Chemie

Technik

Auswirkungen eines erhöhten Wassergehalts auf lösliche Staubkuchenbestandteile in der Oberflächenfiltration – Teil 2: Experimentelle Untersuchungen

Almuth D. Schwarz^{1,*}, David Horst², Jörg Meyer¹, Qian Zhang², Achim Dittler¹ und Eberhard Schmidt²

DOI: 10.1002/cite.202100213

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits use, distribution and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

Es wird ein erhöhter Wassergehalt im Trägergas in der Oberflächenfiltration und dessen Einfluss auf lösliche und unlösliche Partikeln im Filterkuchen untersucht. Der erste Teil beschrieb die gemeinsamen Grundlagen und den Stand des Wissens. Die Beeinflussung von Haftkräften und der mögliche Stofftransport von Partikelmaterial in gelöster und ungelöster Form wurden als Auswirkungen eines erhöhten Wassergehalts diskutiert. Der zweite Teil behandelt eine Reihe von experimentellen Untersuchungen und schildert hierfür das Vorgehen und exemplarische Ergebnisse für unterschiedliche Wasserbeaufschlagung im Hinblick auf Menge und Aggregatzustand, erhöhte relative Feuchte zum einen und flüssige Wassertropfen zum anderen.

Schlagwörter: Gasfeuchte, Oberflächenfilter, Salze, Staubabscheidung, Staubkuchen

Eingegangen: 10. Dezember 2021; revidiert: 04. März 2022; akzeptiert: 22. März 2022

Effects of Increased Water Content on Soluble Dust Cake Components in Surface Filtration – Part 2: Experimental Studies

An increased water content in the carrier gas in surface filtration processes and its influence on soluble and insoluble particles in the filter cake is investigated. The first part described the common principles and the state of knowledge. The influence of adhesive forces and the possible mass transfer of particles were discussed as effects of an increased water content. The second part describes a number of experimental studies and thus, procedures and exemplary results for different water impingement with respect to quantity and aggregate state, increased relative humidity on the one hand and liquid water droplets on the other hand.

Keywords: Dust cake, Dust separation, Humidity, Salts, Surface filtration

1 Einleitung

Der erste Teil dieser Publikation [1] beschrieb die grundlegenden Einflüsse eines erhöhten Wassergehalts im Trägergas auf die Filtration von löslichen und unlöslichen Partikeln mit Oberflächenfiltern. Die damit verbundenen Grundprozesse wurden erläutert sowie ihre Relevanz bei unterschiedlichen Wassergehalten und -aggregatzuständen (Dampfphase und Tropfen) eingeordnet.

Daraus ergibt sich die Notwendigkeit, die unterschiedlichen Formen des erhöhten Wassergehalts mit jeweils angepassten Methoden in ihrer Auswirkung auf Filterregenerierung und Filtrationsbetrieb experimentell zu untersuchen. In zwei Forschungsvorhaben wurden die Untersuchungen experimentell umgesetzt.

²David Horst, Dr.-Ing. Qian Zhang,

Prof. Dr.-Ing. Eberhard Schmidt

¹Almuth D. Schwarz, Jörg Meyer, Prof. Dr.-Ing. Achim Dittler almuth.schwarz@kit.edu

Karlsruher Institut für Technologie, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Straße am Forum 8, 76131 Karlsruhe, Deutschland.

Bergische Universität Wuppertal, Institut für Partikeltechnologie, Rainer-Gruenter-Straße 21, 42119 Wuppertal, Deutschland.

In diesem zweiten Teil der Veröffentlichung werden exemplarische Ergebnisse beider Forschungsprojekte vorgestellt: Zunächst werden Aufbau und Ergebnisse zur Untersuchung von erhöhter relativer Feuchte (engl. relative humidity, RH), die über der Deliqueszenzfeuchte (DRH) von im Stoffsystem auftretenden hygroskopischen Salzpartikeln (HSP) liegt, beschrieben, insbesondere im Hinblick auf das Ablöseverhalten von Filterkuchen. Anschließend werden Versuchsaufbau und Ergebnisse zur Untersuchung eines mit HSP beladenen Oberflächenfilters, der einer höheren Wasserbeladung des Trägergases in Form von Wassertropfen ausgesetzt wird, geschildert.



2 Betrachtung von erhöhter relativer Feuchte – Einfluss auf das Ablöseverhalten des Filterkuchens

Abbildung 1. Schematische Darstellung des Versuchsstands. Ursprüngliche Komponenten des Filterprüfstands nach [5] sind in dunkelgrau, ergänzte Komponenten in hellgrau dargestellt. In Anlehnung an [3].

2.1 Experimenteller Aufbau und Methoden

In [1] wurden ausführlich die in einem Staubkuchen mit einem Anteil an HSP ablaufenden mikroskopischen Effekte und deren Auswirkung auf die Druckverlust-Zeit-Kurve (DZK) während des Be-/Entfeuchtungsvorgangs beschriebenen. Die dort gezeigte DZK ist charakteristisch und gilt für unterschiedliche Salzmengen im Staubkuchen mit unterschiedlich starker Ausprägung des Verlaufs [2]. Die Ergebnisse der mithilfe eines Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) durchgeführten Untersuchungen zu diesen mikroskopischen Effekten sind in [3,4] ausführlich beschrieben. Im Folgenden steht der Einfluss dieser Effekte wie der Restrukturierung und der Kohäsionserhöhung innerhalb des Staubkuchens auf dessen Ablöseverhalten bei der Regenerierung im Vordergrund.

