einfluss der Verdichtung mittels oszillierender Scherung auf das Rissbildungsverhalten

Filterkuchen isotrope Rissbildung zeigen, liegt bei den dargestellten mittels oszillierender Scherung verdichteten Filterkuchen ein strukturiertes Rissbild vor. Die Risse verlaufen vorzugsweise quer zur Eintragsrichtung der Schwingung. Im Fall der Entfeuchtung bei 340 kPa werden einzelne dieser parallel verlaufenden Risse durch quer dazu verlaufende Risse verbunden. Die einzelnen Risse treffen weiterhin im typischen 90°-Winkel aufeinander. Dieses Verhalten wird in der Literatur als „leiterartiges“ Risswachstum (engl. „laddering“) bezeichnet, wie in [56] und [109] beschrieben. Kitsunezaki et al. [110] untersuchten das Rissbildungsverhalten von Calciumcarbonat-Pasten bei thermischer Trocknung unter Eintragung von Schwingungen und maßen die in der Schicht infolge der Trocknung entstehenden Spannungen. Dabei stellten sie fest, dass durch Schwingungseintrag Anisotropie im Material entsteht, die in unterschiedliche Festigkeit in den Richtungen parallel und orthogonal zur Schwingrichtung resultiert. Die beim Rissauftritt auftretenden Spannungen lagen dabei im Bereich von 30-40 kPa und der Unterschied der Spannungen in x- und y-Richtung lag bei ca. 2 kPa. Ein ähnlicher Effekt ist im vorliegenden Fall denkbar.

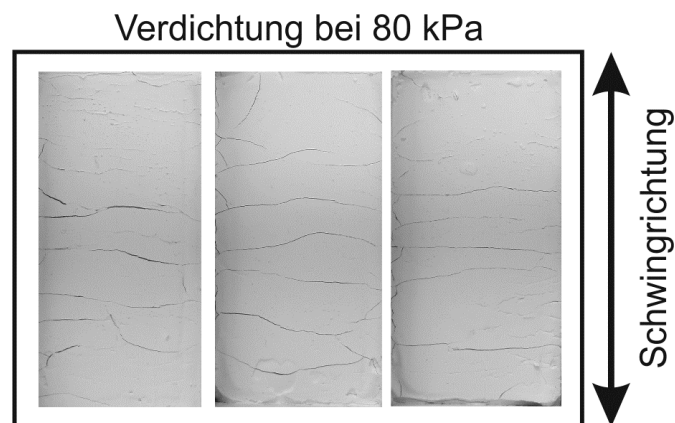


Abbildung 7-25: Gerichtete Rissbildung in verdichteten Filterkuchen nach Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck bei 80 kPa. Die Verdichtung erfolgte bei einer Frequenz $f=5\text{ s}^{-1}$, einer Scherlänge $l_s=4,5\text{ mm}$ und einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=80\text{ kPa}$.

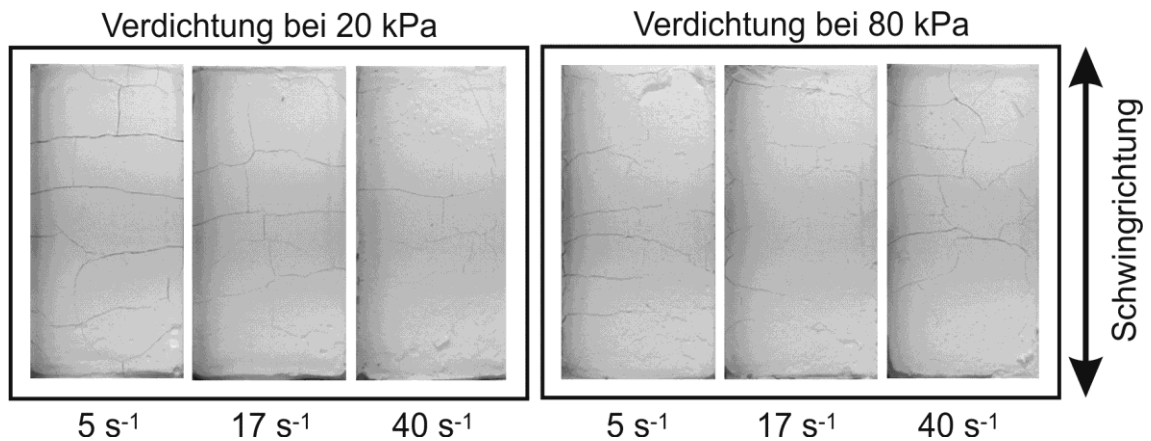


Abbildung 7-26: Gerichtete Rissbildung in bei verschiedenen Frequenzen verdichteten Filterkuchen nach Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck bei 340 kPa. Scherlänge $l_s=4,5$ mm. Links: $\Delta p_{osz}=20$ kPa. Rechts: $\Delta p_{osz}=80$ kPa.

Zusammengefasst ist zu sagen, dass durch die Verdichtung mittels oszillierender Scherung prinzipiell eine Reduktion der Rissbildung möglich ist. Möglicherweise wird durch die Art und Weise des Schwingungseintrags jedoch weitere Anisotropie im Material erzeugt, die wiederum Rissbildung begünstigt. Soll der Verdichtung eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung nachgeschaltet werden, so ist vom jetzigen Standpunkt aus zu moderaten Verdichtungsbedingungen und kurzen Verdichtungszeiten zu raten, um die Wahrscheinlichkeit zu reduzieren, durch den Verdichtungsprozess die Oberfläche des Filterkuchens zu beschädigen und somit Rissbildung wiederum zu begünstigen.

8 Schlussfolgerungen und weiterführende Überlegungen

Gegenstand dieser Arbeit war einerseits die Untersuchung des Rissbildungsverhaltens unkonsolidierter Filterkuchen, andererseits der Umgang mit dem Phänomen der Rissbildung im Hinblick auf den Einsatz der kontinuierlichen kuchenbildenden Filtration im technischen Trennprozess. Die Untersuchung des Rissbildungsverhaltens eines Modellprodukts mittels der Methoden der Laserabstandmessung und der Bildanalyse ergab, dass der in kompressiblen Filterkuchen vorhandene Porositätsgradient das Rissbildungsverhalten in zweierlei Hinsicht beeinflusst: Zum einen führt er dazu, dass dem Auftreten der Rissbildung zunächst eine ausgeprägte Höhenschumpfung vorausgeht. Zum anderen führt er zur Deformation des Filterkuchens aus der Ebene heraus, das sogenannte „Aufschüsseln“. Im Hinblick auf die bekannte Tatsache, dass die Verdichtung des Filterkuchens Rissbildung verhindern kann, folgte anschließend die Untersuchung des Einflusses der Verdichtungsmaßnahme auf das Untersättigungsverhalten des Filterkuchens. Hierzu wurden die Kapillardruckverteilung, der Durchströmungswiderstand und die Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht unter Variation des Filtrationsdrucks für unkonsolidierte und konsolidierte Filterkuchen bestimmt. Für das Modellmaterial ergaben sich hierbei mit der Konsolidierung nur geringe Änderungen. Vom unkonsolidierten zum konsolidierten Zustand hin war keine Änderung im kapillaren Eintrittsdruck festzustellen, zudem war die Druckabhängigkeit des kapillaren Eintrittsdrucks als vernachlässigbar einzustufen. Dies legte einen nur geringfügigen Einfluss der Verdichtung auf das Untersättigungsverhalten nahe, was durch die Messung von quasi identischen Werten der Gleichgewichtsrestfeuchte vermeintlich bestätigt werden konnte. Ein leichter Anstieg im Durchströmungswiderstand vom unkonsolidierten zum konsolidierten Zustand hin ließ allerdings eine Verlangsamung der Untersättigungskinetik im konsolidierten Fall erwarten. Tatsächlich jedoch widersprachen die Ergebnisse der Untersättigungsexperimente den auf Basis der gemessenen Filterkucheneigenschaften angestellten Vermutungen in allen Punkten: In allen Fällen, in denen durch die Verdichtung das Auftreten von Rissen verhindert werden konnte, lief die Untersättigungskinetik deutlich schneller ab, als bei den zugehörigen unkonsolidierten, Rissbildung aufweisenden Filterkuchen. Diese experimentelle Beobachtung legt nahe, dass ein Nebeneffekt der Rissbildung den Untersättigungsverlauf beeinflusst. Angesichts der zuvor beobachteten Deformation des Filterkuchens während seiner Schrumpfung ist denkbar, dass dieser Effekt verantwortlich zu machen ist: Durch Ablösen des Filterkuchens vom Filtermedium wird die hydraulische Kontaktfläche reduziert, und entsprechend die Untersättigungskinetik beeinflusst. Somit ist davon auszugehen, dass die Verdichtung eines

Filterkuchens mit dem Ziel, die Rissbildung zu reduzieren, eine sich anschließende Untersättigung nicht negativ beeinflusst. Daher ist die Verdichtung vor der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei zu Rissbildung neigenden Filterkuchen anzuraten.

Um Rissbildung zu verhindern, sind in der Regel vergleichsweise hohe Werte des Pressdrucks erforderlich. Diese können auf kontinuierlichen Trennaggregaten zur kuchenbildenden Filtration wie Trommel- oder Bandfiltern aufgrund technischer Einschränkungen allerdings oftmals nicht umgesetzt werden. Daher ist die Entwicklung alternativer Methoden zur Verdichtung erforderlich, die bei niedrigen Werten des Pressdrucks arbeiten. Unter diesem Gesichtspunkt wurde im Rahmen dieser Arbeit das alternative Verfahren der Verdichtung mittels oszillierender Scherung untersucht. Hierbei erfolgt die Verdichtung bei moderaten Werten des Pressdrucks unter gleichzeitiger zyklischer Scherung des Filterkuchens. Die Untersuchung dieses Verdichtungsverfahrens anhand dreier Modellsysteme zeigte, dass die Verdichtung mittels oszillierender Scherung prinzipiell eine vielversprechende Alternative zur konventionellen Verdichtung mittels Pressdruck darstellt. Eine Parameterstudie unter Variation der überlagerten Druckdifferenz, Schwingungsfrequenz und Scherlänge sowie der Verdichtungszeit ergab, dass die Verdichtungskinetik einem abnehmenden Exponentialgesetz folgt. Tendenziell sind mit steigender Frequenz höhere Grade der Verdichtung zu erzielen. Jedoch zeigte sich hier, in Abhängigkeit des Partikelsystems, eine mehr oder weniger stark ausgeprägte Wechselwirkung mit der überlagerten Druckdifferenz. Für das Modellsystem PCC war bei einer überlagerten Druckdifferenz von 20 kPa ein ausgeprägter Einfluss der Frequenz auf das Verdichtungsergebnis festzustellen, bei 80 kPa hingegen wurde unabhängig von der Frequenz ein nahezu identischer Grad der Verdichtung erzielt. Die Variation der Scherlänge hingegen ergab keinen signifikanten Einfluss auf das Verdichtungsergebnis. Für die weiteren untersuchten Systeme GCC und Kaolin hingegen wurde bei beiden gewählten Druckdifferenzen ein, wenn auch im Vergleich geringer, Einfluss der Frequenz auf den erzielten Grad der Verdichtung beobachtet. Es ist denkbar, dass die Drainage der zu verdrängenden Flüssigkeit limitierend auf die Verdichtung wirkt.