Die hier gezeigten Untersuchungen wurden mithilfe eines Standard-Filterprüfstands nach VDI 3926-1, Typ 1 [5] durchgeführt, der um einige Komponenten ergänzt wurde (vgl. [4]). Bei den zusätzlichen Komponenten handelt es sich um einen Aerosolkanal, einen Aerosolgenerator (TSI Constant Output Atomizer, Model 3076), eine Befeuchtungseinrichtung, Feuchtesensoren sowie eine Trockenstrecke. Der Aufbau des Versuchsstands ist in Abb. 1 schematisch dargestellt. Die ursprünglichen Komponenten nach [5] sind in dunkelgrau, die ergänzten Komponenten in hellgrau abgebildet.

Die Versuchsdurchführung erfolgt in fünf Schritten: Aufbau eines primären Filterkuchens aus nicht löslichen Partikeln (NLP), Durchströmung des Filterkuchens mit einem trockenen Aerosol mit festen HSP, Befeuchtung und anschließende Trocknung sowie zum Schluss eine Regenerierung des Filters. Zunächst wird ein Staubkuchen ausschließlich aus NLP bis zu einem gewünschten Druckverlust bei einer definierten Filteranströmgeschwindigkeit von 5 cm s⁻¹ aufgebaut. Das Rohgas hierfür wird aus trockener Luft und dem Prüfstaub Ulmer Weiß XMF, einem fein gemahlenen Kalkstein ($x_{50,3} = 3 \,\mu\text{m}, x_{\text{mod},3} = 2 \,\mu\text{m}$) mit einer Konzentration von 5 g m^{-3} (± 5 %), erzeugt. Vor dem zweiten Schritt wird der Versuchsstand umgebaut. Der Aerosolkanal wird hierbei über eine Öffnung im Rohgaskanal bis vor den Filter herangefahren. Nach erfolgtem Umbau wird der vorhandene Filterkuchen aus NLP mit einem trockenen Aerosol mit festen HSP ($x_{50,3} = 1.8 \,\mu\text{m}$, $x_{\text{mod},3} = 0.5 \,\mu\text{m}$) bis zu einem gewünschten Gesamtdruckverlust durchströmt. Das Aerosol wird mittels Zerstäubung einer wässrigen NaCl-Lösung (50 g L⁻¹) mit anschließender Trocknung der Tröpfchen in der Flugphase erzeugt. Auf diese Weise werden Staubkuchen mit unterschiedlichem Anteil an NLP und HSP, jedoch mit möglichst gleichem Gesamtdruckverlust erzeugt. Die im Folgenden verwendeten Bezeichnungen der Proben (A Pa + B Pa) setzen sich aus dem Druckverlust des Staubkuchens aus NLP, der im ersten Schritt aufgebaut wird, inklusive des Druckverlusts durch das Filtermedium selbst (A) und dem zusätzlichen Druckverlust, der im zweiten Schritt durch die Abscheidung der festen HSP erzeugt wird (B), zusammen. Im dritten Schritt erfolgt die Befeuchtung des Staubkuchens bei regulierter Gasfeuchte der durchströmenden partikelfreien Luft. Die Luftströmung wird hierfür anteilig durch eine Blasensäule geleitet, so dass diese sich mit Wasserdampf sättigt. In einer Mischkammer am Einlass des Aerosolkanals wird dieser gesättigte Volumenstrom mit einem trockenen Luftvolumenstrom gemischt, um die gewünschte RH einzustellen. Anschließend erfolgt im vierten Schritt die Trocknung des Staubkuchens mit trockener Luft. Die Reingasabsaugung ist während der gesamten Zeit ununterbrochen eingeschaltet,

so dass die Filteranströmgeschwindigkeit durchgehend während jedes Schrittes bei 5 cm s^{-1} liegt. Im fünften und letzten Schritt erfolgt die Online-Druckstoßregenerierung des Filters. Der Aerosolkanal wird hierfür zurückgefahren, um den Ablösevorgang mittels Hochgeschwindigkeitskamera (5000 fps) aufzunehmen. Die Regenerierung erfolgt bei einem definierten Tanküberdruck von 1,5 bar und einer Ventilöffnungszeit von 60 ms elektrisch.

Als Filtermedien werden konditionierte Polyesternadelfilze mit zwei sich deutlich voneinander unterscheidenden Oberflächenausrüstungen verwendet. Zum einen wird ein weniger intensiv bearbeiteter Nadelfilz (Flächengewicht $m_{\text{gesengt}} = 550 \text{ gm}^{-2}$; mittlere Luftdurchlässigkeit LD_{gesengt} = 115 L/(100 cm²min) bei 200 Pa im Neuzustand) mit einer lediglich gesengten Filteroberfläche und zum anderen ein intensiv bearbeiteter Nadelfilz ($m_{\text{Membran}} = 500 \text{ gm}^{-2}$; LD_{Membran} = 70 L/(100 cm²min)) mit einer kalandrierten, mit e-PTFE-Membran beschichteten Oberfläche eingesetzt. Bei der Konditionierung werden neue, zunächst unbeladene Filtermedien unter gegebenen Rohgasbedingungen mit 100 Online-Druckstößen bei 5 bar Tanküberdruck im 10-Sekundentakt, und schließlich mit 3 abschließenden Offline-Druckstößen präpariert (vgl. [6]).

2.2 Exemplarische Ergebnisse und Diskussion

In Abb.2 sind typische Ablöseverhalten für verschiedene Staubkuchen abgebildet, die mittels Hochgeschwindigkeitskamera aufgenommen wurden. Da sowohl die Regenerierung als auch der Beginn der Aufnahmen manuell initiiert werden, wird als Start des Ablösevorgangs (t_0) die erste Aufnahme gewählt, auf der erste optisch erkennbare Änderungen (in Form einer Auswölbung des Filterkuchens) zum Ausgangsbild auszumachen sind. In Abb.2 gezeigt sind



Abbildung 2. Aufnahmen des Ablösevorgangs (Durchmesser der durchströmbaren Filtermittelronde 140 mm) zum Zeitpunkt $t_1 = t_0 + 100$ ms (t_0 entspricht dem Beginn des Ablösevorgangs) von Staubkuchen auf gesengten (a–c) sowie membranbeschichteten (d–f) Nadelfilzen ohne HSP (a, d), mit geringem (b, e) sowie hohem (c, f) Anteil an zusätzlichem Druckverlust durch HSP bei einem Regenerierungstanküberdruck von 1,5 bar.

Ausschnitte des kreisrunden Testfilters (Durchmesser der durchströmbaren Filtermittelronde 140 mm) zum Zeitpunkt $t_1 = 100$ ms nach Beginn des Ablösevorgangs ($t_1 = t_0 + 100$ ms). Im oberen Bereich der Abb. 2 sind die Bruchverhalten von Staubkuchen auf gesengten, im unteren die auf membranbeschichteten Nadelfilzen dargestellt. Um den Einfluss der genannten Effekte zu untersuchen, die zur Kohäsionserhöhung im Staubkuchen führen, werden Staubkuchen mit unterschiedlichem Anteil an HSP, d. h. einem zusätzlichen Druckverlust durch die Abscheidung von HSP von 0 Pa (Referenzmessung ohne HSP), 10 Pa, 20 Pa und 50 Pa aufgebaut.

Die als Referenz dienenden Aufnahmen der Versuche ohne HSP (Abb. 2a und 2d) werden, bis auf das Überspringen des zweiten Schritts, der Durchströmung des Filterkuchens mit einem trockenen Aerosol mit festen HSP, exakt gleich durchgeführt wie die Versuche mit einem Anteil an HSP im Staubkuchen. Der Vergleich der Referenzversuche der verschiedenen Filtermedien zeigt, dass bereits hier deutliche Unterschiede festzustellen sind. Dies hängt unter anderem auch damit zusammen, dass die Filtrationszeit bis zu dem definierten Druckverlust bei membranbeschichteten Filtern kürzer ist, was zu einer geringeren Staubflächenmasse bei gleichem Druckverlust im Vergleich zu gesengten Filtern führt ($W_{\text{Membran}} = 116.8 \text{ g m}^{-2}$; $W_{\text{gesengt}} = 172.4 \text{ g m}^{-2}$). Wie Zhang bereits in seiner Arbeit [7] zeigt, entstehen unter vergleichbaren Regenerierungsbedingungen eher größere Kuchenbruchstücke während der Ablösung eines dickeren Staubkuchens im Vergleich zur Ablösung eines dünneren Staubkuchens. Unabhängig vom Filtermedium ist jedoch deutlich zu erkennen, dass die Regenerierung bei den Referenzversuchen prinzipiell zu einer Vielzahl relativ kleiner Bruchstücke führt. Nur vereinzelt lösen sich Staubkuchenflächen in größeren zusammenhängenden Elementen ab. Zwischen diesen größeren Elementen sind jedoch auch

besonders kleine Kuchenbruchstücke auszumachen.

Da sich die Versuche mit geringeren Anteilen an HSP (10-20 Pa) sowohl im Bruchverhalten als auch im Ergebnis der Regenerierung für ein Filtermedium stark ähneln, sind hier (Abb. 2b und 2e) lediglich exemplarisch die Aufnahmen der Versuche mit einem zusätzlichen Druckverlust von 10 Pa durch die Abscheidung von HSP dargestellt. Bei den Versuchen mit geringem Anteil an HSP erfolgt die Ablösung des Staubkuchens über große Bereiche als zusammenhängende Struktur. Besonders kleine Kuchenbruchstücke entstehen hierbei kaum. Insbesondere bei den membranbeschichteten Filtern löst sich der Staubkuchen als nahezu vollständig zusammenhängende Scheibe vom Filtermedium ab.