Ist ein bestimmter Zielwert der Verdichtung vorgegeben, so ermöglicht es der Einsatz der Verdichtung mittels oszillierender Scherung, diesen bei einem wesentlich geringeren Pressdruck als bei ausschließlicher Pressung zu erreichen. Für das Modellsystem PCC bewegt sich die Reduktion des Pressdrucks, je nach Parameterkombination, zwischen dem Faktor 12 bis 50. Die Implementierung des Verfahrens an Trommel- oder Bandfiltern wäre damit prinzipiell denkbar. Die Abschätzung der für die Verdichtung erforderlichen Zeit bestätigt diese Einschätzung.

Diesen Überlegungen schloss sich die Berechnung des zur Verdichtung mittels oszillierender Scherung erforderlichen Energieeintrags anhand der Superposition von aufzu-

bringender kinetischer Energie und zu leistender Verdrängungsarbeit an. Bis auf wenige Ausnahmen macht die zur Schwingungserzeugung aufgewandte Energie dabei den Hauptanteil an der zur Verdichtung nötigen Gesamtenergie aus. Da die Energie zur Schwingungserzeugung mit Annäherung an die Grenze der Verdichtung divergiert, sind Verdichtungszustände nahe der Verdichtungsgrenze nur unter hohem Energieeinsatz zu realisieren. Im Vergleich zur Entfeuchtung mittels thermischer Trocknung liegt der Energiebedarf für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung um den Faktor 10^3 bis 10^4 niedriger. Dies ist ein typischer Wertebereich für das Verhältnis des Energiebedarfs von thermischen zu mechanischen Entfeuchtungsverfahren. Die Betrachtung der jeweils zur Verdichtung erforderlichen Energie für diskrete Zustände der Verdichtung ergab, dass sich der Energiebedarf bei reiner Pressung und beim überlagerten Verfahren in der gleichen Größenordnung bewegt. Allgemein formuliert ist die Verdichtung mittels oszillierender Scherung bei niedrigen Frequenzen energetisch günstiger als die reine Pressung, wohingegen sie bei hohen Frequenzen einen höheren Energieeinsatz erfordert.

Im letzten Schritt wurde der Einfluss der Verdichtung mittels oszillierender Scherung auf das Rissbildungsverhalten des Modellmaterials PCC untersucht. Die Verdichtung ermöglichte eine beträchtliche Reduktion des Rissanteils im Filterkuchen, der grob mit dem Verdichtungszustand des Filterkuchens vor der Gasdifferenzdruckentfeuchtung korreliert. Allerdings war es nicht möglich, die Rissbildung für das untersuchte Modellsystem vollständig zu vermeiden. Dies könnte in einigen prinzipiellen Unzulänglichkeiten der Versuchsapparatur begründet liegen. Während der Verdichtung kommt es oftmals zu Beschädigungen der Filterkuchenoberfläche, die im anschließenden Entfeuchtungsschritt dann wiederum das Auftreten von Rissen begünstigen. Darüber hinaus war in einigen Fällen eine qualitative Änderung des Rissbildungsverhaltens nach dem Eintrag der oszillierenden Scherung zu beobachten. Die Charakteristik des Rissmusters änderte sich von isotrop zu leiterartig. Dies deutet darauf hin, dass es durch den Schwingungseintrag zu einer Strukturierung des Filterkuchens kommt. Ähnliche Phänomene sind aus dem Bereich der Trocknungstechnik als sogenannter „memory effect“ bekannt.

Bevor eine Übertragung des untersuchten Verfahrens auf den Pilotmaßstab angestrebt werden kann, gilt es weitere Punkte zu klären. So ist es denkbar, den überlagerten Druck statt mittels Gasdifferenzdrucks mechanisch aufzubringen, um die Entstehung von Rissen in den Randbereichen des Filterkuchens während der Verdichtung zu verhindern. Weiterhin gilt es zu prüfen, ob durch eine Änderung der Auslenkungsrichtung möglicherweise eine verbesserte Verdichtung zu erzielen ist. So könnte die Schwingung beispielsweise kreisend eingetragen werden, um eine gleichmäßigere Verdichtung des Filterkuchens in der Fläche zu erzielen. Untersuchungen aus dem Bereich der Bodenmechanik legen nahe, dass auf diese Weise eine stärkere Verdichtung erzielbar ist [111].

In Hinblick auf eine Umsetzung des Verfahrens im kontinuierlichen Prozess auf einem Pilotfilter sind zudem weitere Herausforderungen zu bewältigen, die bei der Verdichtung im Labormaßstab nicht relevant sind. Hier sind in erster Linie eine mögliche Verflüssigung des Filterkuchens im Zuge des Schwingungseintrags sowie das Ablösen des verdichteten Filterkuchens vom Presswerkzeug und Filtertuch zu nennen.

A. Anhang

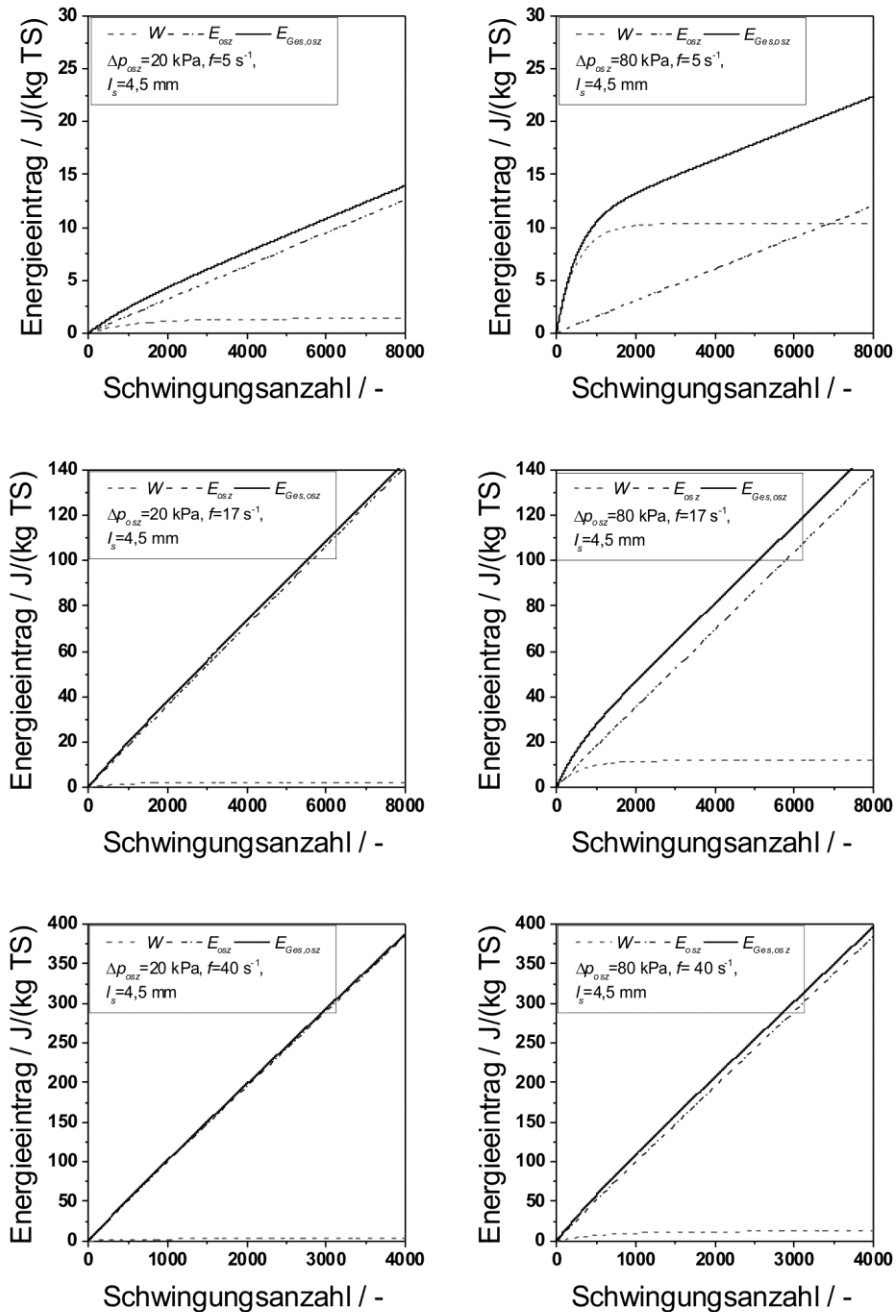


Abbildung A- 1: Gemäß Gleichung (7-6) – (7-8) berechneter Verlauf von Verdrängungsarbeit W , kinetischer Energie E_{osz} und der Gesamtenergie $E_{Ges,osz}$ mit zunehmender Schwingungszahl für das Partikelsystem PCC. Die Frequenz nimmt von der obersten zur untersten Reihe hin zu (5 s^{-1} , 17 s^{-1} , 40 s^{-1}). Linke Spalte: $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$. Rechte Spalte: $\Delta p_{osz} = 80 \text{ kPa}$. Scherlänge $l_s = 4,5 \text{ mm}$.