Im Kontrast hierzu stehen die Versuche mit einem höheren Anteil an HSP (Abb. 2c und 2f), die einen zusätzlichen Druckverlust von 50 Pa ausmachen. Die Ablösung von den membranbeschichteten Filtern erfolgt auch hier als großes zusammenhängendes Element. Lediglich einzelne kleinere Bereiche brechen aus der Fläche als kleinere Kuchenstücke heraus. Beim gesengten Filtermaterial hingegen zerbricht der Staubkuchen bei der Regenerierung in mehrere mittelgroße Bruchstücke. Die kleinsten Bruchstücke sind wesentlich größer als die kleinen Bruchstücke bei der Referenzmessung oder auch als die bei geringem Anteil an HSP. Größere zusammenhängende Bereiche, die sich als Ganzes ablösen, sind hier nicht auszumachen.

Die Unterschiede im Bruchverhalten zeigen deutlich, dass die Strukturänderung des Filterkuchens durch die beschriebenen Effekte einen wesentlichen Einfluss auf den Ablösevorgang haben. Für geringe Anteile an HSP ist für beide Filtermedien eine Erhöhung der zusammenhängenden Bruchflächen festzustellen. Dies lässt sich auf die genannte Bildung von Feststoffbrücken zurückführen. Die Restruk-

turierungsvorgänge im Staubkuchen erfolgen bis zu einem bestimmten Anteil an HSP offenbar so, dass eine gleichmäßige Kohäsionserhöhung über die gesamte Fläche des Staubkuchens erreicht wird. Ab einem bestimmten Anteil an HSP wird die Restrukturierung im Staubkuchen eine Grenze überschreiten, ab der die intensivere Clusterbildung zu einer im Ergebnis ungleichmäßigen Kohäsionserhöhung im Staubkuchen führen kann. Ursachen hierfür sind die mögliche Bildung von Mikrorissen in lokalen Bereichen des Staubkuchens durch intensiveres Zusammenziehen der entstandenen Cluster, deren Gestalten sich mit zunehmender Menge an gebildeter Salzlösung ständig ändern. Des Weiteren ist es möglich, dass salzhaltige Partikel-Cluster zu einer lokalen Erhöhung der Adhäsion zur Filtermedienoberfläche führen. Beide Mechanismen begünstigen einen Bruch des Staubkuchens an diesen Stellen beim Ablösevorgang.

Die unterschiedlichen Bruchverhalten der Staubkuchen während der Druckstoßregenerierung führen wiederum zu unterschiedlichen Regenerierungsergebnissen. Diese werden anhand des nach Gl. (1) berechneten massenbezogenen Regenerierungsgrads R_m miteinander verglichen. Hierbei wird die Filterkuchenmasse nach der Regenerierung durch Wägung des Filters vor und nach der Versuchsdurchführung ermittelt. Die Filterkuchenmasse vor der Regenerierung wird anhand des durch den Filterkuchen erzielten zusätzlichen Druckverlusts berechnet, wobei die Masse an HSP vernachlässigbar gering ist.

$$R_{\rm m} = 1 - \frac{\text{Filterkuchenmasse nach der Regenerierung}}{\text{Filterkuchenmasse vor der Regenerierung}}$$
(1)

Zum Vergleich sind die erreichten mittleren massenbezogenen Regenerierungsgrade für die beiden Filtermedien und für variierende Anteile an HSP in Tab. 1 (Anzahl Wiederholungsmessungen N > 3) gegenübergestellt.

Abb. 3 zeigt die erreichten Regenerierungsergebnisse zu den in Abb. 2 dargestellten Vorgängen anhand ausgewählter Aufnahmen. Bei den Abbildungen handelt es sich um eine vergrößerte Darstellung der jeweiligen finalen Aufnahmen. Die gezeigten Bildausschnitte entsprechen einem Viertel der Filterfläche, die in Abb. 2 dargestellt ist.

Bei den Referenzversuchen ohne HSP (Abb.3a und 3d) zeigt sich für beide Filtermedien ein ähnliches Bild bezüg-

 Tabelle 1. Vergleich der massenbezogenen Regenerierungsergebnisse für Filtermedien mit verschiedenen Oberflächenausrüstungen für variierende Anteile an HSP im Filterkuchen.

Filteroberflächenausrüstung		gesengt		membranbeschichtet	
		Mittelwert [%]	Standardab- weichung [%]	Mittelwert [%]	Standardab- weichung [%]
zusätzlicher Druckverlust durch HSP	0 Pa	82,6	1,95	81,6	2,96
	10 Pa	91,4	1,67	98,1	1,36
	20 Pa	93,4	3,22	98,4	0,53
	50 Pa	74,3	17,68	99,0	1,28



Abbildung 3. Aufnahmen der Regenerierungsergebnisse von gesengten (a–c) sowie membranbeschichteten (d–f) Nadelfilzen ohne HSP (a, d), mit geringem (b, e) sowie hohem (c, f) Anteil an zusätzlichem Druckverlust durch HSP bei einem Regenerierungstanküberdruck von 1,5 bar im Vergleich. Dargestellt ist jeweils ein Viertelkreis der Filterrondenfläche.

lich des Staubkuchen-Rückstands. Auf den Filtern bleibt eine Vielzahl an kleinen Kuchenstücken, sogenannte Patches, über die gesamte Filterfläche verteilt zurück. Bei den Versuchen mit gesengten Nadelfilzen erscheinen die zurückbleibenden Patches sowie die freien Filterflächen als etwas größere Elemente im Vergleich zu den Patches bzw. den freien Flächen aus den Versuchen mit membranbeschichteten Filtern, was den in Abb.2a und 2d dargestellten Momentaufnahmen während der Regenerierung entspricht.

Ein deutlich anderes Bild ist nach der Regenerierung der Filter mit einem relativ geringen Anteil an HSP (Abb.3b und 3e) zu beobachten – die Regenerierungsergebnisse fallen hier bei den beiden Filtermedien deutlich besser aus. Auf den gesengten Nadelfilzen sind große Flächen vollständig von der Partikelschicht befreit. Nur einige kleine Patches bleiben auf der Filteroberfläche haften. Die Ergebnisse der membranbeschichteten Filter stechen besonders hervor – die Filteroberfläche ist nach der Regenerierung nahezu vollständig vom Staubkuchen befreit.

Zwischen den beiden Filtermedien zeigt sich der größte Unterschied in den Regenerierungsergebnissen bei einem relativ hohen Anteil an HSP (Abb. 3c und 3f). Für membranbeschichtete Filter ergibt sich ein eindeutiges Bild (Abb. 3f), bei dem der Großteil der Filterfläche vom Staubkuchen befreit wurde. In allen Versuchen erfolgte bis auf das Zurückbleiben kleiner vereinzelter Patches eine nahezu vollständige Regenerierung des Filters. Für gesengte Nadelfilze ergab sich häufig ein Regenerierungsbild, wie es in Abb. 3c zu sehen ist: große Patches verbleiben auf dem Filter, während andererseits große zusammenhängende Bereiche frei von Patches sind. Die Menge der verbleibenden Patches variiert dabei stark von Versuch zu Versuch. In einzelnen Fällen gelingt es hier auch, das gesengte Filtermedium nahezu vollständig vom Staubkuchen zu befreien, was dem Ergebnis der membranbeschichteten Filter ähnelt (vgl. Abb. 3f).

Zwei mögliche Faktoren in ihrer Zusammenwirkung können hier hauptverantwortlich zu den unterschiedlich ausgefallenen Regenerierungsergebnissen bei gesengten Nadelfilzen führen. Zum einen liegt es an der Oberflächenbeschaffenheit der gesengten Nadelfilze: Es ist bekannt, dass weniger intensiv bearbeitete Nadelfilze einer höheren Inhomogenität im Hinblick auf die Oberflächenbeschaffenheit unterliegen. Aufgrund größerer Poren im oberflächennahen Bereich der Anströmseite des Filtermediums ist die Anfangsphase der Filtration hier durch einen größeren Anteil an "Tiefenfiltration" definiert als bei membranbeschichteten Filtern. Dadurch ist der Staubkuchen stellenweise stärker im Filtermedium verankert. Die membranbeschichteten Filter sind von ihrer Oberflächenstruktur her hingegen eher homogen-glatt und weisen eine geringere Höhendifferenz im Profil auf als die gesengten Nadelfilze. Dies betrifft sowohl Flächenbereiche innerhalb eines Testfilters als auch Flächenbereiche des Filtermediums als Meterware, aus der die untersuchten Testfilter ausgeschnitten werden. Daraus können unterschiedliche und inhomogenere Verteilungen von Haftkräften bei Staubkuchen auf den gesengten Nadelfilzen resultieren [8]. Zum anderen kann, wie zuvor beschrieben, die mit der höheren Salzmenge einhergehende intensivere Clusterbildung während der Restrukturierung des Staubkuchens zu einer zwar stärkeren, jedoch inhomogeneren Kohäsionserhöhung im Staubkuchen führen. Diese beiden Faktoren wirken bei der Regenerierung gleichzeitig und begünstigen die Bildung von mehr Bruchstücken während des Ablösevorgangs. Des Weiteren sind bei gesengten Nadelfilzen eine gewisse Menge an herausstehenden Fasern vorhanden, die in einem ausgebildeten Staubkuchen in der Kuchenstruktur eingebettet sind. Das führt zur lokal erhöhten Hemmung des Abwurfs der Kuchenbruchstücke. Mit der Erhöhung des Anteils an HSP steigt auch die Möglichkeit der Ausbildung von Feststoffbrücken zwischen NLP und diesen Fasern - eine erhöhte Anhaftung von Staubkuchenbereichen ist denkbar. Diese Bereiche können nach der Regenerierung bevorzugt als gelockerte, jedoch nicht abgelöste Patches zurückbleiben.