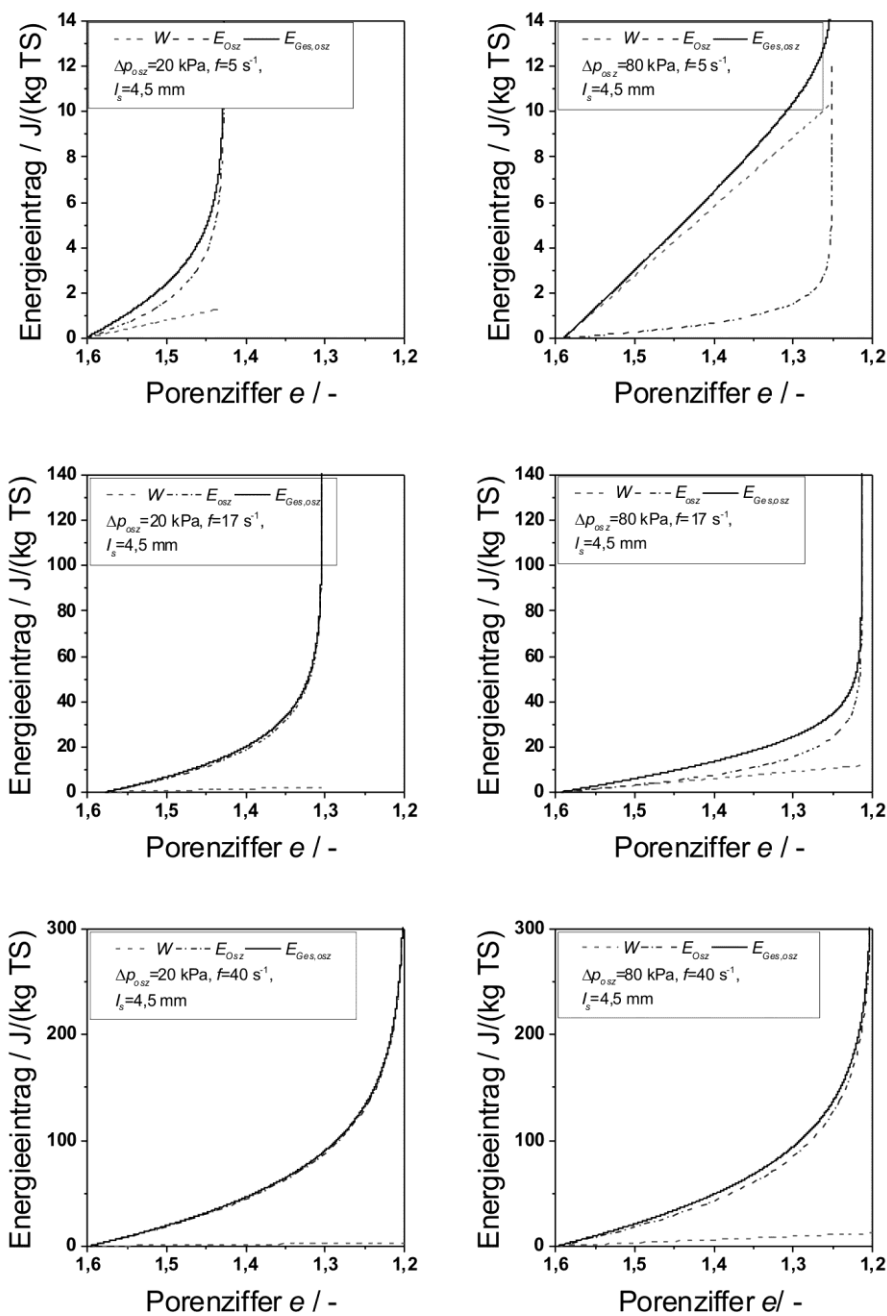


Abbildung A- 2: Gemäß Gleichung (7-6) – (7-8) berechneter Verlauf von Verdrängungsarbeit W , kinetischer Energie E_{osz} und der Gesamtenergie $E_{Ges,osz}$ mit abnehmender Porenziffer, entsprechend zunehmender Verdichtung, für das Partikelsystem PCC. Die Frequenz nimmt von der obersten zur untersten Reihe hin zu (5 s^{-1} , 17 s^{-1} , 40 s^{-1}). Linke Spalte: $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$. Rechte Spalte: $\Delta p_{osz} = 80 \text{ kPa}$. Scherlänge $l_s = 4,5 \text{ mm}$.

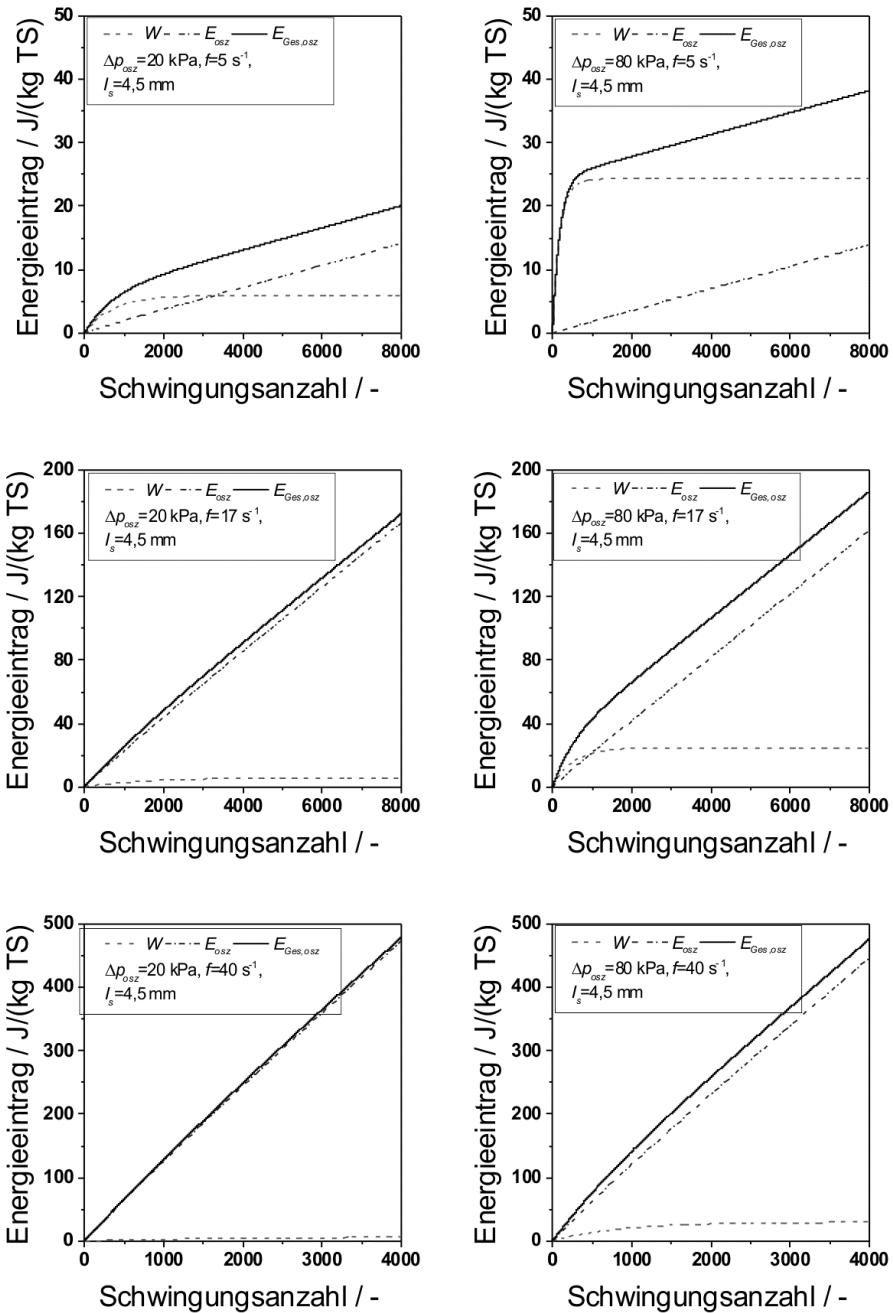


Abbildung A- 3: Gemäß Gleichung (7-6) – (7-8) berechneter Verlauf von Verdrängungsarbeit W , kinetischer Energie E_{osz} und der Gesamtenergie $E_{Ges,osz}$ mit zunehmender Schwingungszahl für das Partikelsystem Kaolin. Die Frequenz nimmt von der obersten zur untersten Reihe hin zu (5 s^{-1} , 17 s^{-1} , 40 s^{-1}). Linke Spalte: $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$. Rechte Spalte: $\Delta p_{osz} = 80 \text{ kPa}$. Scherlänge $I_s = 4,5 \text{ mm}$.

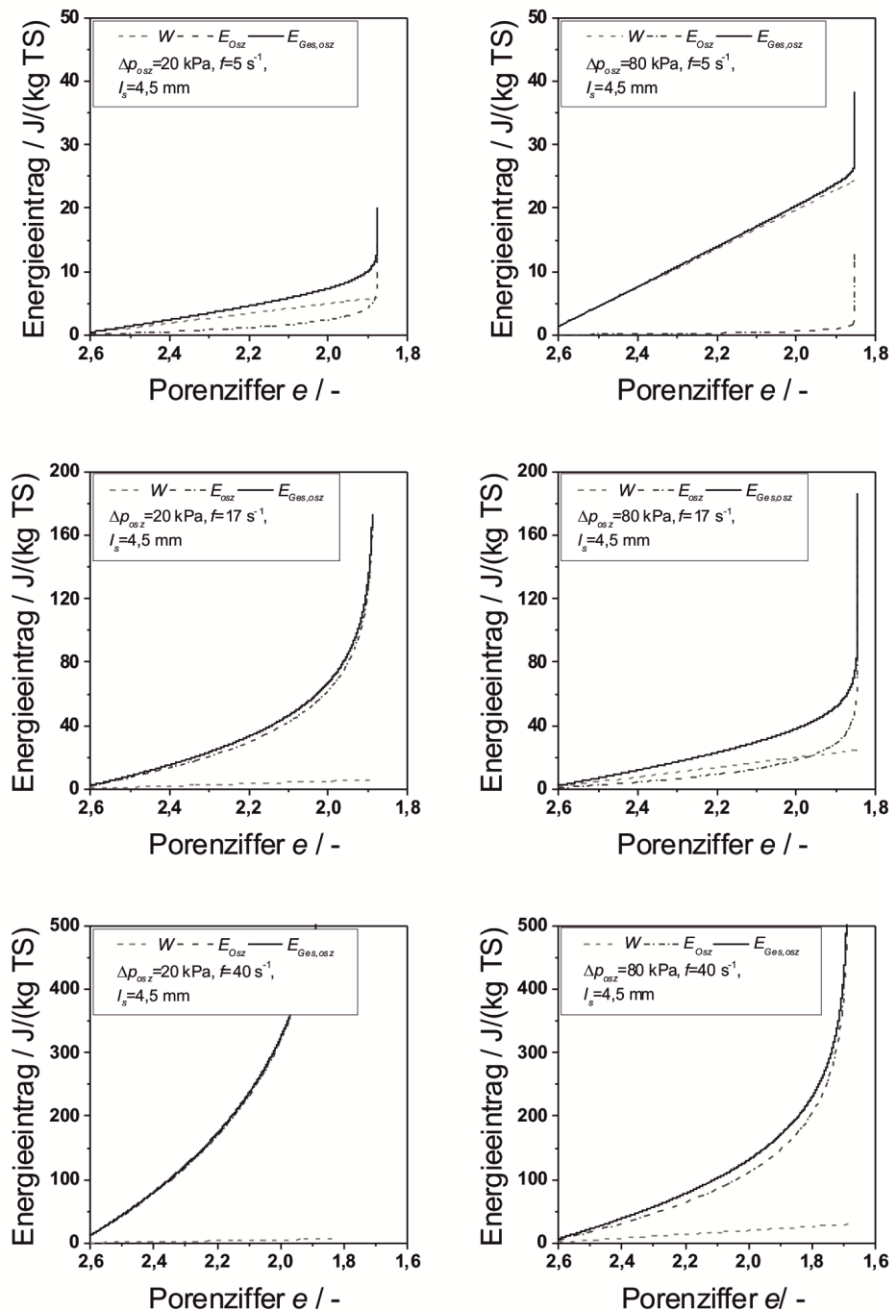


Abbildung A- 4: Gemäß Gleichung (7-6) – (7-8) berechneter Verlauf von Verdrängungsarbeit W , kinetischer Energie E_{osz} und der Gesamtenergie $E_{Ges,osz}$ mit abnehmender Porenziffer, entsprechend zunehmender Verdichtung, für das Partikelsystem Kaolin. Die Frequenz nimmt von der obersten zur untersten Reihe hin zu (5 s^{-1} , 17 s^{-1} , 40 s^{-1}). Linke Spalte: $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$. Rechte Spalte: $\Delta p_{osz} = 80 \text{ kPa}$. Scherlänge $l_s = 4,5 \text{ mm}$.