3 Betrachtung von Wassertropfen – Einfluss auf Umlagerung, Transport und Penetration von Material

3.1 Experimenteller Aufbau und Methoden

Wenn nun ein Filter mit löslichem Filterkuchen aus Salz einer erhöhten Menge an Wasser ausgesetzt wird, ändern sich nicht nur die Haftkräfte zwischen den Partikeln, es kann dann auch zu makroskopischem Stofftransport von Partikelmaterial kommen. Drei Transportmechanismen können dabei auftreten: Die anströmseitige Umlagerung der Partikeln, die Strukturänderung des Filtermediums durch gelöstes Partikelmaterial, das ins Filtermedium penetriert und dort kristallisiert, und der Stofftransport von gelöstem Salz durch das Filtermedium hindurch. Alle drei Mechanismen sind ausführlich im ersten Teil dieser Publikation [1] beschrieben. Es folgen exemplarische Ergebnisse einer experimentellen Untersuchung der identifizierten Mechanismen durch die Beaufschlagung eines Filters mit löslichem Filterkuchen mit Wassertropfen.

Ausgangsbasis für die hier gezeigten Ergebnisse bilden bereits bekannte Untersuchungen zum Einfluss von Wassertropfen auf das Betriebsverhalten von mit HSP beladenen Filtern bei geringerer Wasserbeaufschlagung [9, 10]. Die Filter wurden bei niedriger RH < 10 % mit unterschiedlichen submikronen Salzpartikeln beladen und anschließend Wassertropfen bzw. in Referenzversuchen erhöhter RH ohne Tropfen ausgesetzt. Durch kurzeitige Beaufschlagung mit geringer Wassermenge wurde zunächst die oberflächennahe Umlagerung der HSP beobachtet. Eine Gesamtanalyse der auftretenden Mechanismen auch bei höheren integralen Wasserbeaufschlagungen erforderte nun den Aufbau eines neuen Filterprüfstands in größerem Maßstab. Der für die hier gezeigten Untersuchungen ausgelegte Filterprüfstand

Chemie

Ingenieur

Technik

ermöglicht eine zeitlich unbegrenzte Tropfenbeaufschlagung durch gezieltes Abtrennen eines auftretenden Wandfilms auf der Rohgasseite des Filters und eine zeitaufgelöste Erfassung des Drainageabflusses. Die im Vergleich zu den bisherigen Untersuchungen vergrößerte Filterkammer mit größerer Filterfläche erlaubt zudem eine einfachere optische Beobachtung des Filters während der Beaufschlagung mit Wassertropfen. Der Prüfstand besteht aus drei Teilbereichen: Salz-Aerosolerzeugung, Wasser-Aerosolerzeugung und Filterkammer (Abb. 4).



Abbildung 4. Foto und schematische Darstellung des Versuchstands, bestehend aus drei Teilbereichen; Partikelgenerator (1), Wasser-Aerosolerzeugung, bestehend aus Blasensäule (2a) und Nebelkammer (2b), und Filterkammer (3).

Mit einem Aerosolgenerator (AGK 2000, Palas GmbH) wird mittels Zerstäubung einer $10 \text{ g L}^{-1} \text{ K}_2\text{SO}_4\text{-Lösung}$, nachfolgender Trocknung der Lösungstropfen in der Flugphase in einem Diffusionstrockner (DDU 570/H, Topas GmbH) und anschließender Verdünnung mit partikelfreier Luft ein Salzaerosol generiert. Die Beladung des Filtermediums mit den so erzeugten Salzpartikeln ($x_{50,3} = 295 \text{ nm}$) findet bei RH < 15 % statt.

Für die Erzeugung eines stabilen, feinen Wassertropfenaerosols durchläuft ein zunächst trockener, partikelfreier Luftstrom eine Blasensäule und wird so gesättigt. Die Blasensäule ist für eine Regelung der Temperatur der Wassersäule mit einem Thermostat und einem Thermoelement zur Temperaturerfassung der Wassersäule ausgestattet. Anschließend durchströmt der gesättigte Luftstrom eine Nebelkammer, in der feine Tropfen ($x_{50,0} \approx 3 \,\mu$ m) durch Zerstäubung von demineralisiertem Wasser mit einer Einstoffdüse erzeugt werden. Die Wassertropfen werden von dem gesättigten Luftstrom mit einem Volumenstrom von flüssigem Wasser von 0,078 mL min⁻¹ an den Filter getragen. An den Wänden der Nebelkammer abgeschiedene Tropfen laufen am Boden der Kammer in einen Auffangbehälter ab.

Die Filterkammer, die speziell für diese Anwendung entworfen wurde, ist mit einer Wandfilmfalle unmittelbar vor dem Filtermedium, einem Drainage- und einem separaten Re-Entrainment-Abfluss ausgestattet. Sie erlaubt den Einbau einzelner Filterronden mit einer aktiven Anströmfläche von 100 cm². Temperatur- und Feuchtesensoren sind im Abluftstrom unmittelbar hinter der Filterkammer installiert.

Als Testfilter dienen hydrophile wasserstrahlverfestigte Spinnvliese aus PES/PA-Mikrofilamenten, die im ersten Schritt bei einer Anströmgeschwindigkeit von 3,5 cm s⁻¹ differenzdruckgesteuert bis zu einem Gesamtdruckverlust von 1000 Pa (entspricht einer Salzflächenmasse von 19 g m⁻²) mit K₂SO₄-Partikeln beladen werden. Im zweiten Schritt werden die Filter mit erhöhtem Wassergehalt und einer Anströmgeschwindigkeit von 3,5 cm s⁻¹ beaufschlagt. Dabei wird zwischen einer Versuchsreihe mit tropfenfreier, gesättigter Luft (RH = 100 %) ohne Wassertropfen und einer Versuchsreihe mit Wassertropfen in gesättigter Luft unterschieden. Die Versuche mit RH = 100 % ohne Tropfen werden bis auf den Einsatz der Einstoffdüse exakt gleich durchgeführt. Die Beaufschlagung ist zunächst zeitlich auf 30 min begrenzt, was bei der Beaufschlagung mit Tropfen-Aerosol einer flüssigen Wasserbeladung von absolut 234 g m⁻² nach 30 min entspricht. Abschließend erfolgt die Trocknung aller Filter mit einem trockenen, partikelfreien Luftstrom bei konstanter Anströmgeschwindigkeit von 3,5 cm s⁻¹. Um die Filter vor unkontrolliertem Feuchteeinfluss zu schützen, werden sie während des Versuchs nicht aus der Filterkammer genommen. Die Konditionierung aller Filter erfolgt nach Versuchsende in einem Raum bei definierter Feuchte (RH = 40%) und Temperatur $(20\degree C)$ über einen Zeitraum von 24 h. Eine Wägung der Filter und eine abschließende Untersuchung mit Rasterelektronenmikroskop (REM) folgen. Eine Reihe von Referenzfiltern wird bis 1000 Pa beladen, direkt nach der Partikelbeladung ausgebaut und konditioniert, um anschließend die Masse des Filterkuchens gravimetrisch zu ermitteln sowie Referenzbilder mit REM zu bestimmen.

3.2 Exemplarische Ergebnisse und Diskussion

Auf makroskopischer Ebene hat die Beaufschlagung eines mit löslichen K₂SO₄-Partikeln beladenen Filters mit hoher Feuchte bzw. flüssigen Wassertropfen einen erheblichen Einfluss auf das Betriebsverhalten des Filters. Der Verlauf der DZK während der Beladung, Erhöhung des Wassergehalts und Trocknung des Filters ist in Abb. 5 dargestellt.

Während der Beladung des Filters mit Salzpartikeln bei RH < 15 % zeigt sich nach einer kurzen Phase der Tiefenfiltration und Brückenbildung der für Oberflächenfilter



Abbildung 5. DZK und Verlauf der RH im Reingas während der Salzbeladung mit K_2SO_4 , der Beaufschlagung mit RH bis zu 100 % bzw. mit Wassertropfen und anschließender Trocknung bei einer Anströmgeschwindigkeit von 3,5 cm s⁻¹.

typische lineare Anstieg bis 1000 Pa erreicht sind. Mit dem anschließenden Anstieg der Feuchtigkeit nach der Staubkuchenbildung beginnt die Deliqueszenzphase. Die Restrukturierung des Staubkuchens führt, wie auf mikroskopischer Ebene beschrieben, zur Reduktion des Durchströmungswiderstands des Staubkuchens, und damit zum Abfall der DZK (von ursprünglich 1000 Pa auf ca. 80 Pa). Die DZK sinkt bei Beaufschlagung mit RH = 100 % über eine Dauer von 30 min. Bei Beaufschlagung mit Wassertropfen sinkt sie deutlich schneller innerhalb von weniger als 5 min.

Bei geringem Flüssigkeitseintrag in den Filtrationsprozess durch erhöhte RH oder geringe Mengen an Tropfen ist die Gesamtmenge an Flüssigkeit auf dem Filter durch die Salzmenge im System, die in Lösung übergeht, begrenzt. Dies spiegelt sich in einer niedrigen DZK wider.

Bei weiterer Beaufschlagung mit Wassertropfen wird zusätzliche Flüssigkeit mit konstanter Rate an den Filter getragen. Durch das die Penetration von Flüssigkeit durch das hydrophile Filtermedium zeigt sich ein langsamer Anstieg in der DZK, die erst nach 30 min Beaufschlagung durch die abschließende Trocknung wieder absinkt. Die aufgezeichnete RH zeigt in der Trocknungsphase einen steilen linearen Ab-

fall auf RH < 20 %. Ein charakteristischer nichtlinearer Abfall mit einem Rastpunkt während der Trocknung – der durch das Effloreszieren des Salzes zu erwarten ist und der bei Salzen mit niedrigerer DRH eindeutig erkennbar wäre [10, 11] – findet sich bei K₂SO₄ nicht. Durch die hohe DRH von 97 % für K₂SO₄ fällt dieser Rastpunkt mit dem Beginn des RH-Abfalls bei der Trocknung zusammen.

Die REM-Aufnahmen der getrockneten Filter lassen Rückschlüsse auf die Ursache des veränderten Betriebsverhaltens zu. Abb. 6 zeigt REM-Aufnahmen der Anströmseite von – mit K₂SO₄-Partikeln beladenen – Filtern direkt nach der Beladung sowie jeweils nach Beaufschlagung mit RH = 100 % bzw. mit Wassertropfen.