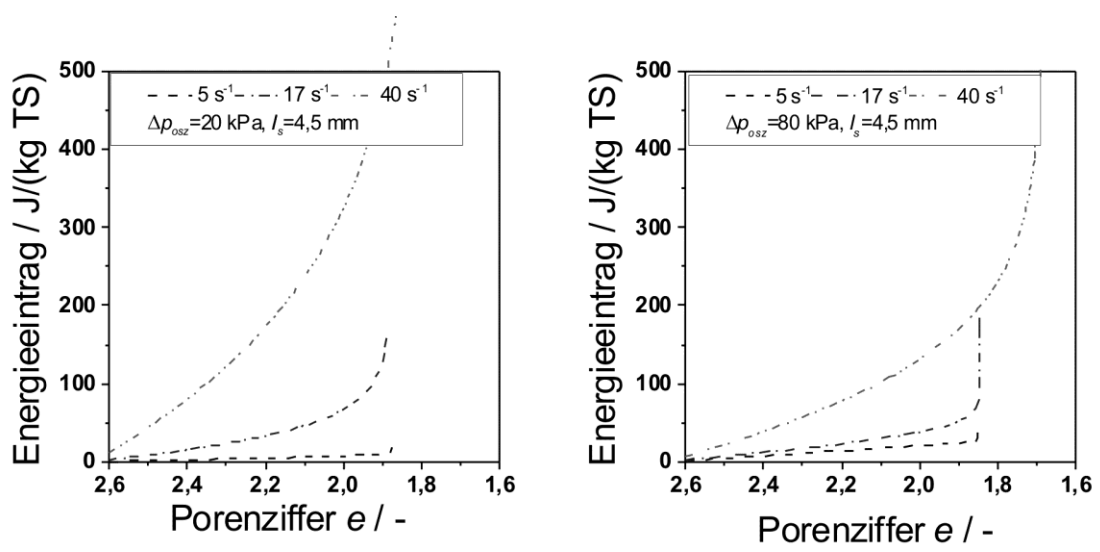


Abbildung A- 5: Zur Verdichtung eines Kaolin-Filterkuchens auf eine bestimmte Porenziffer erforderlicher Energieeintrag $E_{Ges,osz}$ unter Variation der Schwingfrequenz für eine Druckdifferenz $\Delta p_{osz} = 20 \text{ kPa}$ (links), bzw. 80 kPa (rechts).

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Schematische Darstellung der Kapillardruckkurve als Funktion der Sättigung S , sowie des kapillaren Eintrittsdrucks $p_{k,E}$ und der remanenten Sättigung S_r .	11
Abbildung 2-2: Verlauf der Funktion von Kompressionswiderstand $p_y(\phi)$ und kapillarem Eintrittsdruck $p_{capmax}(\phi)$ mit der Feststoffvolumenkonzentration ϕ des Filterkuchens [8].	12
Abbildung 2-3: Kapillardruckkurve eines Baryt-Filterkuchens in Abhängigkeit der Restfeuchte und der Sättigung zur Verdeutlichung von Kompressibilitätseffekten bei der Bestimmung der Kapillardruckkurve [40].	13
Abbildung 2-4: Schematische Darstellung von Modellvorstellungen zur Rissbildung während der thermischen Trocknung eines partikulären Haufwerks. Links: Rissbildung aufgrund des höheren Kapillardrucks in kleinen Poren [3]. Rechts: Entstehung von Spannungen an der Dreiphasengrenzlinie eines gesättigten partikulären Haufwerks [47].	15
Abbildung 2-5: Versuchsanordnung Perons zur Untersuchung des Einflusses der Haftbedingung am Untergrund auf das Auftreten von Rissen [49].	16
Abbildung 2-6: Verlauf von Gleichgewichtsporenziffer und Schrumpfungsgrenze mit zunehmendem Pressdruck am Beispiel von Schwarzschlamm [5].	18
Abbildung 2-7: Verdichtungs- und Fließverhalten einer durch Normal- und Schubspannung belasteten Partikelpackung dargestellt im Mohrschen Spannungsdiagramm [76]. Das Fließen unter Volumenreduktion ist durch den Verfestigungsort, rechts in der Abbildung, gegeben.	20
Abbildung 3-1: Edelstahlprobenehmer mit Probe eines CaCO_3 -Filterkuchens (Ansicht von unten).	24
Abbildung 3-2: Zur Durchführung der Filtrationsexperimente verwendete Drucknutsche mit schematischer Darstellung der Kuchenbildungseinheit [85].	27
Abbildung 3-3: Schematische Darstellung der verwendeten Kompressions-Permeabilitäts-Zelle [85].	30
Abbildung 3-4: Grundplatte der Vakuumfiltereinheit (links). Vakuumfiltereinheit mit Einfassung für die Kuchenbildung (rechts).	31
Abbildung 3-5: Vakuumfiltereinheit mit Aufbau zum Eintrag oszillierender Scherung [87].	35
Abbildung 3-6: Gesamtdarstellung des Aufbaus zur Verdichtung mittels oszillierender Scherung [87].	35

Abbildung 4-1: Summenverteilung der verwendeten Partikelsysteme, bestimmt mit dem Messsystem HELOS H0309 (Sympatec GmbH, Deutschland) an in VE-Wasser suspendierten Partikeln.	39
Abbildung 4-2: REM-Aufnahmen von Einzelpartikeln der Systeme PCC (links), GCC (Mitte) und Kaolin (rechts) auf Nuclepore-Membran.	40
Abbildung 4-3: Variation von Porosität (links) und massenspezifischem Widerstand α_m (rechts) mit dem Pressdruck für die Partikelsysteme PCC, Kaolin und GCC. Die durchgezogenen Linien zeigen die Anpassung der experimentellen Daten mit Gleichung (2-8), bzw. (2-9).	41
Abbildung 5-1: Schrumpfungs- und Rissbildungsverhalten bei der Filtration einer PCC-Suspension bei 80 kPa Gasdifferenzdruck. Das Ende der Kuchenbildung ist mit t_I , das Auftreten des ersten Risses mit t_{crack} bezeichnet. Zur besseren Übersichtlichkeit wurde die Anzahl der dargestellten Fehlerbalken reduziert.	44
Abbildung 5-3: Einfluss des Gasdifferenzdrucks auf die Rissbildung im Filterkuchen. Die linke Zusammenstellung zeigt die Rissbildung im Filterkuchen nach Entfeuchtung bei einem Gasdifferenzdruck von 80 kPa, die rechte entsprechend bei einem Gasdifferenzdruck von 340 kPa.	47
Abbildung 6-1: Änderung der Kapillardruckkurve mit der Konsolidierung für Werte des Kuchenbildungs-, bzw. Konsolidierungsdrucks von 100 kPa (Dreiecke) und 400 kPa (Quadrate).....	51
Abbildung 6-2: Erzielte Restfeuchte im Entfeuchtungsgleichgewicht nach Filterkuchenbildung und direkt angeschlossener Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck (Dreiecke) und nach einer der Entfeuchtung vorgeschalteten Konsolidierung (Quadrate) unter Variation des Drucks.....	53
Abbildung 6-3: Vergleich der erzielten Porosität bei verschiedenen Vorgehensweisen zur Entfeuchtung: Reine Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck (Dreiecke), Konsolidierung mittels Pressdruck und anschließende Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck (Quadrate), sowie reine Konsolidierung mittels Pressdruck (Kreise).53	
Abbildung 6-4: Anteil von Konsolidierung und Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck an der Gesamtreduktion der Filterkuchenfeuchte am Beispiel eines bei 400 kPa gebildeten, konsolidierten und untersättigten Filterkuchens. Die Werte wurden auf die Restfeuchte des Filterkuchens nach der Kuchenbildung normiert.....	54
Abbildung 6-5: Änderung des Gesamtwiderstands des Filterkuchens aufgrund der Konsolidierung in Abhängigkeit der Druckdifferenz bei Kuchenbildung, bzw. Konsolidierung. Die gestrichelten Linien stellen jeweils die Anpassung einer Geradengleichung an die experimentellen Daten dar.	55
Abbildung 6-6: Reduzierung der Rissbildung im Filterkuchen mit steigendem Konsolidierungsdruck. Obere Reihe: Nach Kuchenbildung und anschließend Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck bei 200, 400 und 600 kPa. Untere Reihe: Nach	

Kuchenbildung, Konsolidierung und anschließender Untersättigung mittels Gasdifferenzdruck bei 200, 400 und 600 kPa.	56
Abbildung 6-7: Entfeuchtungskinetik unkonsolidierter und konsolidierter Filterkuchen bei Druckdifferenzen von (a) 200 kPa, (b) 400 kPa und (c) 600 kPa. Fehlerbalken wurden aus den Standardabweichungen der jeweiligen experimentellen Daten unter Berücksichtigung der Fehlerfortpflanzung berechnet.	58
Abbildung 6-8: Gasdurchsatz während der Untersättigungsphase von unkonsolidierten und konsolidierten Filterkuchen bei einem Gasdifferenzdruck von a) 200 kPa, b) 400 kPa und c) 600 kPa bezogen auf Referenzbedingungen vom 101,325 kPa und 0°C. Zur besseren Übersichtlichkeit ist lediglich jeder fünfte aufgenommene Datenpunkt dargestellt.	60
Abbildung 6-9: Entwicklung des normierten Gasdurchsatzes durch den Filterkuchen über eine Entfeuchtungszeit von 180 Sekunden für Druckdifferenzen von 200, 400 und 600 kPa. Links: Verlauf über die gesamte Entfeuchtungszeit. Zur besseren Übersichtlichkeit ist nur jeder zehnte aufgenommene Datenpunkt dargestellt. Rechts: Anfangsbereich, jeder zweite aufgenommene Datenpunkt ist dargestellt.	62
Abbildung 7-1: Exemplarischer Verlauf von Restfeuchte (linke y-Achse, Quadrate) und Porosität (rechte y-Achse, Dreiecke) mit steigender Anzahl an Schwingungen. Versuchsparameter: Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=80$ kPa, Scherweg $l_s=4,5$ mm und Frequenz $f=40$ s ⁻¹	64
Abbildung 7-2: Abnahme der Restfeuchte mit der Anzahl an Schwingungen für verschiedene Frequenzen bei einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links) und $\Delta p_{osz}=80$ kPa (rechts), und einem Scherweg $l_s=4,5$ mm für das Versuchsmaterial PCC. Die gestrichelten Linien zeigen die Anpassung von Gleichung (7-1) an die experimentellen Daten.	66
Abbildung 7-3: Abhängigkeit der Verdichtungsgrenze RF_∞ des Versuchsmaterials PCC von der Frequenz unter Variation der Druckdifferenz Δp_{osz} . Der Scherweg l_s liegt konstant bei 4,5 mm. Es sei darauf hingewiesen, dass die Datenpunkte bei 40 s ⁻¹ bei 20 und 80 kPa Druckdifferenz zusammenfallen. Die Fehlerbalken zeigen den Standardfehler des Anpassungsparameters RF_∞	67
Abbildung 7-4: Abnahme der Restfeuchte mit steigender Anzahl an Schwingungen unter Variation der Frequenz bei einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links) und $\Delta p_{osz}=80$ kPa (rechts), und einem Scherweg $l_s=4,5$ mm für das Versuchsmaterial Kaolin. Die gestrichelten Linien zeigen die Anpassung von Gleichung (7-1) an die experimentellen Daten.	68
Abbildung 7-5: Abnahme der Restfeuchte mit steigender Anzahl an Schwingungen unter Variation der Frequenz bei einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links) und $\Delta p_{osz}=80$ kPa (rechts), und einem Scherweg $l_s=4,5$ mm für das Versuchsmaterial GCC. Die	

gestrichelten Linien zeigen die Anpassung von Gleichung (7-1) an die experimentellen Daten. Der Fit für $f=5\text{ s}^{-1}$ und $f=40\text{ s}^{-1}$ wurde lediglich der besseren Übersichtlichkeit halber hinzugefügt.....	68
Abbildung 7-6: Abhängigkeit der Verdichtungsgrenze RF_{∞} , bzw. RF_f von der Frequenz unter Variation der Druckdifferenz Δp_{osz} für die Versuchsmaterialien Kaolin (links) und GCC (rechts). Scherweg $l_s=4,5\text{ mm}$. Die Fehlerbalken im linken Diagramm zeigen den Standardfehler des Anpassungsparameters RF_{∞} , die im rechten Diagramm die Standardabweichung der aus den experimentellen Daten gemittelten Restfeuchte RF_f .	71
Abbildung 7-7: Einfluss des Scherwegs l_s auf die Restfeuchte RF_f im Verdichtungsgleichgewicht in Abhängigkeit der Frequenz (links) und der mittleren Scherrate (rechts) bei einer konstanten Druckdifferenz Δp_{osz} von 20 kPa. Daten für PCC.	72
Abbildung 7-8: Vergleich der im Experiment minimal erzielten Werte der Restfeuchte RF_f in Abhängigkeit des Pressdrucks bei Verdichtung mittels oszillierender Scherung (Kreise) und bei reiner Pressung (Dreiecke) für PCC. Die Beschriftung der Messpunkte der Datenreihen zur oszillierenden Scherung gibt die eingesetzte Schwingfrequenz an.	74
Abbildung 7-9: Vergleich der im Experiment minimal erzielten Werte der Restfeuchte RF_f in Abhängigkeit des Pressdrucks bei Verdichtung mittels oszillierender Scherung (Kreise) und bei reiner Pressung (Dreiecke). Die Beschriftung der Messpunkte der Datenreihen zur oszillierenden Scherung gibt die eingesetzte Schwingfrequenz an. Links: Daten für Kaolin. Rechts: Daten für GCC.....	76
Abbildung 7-10: Gegenüberstellung von scheinbarem Energieverbrauch und Schwingzeit die erforderlich sind, um bei der Verdichtung des Produktes PCC einen bestimmten Wert der Restfeuchte zu erzielen. Links: Daten für $\Delta p_{osz}=20\text{ kPa}$. Rechts: Daten für $\Delta p_{osz}=80\text{ kPa}$. Datenpunkte bei identischer Frequenz sind durch gestrichelte Linien verbunden.....	79
Abbildung 7-11: Gegenüberstellung von scheinbarem Energieverbrauch und Schwingzeit die erforderlich sind, um bei der Verdichtung des Produktes Kaolin einen bestimmten Wert der Restfeuchte zu erzielen. Die Abbildung links zeigt die Daten für eine Druckdifferenz Δp_{osz} von 20 kPa, rechts für 80 kPa. Datenpunkte bei identischer Frequenz sind durch gestrichelte Linien verbunden. Es sei auf die unterschiedliche Skalierung der Achsen beider Diagramme hingewiesen.	80
Abbildung 7-12: Exemplarischer Datensatz für den Verlauf des Energieeintrags während der Verdichtung eines PCC-Filterkuchens mittels oszillierender Scherung in Abhängigkeit der Schwingungsanzahl (links) und der Porenziffer (rechts). Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20\text{ kPa}$, Frequenz $f=5\text{ s}^{-1}$, Scherlänge $l_s=4,5\text{ mm}$.	83

Abbildung 7-13: Verlauf des Energieeintrags während der Verdichtung eines PCC-Filterkuchens mittels oszillierender Scherung in Abhängigkeit der Schwingungsanzahl (links) und der Porenziffer (rechts). Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=80$ kPa, Frequenz $f=5$ s ⁻¹ , Scherlänge $l_s=4,5$ mm.....	84
Abbildung 7-14: Verlauf des Energieeintrags während der Verdichtung eines Kaolin-Filterkuchens mittels oszillierender Scherung in Abhängigkeit der Porenziffer bei einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links), bzw. 80 kPa (rechts). Frequenz $f=5$ s ⁻¹ , Scherlänge $l_s=4,5$ mm.	84
Abbildung 7-15: Zur Verdichtung eines PCC-Filterkuchens auf eine bestimmte Porenziffer erforderlicher Energieeintrag $E_{Ges,osz}$ unter Variation der Schwingfrequenz für eine Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links), bzw. 80 kPa (rechts).	85
Abbildung 7-16: Erforderlicher Energieeintrag, um den gleichen Wert der Restfeuchte wie durch oszillierende Scherung durch thermisches Trocknen zu erzielen. Die Beschriftungen der Datenpunkte geben die jeweilige Frequenz an. Daten für PCC.	87
Abbildung 7-17: Verhältnis von benötigter thermischer Energie zum Energiebedarf bei oszillierender Scherung zur Erzielung des Vergleichswerts der Restfeuchte von $1,05 \cdot RF_{\infty}(\Delta p_{osz}, f)$. Daten für PCC.	88
Abbildung 7-18: Exemplarische Kraft-Weg-Kurve für die Verdichtung von PCC in der CP Zelle.	89
Abbildung 7-19: Zur Verdichtung des PCC-Filterkuchens mittels Pressung erforderlicher Energieeintrag, bezogen auf die trockene Feststoffmasse. Die graue Linie zeigt den Fit an die Messdaten mittels eines Polynoms dritten Grades.....	89
Abbildung 7-20: Gegenüberstellung des Energiebedarfs zur Erzielung diskreter Werte der Restfeuchte mittels des Verfahrens der Verdichtung durch oszillierende Scherung und durch reine Pressung. Links: Vergleich für $\Delta p_{osz}= 20$ kPa. Rechts: Vergleich für $\Delta p_{osz}= 80$ kPa. Datenpunkte bei gleicher Frequenz sind mit durchgezogenen Linien verbunden. Daten für PCC.	90
Abbildung 7-21: Verhältnis des Energiebedarfs für die Verdichtung mittels oszillierender Scherung unter Variation der Frequenz und mittels reiner Pressung für eine Druckdifferenz während der oszillierenden Scherung von 20 kPa (links) und 80 kPa (rechts). Daten für PCC.....	91
Abbildung 7-22: Änderung des Rissanteils im Filterkuchen nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung für 60 s bei 80 kPa in Abhängigkeit der Verdichtungszeit t_{osz} (links), bzw. der hierbei jeweils erzielten Restfeuchte im Filterkuchen (rechts) unter Variation der Frequenz. $\Delta p_{osz}=80$ kPa, $l_s =4,5$ mm. Die gestrichelten Verbindungslinien im linken Diagramm dienen der Übersichtlichkeit.	94
Abbildung 7-23: Rissanteil im Filterkuchen nach einer der Verdichtung mittels oszillierender Scherung nachgeschalteten Entfeuchtung bei einem Gasdifferenzdruck	

von 80 kPa (links) und 340 kPa (rechts) in Abhängigkeit der Filterkuchenrestfeuchte bei Abschluss des Verdichtungsprozesses.	95
Abbildung 7-24: Reduktion der Restfeuchte des bei verschiedenen Frequenzen verdichteten Filterkuchens infolge der Gasdifferenzdruckentfeuchtung (GDE) bei 340 kPa für den bei 20 kPa (links) und 80 kPa (rechts) verdichteten Filterkuchen. Die Verdichtung erfolgte jeweils bei einer Scherlänge l_s von 4,5 mm, die Gasdifferenzdruckentfeuchtung erfolgte für 60 s.	96
Abbildung 7-25: Gerichtete Rissbildung in verdichteten Filterkuchen nach Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck bei 80 kPa. Die Verdichtung erfolgte bei einer Frequenz $f=5\text{ s}^{-1}$, einer Scherlänge $l_s=4,5\text{ mm}$ und einer Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=80\text{ kPa}$	98
Abbildung 7-26: Gerichtete Rissbildung in bei verschiedenen Frequenzen verdichteten Filterkuchen nach Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck bei 340 kPa. Scherlänge $l_s=4,5\text{ mm}$. Links: $\Delta p_{osz}=20\text{ kPa}$. Rechts: $\Delta p_{osz}=80\text{ kPa}$	99
Abbildung A- 1: Gemäß Gleichung (7-6) – (7-8) berechneter Verlauf von Verdrängungsarbeit W , kinetischer Energie E_{osz} und der Gesamtenergie E_{Ges} mit zunehmender Schwingungsanzahl für das Partikelsystem PCC. Die Frequenz nimmt von der obersten zur untersten Reihe hin zu (5 s^{-1} , 17 s^{-1} , 40 s^{-1}). Die linke Spalte zeigt Daten für $\Delta p_{osz}=20\text{ kPa}$, die rechte Spalte für $\Delta p_{osz}=80\text{ kPa}$. Die Scherlänge $l_s = 4,5\text{ mm}$	103
Abbildung A- 2: Gemäß Gleichung (7-6) – (7-8) berechneter Verlauf von Verdrängungsarbeit W , kinetischer Energie E_{osz} und der Gesamtenergie E_{Ges} mit abnehmender Porenziffer, entsprechend zunehmender Verdichtung, für das Partikelsystem PCC. Die Frequenz nimmt von der obersten zur untersten Reihe hin zu (5 s^{-1} , 17 s^{-1} , 40 s^{-1}). Die linke Spalte zeigt Daten für $\Delta p_{osz}=20\text{ kPa}$, die rechte Spalte für $\Delta p_{osz}=80\text{ kPa}$. Die Scherlänge l_s lag konstant bei 4,5 mm.	104
Abbildung A- 3: Gemäß Gleichung (7-6) – (7-8) berechneter Verlauf von Verdrängungsarbeit W , kinetischer Energie E_{osz} und der Gesamtenergie E_{Ges} mit zunehmender Schwingungsanzahl für das Partikelsystem Kaolin. Die Frequenz nimmt von der obersten zur untersten Reihe hin zu (5 s^{-1} , 17 s^{-1} , 40 s^{-1}). Die linke Spalte zeigt Daten für $\Delta p_{osz}=20\text{ kPa}$, die rechte Spalte für $\Delta p_{osz}=80\text{ kPa}$. Die Scherlänge l_s lag konstant bei 4,5 mm.....	105
Abbildung A- 4: Gemäß Gleichung (7-6) – (7-8) berechneter Verlauf von Verdrängungsarbeit W , kinetischer Energie E_{osz} und der Gesamtenergie E_{Ges} mit abnehmender Porenziffer, entsprechend zunehmender Verdichtung, für das Partikelsystem Kaolin. Die Frequenz nimmt von der obersten zur untersten Reihe hin zu (5 s^{-1} , 17 s^{-1} , 40 s^{-1}). Die linke Spalte zeigt Daten für $\Delta p_{osz}=20\text{ kPa}$, die rechte Spalte für $\Delta p_{osz}=80\text{ kPa}$. Die Scherlänge l_s lag konstant bei 4,5 mm.	106

Abbildung A- 5: Zur Verdichtung eines Kaolin-Filterkuchens auf eine bestimmte Porenziffer erforderlicher Energieeintrag $E_{Ges,osz}$ unter Variation der Schwingfrequenz für eine Druckdifferenz $\Delta p_{osz}=20$ kPa (links), bzw. 80 kPa (rechts).107

Tabellenverzeichnis

Tabelle 4-1: Verwendete Volumenkonzentrationen der Suspensionen in den verschiedenen Apparaturen	38
Tabelle 4-2: Zusammenfassung der gemessenen physikochemischen Eigenschaften der verwendeten Modellsysteme	38
Tabelle 4-3: Zusammenfassung der gemessenen physikochemischen Eigenschaften der Suspensionen	39
Tabelle 4-4: Anpassungsparameter der verschiedenen Versuchsmaterialien für die Anpassung der Porositätsfunktion und Widerstandsfunktion gemäß Gleichung (2-8) und (2-9)	41
Tabelle 5-1: Sättigung des PCC-Filterkuchens zu verschiedenen Zeitpunkten während der Entfeuchtung bei 80 kPa.....	46
Tabelle 6-1: Entfeuchtungsrate innerhalb der ersten zehn Sekunden Entfeuchtungszeit für unkonsolidierte und konsolidierte Filterkuchen unter Variation der Druckdifferenz.	57
Tabelle 6-2: Maximaler Druckabfall in der Drucknutsche während der Entfeuchtung unkonsolidierter und konsolidierter Filterkuchen für verschiedene Anfangsdruckdifferenzen	59
Tabelle 6-3: Verhältnis des Gasdurchsatzes bei unkonsolidiertem Filterkuchen bezogen auf den Gasdurchsatz durch den konsolidierten Filterkuchen vor Abbruch der Entfeuchtung bei einer Gesamtentfeuchtungszeit von 180 Sekunden unter Variation der Druckdifferenz.	62
Tabelle 7-1: Anpassungsparameter für den Fit der experimentellen Daten für PCC mit Gleichung (7-1) und experimentell bestimmter Wert RF_f	65
Tabelle 7-2: Anpassungsparameter für den Fit der experimentellen Daten für Kaolin mit Gleichung (7-1) und experimentell bestimmter Wert RF_f	69
Tabelle 7-3: Anpassungsparameter für den Fit der experimentellen Daten für GCC mit Gleichung (7-1) und experimentell bestimmter Wert RF_f	70
Tabelle 7-4: Gegenüberstellung des zur Erzielung eines bestimmten Restfeuchtewertes erforderlichen Pressdrucks für Verdichtung durch oszillierende Scherung und reine Pressung, sowie Angabe des Faktors um den der Pressdruck durch Einsatz oszillierender Scherung reduziert werden kann. Werte für das Versuchsmaterial PCC.....	74
Tabelle 7-5: Gegenüberstellung des zur Erzielung eines bestimmten Restfeuchtewertes erforderlichen Pressdrucks für Verdichtung durch oszillierende Scherung und reine Pressung, sowie Angabe des Faktors um den der Pressdruck durch Einsatz oszillierender Scherung reduziert werden kann. Werte für das Versuchsmaterial Kaolin.	76

Tabelle 7-6: Gegenüberstellung des zur Erzielung eines bestimmten Restfeuchtwertes erforderlichen Pressdrucks für Verdichtung durch oszillierende Scherung und reine Pressung, sowie Angabe des Faktors um den der Pressdruck durch Einsatz oszillierender Scherung reduziert werden kann. Werte für das Versuchsmaterial GCC. 76

Tabelle 7-7: Zusammenstellung der zur Erreichung eines bestimmten Restfeuchtwertes RF erforderlichen Schwingzeiten t_{osz} für variierte Werte von Druckdifferenz Δp_{osz} und Frequenz für das Versuchsmaterial PCC. 79

Tabelle 7-8: Zusammenstellung der zur Erreichung eines bestimmten Restfeuchtwertes RF erforderlichen Schwingzeiten t_{osz} für variierte Werte von Druckdifferenz Δp_{osz} und Frequenz für das Versuchsmaterial Kaolin. 80

Tabelle 7-9: Absolute prozentuale Reduktion der Rissbildung bei der Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck aufgrund der vorgeschalteten Verdichtung mittels oszillierender Scherung, im Vergleich zum Referenzzustand ohne Verdichtungsmaßnahme. Variierte Größen sind die Höhe des Gasdifferenzdrucks während der Verdichtung Δp_{osz} sowie die Frequenz. 95

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Lateinische Symbole

A	Fläche	m^2
A_S	Spezifische Oberfläche	m^2/g
B	Anpassungsparameter	%
B_e	Anpassungsparameter	-
c_p	Spezifische Wärmekapazität	$(kJ\ kg)/K$
c_v	Volumenkonzentration	%
d	Durchmesser	m
E	Energie	J
$E_{Ges,osz}$	Spezifischer Gesamtenergieeintrag bei Verdichtung mittels oszillierender Scherung	$J/(kg\ TS)$
E_{osz}	Spezifische Energie für die Schwingungserzeugung	$J/(kg\ TS)$
$E_{Pressung}$	Spezifischer Energieeintrag bei Verdichtung durch Pressung	$J/(kg\ TS)$
$E_{thermisch}$	Spezifische Energie für die thermische Trocknung	$J/(kg\ TS)$
E_{tot}	Kumulierte Energie	J
e	Porenziffer	-
e_e	Exzentrizität	m
e_0	Porenziffer nach Abschluss der Filterkuchenbildung	-
e_∞	Minimal erreichbare Porenziffer aus Anpassung der experimentellen Daten	-
f	Frequenz	$1/s$
h	Abstand	m
h_c	Filterkuchenhöhe	m
$h_{c,0}$	Anfängliche Filterkuchenhöhe	m
$K_{I,C}$	Spannungsintensitätsfaktor	$MPa \cdot m^{0,5}$
l	Pleuellänge	m
l_s	Scherlänge	m
m_L	Flüssigkeitsmasse	kg
m_s	Feststoffmasse	kg
m_{tot}	Gesamtmasse	kg
n	Anpassungsparameter	-

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

n_{osz}	Schwingungsanzahl	-
p_b	„breakthrough pressure“	Pa
$p_{K,E}$	Kapillarer Eintrittsdruck	Pa
$p_{max, cap}$	Feststoffvolumenkonzentrationsabhängige Funktion des kapillaren Eintrittsdrucks	Pa
p_p	Pressdruck	Pa
$p_{p,0}$	Normierungsdruck	Pa
p_y	Kompressionswiderstand	Pa
q	Flächenspezifischer Filtratstrom	m ³ /m ²
R	Widerstand	1/m
R_M	Filtermediumswiderstand	1/m
R_C	Filterkuchenwiderstand	1/m
r_c	Höhenbezogener spezifischer Filterkuchenwiderstand	1/m ²
RF	Restfeuchte	%
RF_f	Experimentell erreichter minimaler Wert der Restfeuchte	%
RF_∞	Minimal erreichbare Restfeuchte aus Anpassung der experimentellen Daten	%
S	Sättigung	-
S_r	Remanente Sättigung	-
s_1, s_2	Abmessungen	m
$span$	Verteilungsbreite	-
t	Zeit	s
t_1	Kuchenbildungszeit	s
t_2	Entfeuchtungszeit	s
t_{crack}	Zeitpunkt des Rissauftritts	s
t_{osz}	Dauer des Schwingungseintrags	s
U_c	Konsolidierungsgrad	-
V	Volumen	m ³
V_H	Hohlraumvolumen	m ³
V_L	Flüssigkeitsvolumen	m ³
V_S	Feststoffvolumen	m ³
V_{tot}	Gesamtvolumen	m ³
v	Geschwindigkeit	m/s
v_m	Mittlere Geschwindigkeit	m/s

W	Spezifische Verdichtungsarbeit	J/(kg TS)
$w_{s,c}$	Flächenspezifische Kuchenfeststoffmasse	kg/m ²
X_{10}, X_{50}, X_{90}	Partikelgröße	m

Griechische Symbole

α_m	Massebezogener spezifischer Filterkuchenwiderstand	kg/m
$\alpha_{m,0}$	Normierungswiderstand	kg/m
β	Anpassungsparameter	-
Δe	Schrumpfungspotential	-
Δp	Druckdifferenz	Pa
Δp_E	Während der Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck anliegende Druckdifferenz	Pa
Δp_{osz}	Während der Verdichtung mittels oszillierender Scherung am Filterkuchen anliegende Druckdifferenz	Pa
ΔT	Temperaturdifferenz	°C
ε	Porosität	-
ε_0	Normierungsporosität	-
$\dot{\gamma}_m$	Mittlere Scherrate	1/s
κ	Konzentrationsbeiwert	-
η	Dynamische Viskosität	Pa·s
ν	Anpassungsparameter	-
ν_e	Anpassungsparameter	-
ϕ	Feststoffanteil	-
ρ_l	Flüssigkeitsdichte	kg/m ³
ρ_s	Feststoffdichte	kg/m ³

Abkürzungen

CP Zelle	Kompressions-Permeabilitäts Zelle (von engl. „Compression-Permeability Cell“)
CTOA	Rissspitzenöffnungswinkel (von engl. „Crack Tip Opening Angle“)
GCC	Kalkstein (von engl. „Ground Calcium Carbonate“)
GDE	Entfeuchtung mittels Gasdifferenzdruck
PCC	Gefälltes Calcium Carbonat (von engl. „Precipitated Calcium Carbonate“)
PEEK	Polyethylen Ether Keton
REM	Rasterelektronenmikroskop
TS	Trockene Feststoffmasse

Literaturverzeichnis

- [1] N.C. Lockhan, R. Kern, Research and Development Needs in Filtration and Dewatering, *Drying Technology* 14 (1996) 1241–1264.
- [2] P. Xu, A.S. Mujumdar, B. Yu, Drying-Induced Cracks in Thin Film Fabricated from Colloidal Dispersions, *Drying Technology* 27 (2009) 636–652.
- [3] G.W. Scherer, Theory of Drying, *Journal of the American Ceramic Society* 73 (1990) 3–14.
- [4] C. Lozada, Review of factors affecting formation of cracks in clay layers, in: B. Caicedo, C. Murillo, L. Hoyos, J. Esteban (Hgg.), *Advances in Unsaturated Soils*, CRC Press, London, 2013: 365–370.
- [5] T. Wiedemann, *Das Schrumpfungs- und Rißbildungsverhalten von Filterkuchen*, Universität Karlsruhe (TH), 1996.
- [6] T. Wiedemann, W. Stahl, Experimental investigation of the shrinkage and cracking behaviour of fine particulate filter cakes, *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 35 (1996) 35–42.
- [7] T. Wiedemann, W. Stahl, Schrumpfungs- und Rißbildungsverhalten feinkörniger Filterkuchen bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung, *Chemie Ingenieur Technik* 67 (1995) 1486–1489.
- [8] A.D. Stickland, H.-E. Teo, G. V. Franks, P.J. Scales, Compressive Strength and Capillary Pressure: Competing Properties of Particulate Suspensions that Determine the Onset of Desaturation, *Drying Technology* 32 (2014) 1614–1620.
- [9] D.J. Condie, M. Hinkel, C.J. Veal, K. Boissy, D. Leclerc, Modeling the Vacuum Filtration of Fine Coal. III. Comparison of Models for Predicting Desaturation Kinetics, *Separation Science and Technology* 35 (2000) 37–41.
- [10] D.J. Condie, C.J. Veal, Determining Capillary Pressure Curve Parameters for Flocculated Fine Coal, *Coal Preparation* 21 (2000) 455–475.
- [11] H. Anlauf, *Entfeuchtung von Filterkuchen bei der Vakuum, Druck- und Druckvakuumfiltration*, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1986.
- [12] VDI 2762 Blatt 1:2006-09 Mechanische Fest-Flüssig-Trennung durch Kuchenfiltration – Übersicht (Mechanical solid- liquid-separation by cake filtration – Overview). Berlin: Beuth Verlag
- [13] D.J. Lee, C.H. Wang, Theories of cake filtration and consolidation and implications to sludge dewatering, *Water Research* 34 (2000) 1–20.

- [14] J. Olivier, J. Vaxelaire, E. Vorobiev, Modelling of Cake Filtration : An Overview Modelling of Cake Filtration : An Overview, Separation Science and Technology 42 (2007) 1667–1700.
- [15] B.F. Ruth, Studies in Filtration II. Fundamental Axiom of Constant-Pressure Filtration, Industrial & Engineering Chemistry 25 (1933) 153–161.
- [16] B.F. Ruth, Studies in filtration III. Derivation of general filtration equations, Industrial and Engineering Chemistry 27 (1935) 708–723.
- [17] VDI 2762 Blatt 2:2010-12 Filtrierbarkeit von Suspensionen – Bestimmung des Filterkuchenwiderstands (Mechanical solid-liquid separation by cake filtration – Determination of filter cake resistance). Berlin: Beuth Verlag
- [18] I. Nicolaou, Fortschritte in Theorie und Praxis der Filterkuchenbildung und -entfeuchtung durch Gasdruckdifferenz, Universität Karlsruhe (TH), 1996.
- [19] B.F. Ruth, G. Montillon, R. Montonna, Studies in filtration I. Critical analysis of filtration theory, Industrial & Engineering Chemistry 25 (1933) 76–82.
- [20] F.M. Tiller, W.-F. Leu, Basic Data Fitting in Filtration, Journal of The Chinese Institute of Chemical Engineers 11 (1980) 61–70.
- [21] H.P. Grace, Resistance and Compressibility of Filter Cakes, Chemical Engineering Progress 49 (1953) 303–318.
- [22] E. Iritani, N. Katagiri, K. Yamaguchi, J.-H. Cho, Compression-Permeability Properties of Compressed Bed of Superabsorbent Hydrogel Particles, Drying Technology 24 (2006) 1243–1249.
- [23] O.N. Scholes, S.A. Clayton, A.F.A. Hoadley, C. Tiu, Permeability anisotropy due to consolidation of compressible porous media, Transport in Porous Media 68 (2007) 365–387.
- [24] C.M. Alles, Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen, Universität Karlsruhe (TH), 2000.
- [25] F.M. Tiller, W. Lu, The Role of Porosity in Filtration VII: Cake Nonuniformity in Compression-Permeability Cells, AIChE Journal 18 (1972) 569–572.
- [26] H.P. Grace, Resistance and Compressibility of Filter. Cakes Part II: Under Conditions of Pressure Filtration, Chemical Engineering Progress 49 (1953) 367–377.
- [27] F.M. Tiller, H. Cooper, Role of Porosity in Filtration: Part V. Porosity Variation in Filter Cakes, AIChE Journal 8 (1962) 445–449.
- [28] B. Ruth, Correlating Filtration Theory with Industrial Practice, Industrial and Engineering Chemistry 38 (1946) 564–571.

- [29] W.-M. Lu, Y.-P. Huang, K.-J. Hwang, Stress distribution in a confined wet cake in the compression-permeability cell and its application, *Powder Technology* 97 (1998) 16–25.
- [30] R.M. Wu, D.J. Lee, C.H. Wang, J. Zhao, R.B.H. Tan, Discrepancy in Cake Characteristic Measurement: Compression-Permeability Cell, *Journal of Chemical Engineering of Japan* 33 (2000) 869-878.
- [31] M. Shirato, T. Murase, E. Iritani, N. Hayashi, CAKE FILTRATION - A TECHNIQUE FOR EVALUATING COMPRESSION-PERMEABILITY DATA AT LOW COMPRESSIVE PRESSURE, *Filtration & Separation* 20 (1983) 404–406.
- [32] F.M. Tiller, C.S. Yeh, W.F. Leu, Compressibility of Panicle Structures in Relation to Thickening, Filtration, and Expression—A Review, *Separation Science and Technology* 22 (1987) 1037–1063.
- [33] F.M. Tiller, N.B. Hsyung, UNIFYING THE THEORY OF THICKENING, FILTRATION, AND CENTRIFUGATION, *Wat. Sci. Tech.* 28 (1993) 1–9.
- [34] A.D. Stickland, R.G. de Kretser, P.J. Scales, One-Dimensional Model of Vacuum Filtration of Compressible Flocculated Suspensions, *AIChE Journal* 56 (2010) 2622–2631.
- [35] M. Shirato, T. Senda, M. Negawa, FUNDAMENTAL STUDIES OF EXPRESSION UNDER VARIABLE PRESSURE, *JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN* 3 (1970) 105–112.
- [36] M. Shirato, T. Murase, M. Iwata, N. Hayash, Deliquoring By Expression -Part 1 Constant-Pressure Expression, *Drying Technology* 4 (1986) 363–386.
- [37] M. Shirato, T. Murase, M. Iwata, DELIQUORING BY EXPRESSION - THEORY AND PRACTICE, in: R. J. Wakeman (Hg.), *Progress in Filtration and Separation* 4, 1986: 181–287.
- [38] M. Shirato, T. Murase, S. Nakatsuka, THE TERZAGHI-VOIGT COMBINED MODEL FOR CONSTANT-PRESSURE CONSOLIDATION OF FILTER CAKES AND HOMOGENEOUS SEMI-SOLID MATERIALS, *Chemical Engineering Science* 41 (1986) 3213–3218.
- [39] F.M. Tiller, C.S. Yeh, The role of porosity in filtration. Part XI: Filtration followed by expression, *AIChE Journal* 33 (1987) 1241–1256.
- [40] H. Anlauf, Untersättigung und/oder Konsolidierung - Grenzen der mechanischen Entfeuchtung von Filterkuchen - Desaturation and/or Consolidation – Limits of Mechanical Deliquoring of Filter Cakes, *Chemie Ingenieur Technik* 86 (2014) 149–160.

- [41] J.A. Sorrentino, Advances in correlating filter cake properties with particle collective characteristics, Universität Karlsruhe (TH), 2002.
- [42] H. Schubert, Kapillarität in porösen Feststoffsystemen, Springer Verlag, 1982.
- [43] R. J.Wakeman, The prediction and calculation of cake dewatering characteristics, *Filtration and Separation* (1979) 655-669.
- [44] W. Lan, P. Xiao, Drying stress of yttria-stabilized-zirconia slurry on a metal substrate, *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007) 3117–3125.
- [45] M. Chekchaki, V. Lazarus, Mechanical Stresses Induced by Evaporation in Consolidated Colloidal Suspensions of Hard Particles. Poroelasticity Theory Versus Experiments, *Transport in Porous Media* 100 (2013) 143–157.
- [46] S. Kitsunozaki, Crack Propagation Speed in the Drying Process of Paste, *Journal of the Physical Society of Japan* 78 (2009) 064801-1–064801-7
- [47] S. Kitsunozaki, Crack growth in drying paste, *Advanced Powder Technology* 22 (2011) 311–318.
- [48] W. Man, W.B. Russel, Direct measurements of critical stresses and cracking in thin films of colloid dispersions, *Physical Review Letters* 100 (2008) 198302-1–198302-4.
- [49] H. Peron, T. Hueckel, L. Laloui, L.B. Hu, Fundamentals of desiccation cracking of fine-grained soils: experimental characterisation and mechanisms identification, *Canadian Geotechnical Journal* 46 (2009) 1177–1201.
- [50] H. Peron, L. Laloui, T. Hueckel, L.B. Hu, Desiccation cracking of soils, *European Journal of Environmental and Civil Engineering* 13 (2009) 869–888.
- [51] R.J. Wakeman, The Role of Internal Stresses in Filter Cake Cracking, *Filtration & Separation* 11 (1974) 357–360.
- [52] P.D. Hallett, T. A. Newson, Describing soil crack formation using elastic-plastic fracture mechanics, *European Journal of Soil Science* 56 (2005) 31–38.
- [53] C.-S. Tang, B. Shi, C. Liu, W.-B. Suo, L. Gao, Experimental characterization of shrinkage and desiccation cracking in thin clay layer, *Applied Clay Science* 52 (2011) 69–77.
- [54] K. Singh, M. Tirumkudulu, Cracking in Drying Colloidal Films, *Physical Review Letters* 98 (2007) 218302-1–218302-4.
- [55] K. Shorlin, J.R. de Bruyn, M. Graham, S.W. Morris, Development and geometry of isotropic and directional shrinkage-crack patterns., *Physical Review E* 61 (2000) 6950–6957.

- [56] P. Nandakishore, L. Goehring, Crack patterns over uneven substrates, *Soft Matter* 12 (2016) 2253–2263.
- [57] G.D. Towner, The Mechanics of Cracking of Drying Clay, *J. Agric. Engng. Res.* 36 (1987) 115–124.
- [58] T.-K. Min, N. Vo-Dai, Kelvin-Voigt model for dynamics of crack opening in shrinkage cracking, *KSCE Journal of Civil Engineering* 12 (2008) 149–154.
- [59] M.R. Lakshmikantha, P.C. Prat, A. Ledesma, Image Analysis for the Quantification of a Developing Crack Network on a Drying Soil, *Geotechnical Testing Journal* 32 (2012) 1–11.
- [60] A. Léonard, S. Blacher, P. Marchot, J.P. Pirard, M. Crine, Measurement of Shrinkage and Cracks Associated to Convective Drying of Soft Materials by X-ray Microtomography, *Drying Technology* 22 (2004) 1695–1708.
- [61] H.-A. Crostack, J. Nellesen, G. Fischer, M. Hofmann, H.-G. Rademacher, W. Tillmann, Analysis of Crack Patterns in Drying Corn Starch by in-situ Radiography and X-ray Computer Tomography, *Experimental Mechanics* 52 (2012) 917–932.
- [62] N. Lecocq, N. Vandewalle, Experimental study of cracking induced by desiccation in 1-dimensional systems., *The European Physical Journal. E, Soft Matter* 8 (2002) 445–452.
- [63] H. Anlauf, R. Bott, W. Stahl, A. Krebber, Die Bildung von Schrumpfrissen in Filterkuchen bei der Entwässerung feinkörniger Erze The formation of shrinkage cracks in filter cakes during dewatering of fine sized ores, *Aufbereitungs-Technik* (1985) 188–196.
- [64] B.R. Bierck, S.A. Wells, R.I. Dick, Compressible Cake Filtration: Monitoring Cake Formation and Shrinkage Using Synchrotron X-Rays, *Journal of the Water Pollution Control Federation* 60 (1988) 645–650.
- [65] B.R. Bierck, R.I. Dick, MECHANISMS OF COMPRESSIBLE SLUDGE CAKE SHRINKAGE, *Journal of Environmental Engineering* 116 (1990) 663–682.
- [66] L. Liu, F. Wu, W. Tan, Effect of cetyl trimethyl ammonium bromide on shrinkage cracks in filter cakes during pressure filtration of iron ore concentrates, *Powder Technology* 297 (2016) 239–246.
- [67] H. Riemenschneider, *Entfeuchten durch Pressen*, Universität Stuttgart (TH), 1983.
- [68] R.J. Wakeman, Separation technologies for sludge dewatering, *Journal of Hazardous Materials* 144 (2007) 614–619.
- [69] B.F. Severin, G. Prindle, G. Traynor, Belt Press Dewatering: Laboratory Simulation of the Pressure Rollers, *Environmental Technology* 19 (1998) 697–708.

- [70] R.E. Halde, Filterbelt pressing of sludge - a laboratory simulation, *Journal (Water Pollution Control Federation)* 52 (1980) 310–316.
- [71] B. Reichmann, J. Tomas, Expression behaviour of fine particle suspensions and the consolidated cake strength, *Powder Technology* 121 (2001) 182–189.
- [72] A. Erk, Rheologische Eigenschaften feindisperser Suspensionen während ihrer Fest-Flüssig-Trennung in Filtern und Zentrifugen, Karlsruhe (TH), 2006.
- [73] T. Mladenchev, Modellierung des Filtrations- und Fließverhaltens von ultrafeinen, kompressiblen, flüssigkeitsgesättigten Partikelpackungen, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 2007.
- [74] M.A. Koenders, E. Liebhart, R.J. Wakeman, DEAD-END FILTRATION WITH TORSIONAL SHEAR: EXPERIMENTAL FINDINGS AND THEORETICAL ANALYSIS, *Trans IChemE* 79 (2001) 249–259.
- [75] T. Kollmann, Schwingungsinduziertes Fließen feinstkörniger, kohäsiver Pulver, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 2002.
- [76] J. Tomas, B. Reichmann, In-situ-Messung der Kompressibilität, Permeabilität und des Fließverhaltens von hochdispersen Filterkuchen mit einer Press-Scherzelle, *Chemie Ingenieur Technik* 74 (2002) 76–81.
- [77] A. Ayol, S.K. Dentel, A. Filibeli, Rheological Characterization of Sludges during Belt Filtration Dewatering Using an Immobilization Cell, *Journal of Environmental Engineering* 136 (2010) 992–999.
- [78] J. Vaxelaire, J. Olivier, Compression Dewatering of Particulate Suspensions and Sludge: Effect of Shear, *Drying Technology* 32 (2014) 23–29.
- [79] K.W. Pearce, Effects of Imposing Vibrations on Filtration, *Filtration & Separation* 23 (1986) 221–222.
- [80] K.W. Pearce, Increasing Liquid Expression By Applying Low Frequency Vibration, *Drying Technology* 6 (1988) 515–533.
- [81] O. Gundogdu, M.A. Koenders, R.J. Wakeman, P. Wu, VIBRATION-ASSISTED DEAD-END FILTRATION Experiments and Theoretical Concepts, *Trans IChemE* 81 (2003) 916–923.
- [82] O. Gundogdu, M.A. Koenders, R.J. Wakeman, P. Wu, Permeation through a bed on a vibrating medium: theory and experimental results, *Chemical Engineering Science* 58 (2003) 1703–1713.
- [83] M. Nicolas, P. Duru, O. Pouliquen, Compaction of a granular material under cyclic shear, *Eur. Phys. J. E.* 3 (2000) 309–314.
- [84] T. Wichtmann, Explizites Akkumulationsmodell für nichtbindige Böden unter

- zyklischer Belastung, Ruhr-Universität Bochum, 2005.
- [85] S. Illies, H. Anlauf, H. Nirschl, Avoiding Filter Cake Cracking: Influence of Consolidation on Desaturation Characteristics, *Drying Technology* 34 (2016) 944–952.
- [86] J. Heuser, Filterkuchenwaschprozesse unter besonderer Berücksichtigung physikalisch-chemischer Einflüsse, Universität Karlsruhe (TH), 2003.
- [87] S. Illies, J. Pfinder, H. Anlauf, H. Nirschl, Filter Cake Compaction by Oscillatory Shear, *Drying Technology* 35 (2017) 66–75.
- [88] B. Cornehl, Bruch von Proteinkristallen im mechanischen Trennprozess, Karlsruher Institut für Technologie, 2014.
- [89] C.M. Alles, H. Anlauf, Filtration mit kompressiblen Kuchen: Effiziente Konzepte für eine anspruchsvolle Trennaufgabe, *Chemie Ingenieur Technik* 75 (2003) 1221–1230.
- [90] J. Wetterling, T. Mattsson, H. Theliander, Effects of surface structure on the filtration properties of microcrystalline cellulose, *Separation and Purification Technology* 136 (2014) 1–9.
- [91] T. Mattsson, M. Sedin, H. Theliander, Zeta-potential and local filtration properties: Constitutive relationships for TiO₂ from experimental filtration measurements, *Chemical Engineering Science* 66 (2011) 4573–4581.
- [92] B. Cornehl, A. Overbeck, A. Schwab, J.-P. Büser, A. Kwade, H. Nirschl, Breakage of lysozyme crystals due to compressive stresses during cake filtration, *Chemical Engineering Science* 111 (2014) 324–334.
- [93] S. Kitsunozaki, Cracking condition of cohesionless porous materials in drying processes, *Physical Review E* 87 (2013) 52805-1-52805–10.
- [94] L. Goehring, S.W. Morris, Cracking mud, freezing dirt, and breaking rocks, *Physics Today* 67 (2014) 39–44.
- [95] L. Goehring, Evolving fracture patterns: columnar joints, mud cracks and polygonal terrain, *Phil Trans R Soc A* 371 (2013).
- [96] A.D. Stickland, L.R. White, P.J. Scales, Models of Rotary Vacuum Drum and Disc Filters for Flocculated Suspensions, *AIChE Journal* 57 (2011) 951–961.
- [97] H. Schubert, Kapillardruck und Zugfestigkeit von feuchten Haufwerken aus körnigen Stoffen, *Chemie Ingenieur Technik* 45 (1973) 396–401.
- [98] H. Schubert, CAPILLARY FORCES - MODELING AND APPLICATION IN PARTICULATE TECHNOLOGY, *Powder Technology* 37 (1984) 105–116.

- [99] D.D. Barkan, Dynamics of bases and foundations, McGraw-Hill Book Co., Inc., New York, 1962.
- [100] J. Tomas, Adhesion of ultrafine particles-Energy absorption at contact, Chemical Engineering Science 62 (2007) 1997–2010.
- [101] T. Youd, DENSIFICATION AND SHEAR OF SAND DURING VIBRATION, Journal of the Soil Mechanics and Foundations Division 96 (1970) 863–880.
- [102] M. Fathi-Najafi, H. Theliander, Determination of local filtration properties at constant pressure, Separations Technology 5 (1995) 165–178.
- [103] F.M. Tiller, T.C. Green, Role of Porosity in Filtration IX Skin Effect with Highly Compressible Materials, AIChE Journal 19 (1973) 1266–1269.
- [104] S.S. Yim, Y.M. Song, Porosity distribution in highly compressible cake: Experimental and theoretical verification of the dense skin, Korean Journal of Chemical Engineering 25 (2008) 1524–1531.
- [105] T. Mütze, Geschwindigkeitseinfluss bei der Druckbeanspruchung von Gutbetten, Technische Universität Bergakademie Freiberg, 2011.
- [106] W.A. Gray, G.T. Rhodes, Energy Transfer During Vibratory Compaction of Powders, Powder Technology 6 (1972).
- [107] S. Couturier, M. Valat, J. Vaxelaire, J.R. Puiggali, Enhanced expression of filter cakes using a local thermal supply, Separation and Purification Technology 57 (2007) 321–328.
- [108] B. Reichmann, Modellierung der Filtrations- und Konsolidierungsdynamik beim Auspressen feindisperser Partikelsysteme, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1999.
- [109] H. Nakayama, Y. Matsuo, O. Takeshi, A. Nakahara, Position control of desiccation cracks by memory effect, Eur. Phys. J. E. 36 (2013).
- [110] S. Kitsunozaki, A. Nakahara, Y. Matsuo, Shaking-induced stress anisotropy in the memory effect of paste, EPL (Europhysics Letters) 114 (2016) 64002-p1 – 64002-p6.
- [111] T. Triantafyllidis, T. Wichtmann, A. Niemunis, Kumulatives und dynamisches Verhalten von Böden, in: F. Rackwitz (Hg.), Entwicklungen in der Bodenmechanik, Bodendynamik und Geotechnik: Festschrift zum 60. Geburtstag von Univ.-Professor Dr.-Ing. habil. Stavros A. Savidis, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2006: 173–191.
- [112] S. Illies, H. Anlauf, H. Nirschl, VIBRATION-ENHANCED COMPACTION OF FILTER CAKES AND ITS INFLUENCE ON FILTER CAKE CRACKING, Separation Science and Technology (2017), zur Publikation angenommen.