Auf mikroskopischer Ebene zeigt sich, dass durch die Beladung mit K₂SO₄-Partikeln bis 1000 Pa ein geschlossener Filterkuchen mit dendritischen Strukturen auf der Anströmseite des Filters geformt wird (Abb. 6, 1a und 1b). Einzelne, anströmseitig herausragende Fasern sind dabei zwar ebenfalls beladen, jedoch noch nicht vollständig im Staubkuchen eingebettet. Durch Beaufschlagung mit RH = 100 % kollabieren die Dendritenstrukturen (Abb. 6, 2a und b). Im Gegensatz zur Beaufschlagung mit erhöhter RH, nach der einzelne ursprüngliche Partikeln erkennbar bleiben, bilden sich durch die Beaufschlagung mit Wassertropfen Salzkrusten, die einzelne Fasern auf der Anströmseite umschließen (Abb. 6, 3a und b). Diese Mechanismen der Umlagerung des Salzes auf der Anströmfläche des Filters spiegeln sich im sinkenden Druckverlust zu Beginn der Wasserbeladung (vgl. Abb. 5) wider. Diese charakteristischen Ergebnisse wurden zuvor schon mit NaCl auf einem hydrophoben Glasfasermedium gefunden [9] und können auf unterschiedliche Stoffsysteme übertragen werden [10].

Eine gravimetrische Analyse der mit erhöhtem Wassergehalt (in Form von RH oder Wassertropfen) beaufschlagten Filtermedien ergibt, dass während der Versuche mit kurzzeitiger Beaufschlagung (30 min) kein Salz die Filter verlassen hat. Ein anderes Bild zeigt sich nach Erhöhung der Beaufschlagungsdauer und damit der integral aufgegebenen Menge flüssigen Wassers. Abb. 7 zeigt einen Ausschnitt der DZK des Testfilters und die dazugehörigen Ergebnisse der gravimetrischen Analyse.

Nach andauernder Beaufschlagung mit Wassertropfen über einen längeren Zeitraum zeigt sich nach 50 min ein sprunghafter Anstieg der DZK. Kurz darauf setzt die Drainage ein. Bei fortdauernder Beaufschlagung über einen Zeitraum von weiteren 70 min tritt Lösung als Drainage aus dem Filter. Dabei ist die Drainagerate nahezu gleich zur Anlieferrate von flüssigem Wasser an den Filter von 0,078 mL min⁻¹. Die gravimetrische Analyse des Filters nach anschließender Trocknung zeigt einen Massenverlust von



Abbildung 6. REM-Aufnahmen der Anströmseite des beladenen Filtermediums 1) mit trockenem K₂SO₄-Filterkuchen (entsprechend 1000 Pa) ohne Beaufschlagung mit Feuchte oder Wassertropfen (WT), 2) nach Beaufschlagung mit Feuchte und anschließender Trocknung und 3) nach Beaufschlagung mit Wasser und anschließender Trocknung.



Abbildung 7. DZK eines K_2SO_4 -beladenen hydrophilen Oberflächenfilters ab dem Start der Beaufschlagung mit Wassertropfen (WT) bei t = 0 (a), und Ergebnisse der Wägung des Filters (b).

28 % bezogen auf die Staubkuchenmasse unmittelbar nach der trockenen Beladung.

Wie bereits bei einer kurzzeitigen Beaufschlagung mit Wassertropfen beobachtet, erfolgt zunächst ein schneller Abfall der DZK durch das Kollabieren des Filterkuchens, gefolgt von einem langsamen Anstieg des Differenzdrucks. Der steile Anstieg nach 50 min Beaufschlagungsdauer resultiert aus der Bildung eines Flüssigkeitsfilms, der sich bei dem benetzbaren Medium auf der Abströmseite des Filters ausbildet. Dieser Verlauf ist aus der Ölnebelfiltration bekannt und wird dort durch das Kanal-Film-Modell beschrieben [12]. Der Filter wiegt nach längerer Drainage und Trocknung abschließend 53 mg weniger als die gleich beladenen Referenzfilter ohne Beaufschlagung mit hoher RH. Dieser Massenverlust weist auf die Penetration von anfänglich festem, abgeschiedenem Salz durch den Filter (in gelöster Form) und dessen Durchtritt auf die Reingasseite hin. Als Auswirkung dieses Transportmechanismus wurde in der während der Versuche ablaufenden Drainageflüssigkeit gravimetrisch eine Gesamtmenge von 40 mg Salz nachgewiesen. Zusätzlich zeigte die optische Beobachtung der Abströmseite mit einer Kamera die Filmbildung sowie eine vermehrte Blasenbildung, was ein aus der Ölnebelfiltration bekannter Ursprung von Re-Entrainment ist. Auf eine detaillierte - zeitaufgelöste - Analyse des Mechanismus der vollständigen Penetration wird an dieser Stelle verzichtet und auf folgende Publikationen verwiesen.

Die Untersuchung der Querschnitte mit REM ergeben keine merklichen Salzablagerungen im Inneren der Filtermedien, was zunächst darauf schließen lässt, dass der zweite vorgestellte Mechanismus, die Beeinflussung der Filterstruktur durch Ablagerungen im Inneren des Filtermediums, bei dem hier untersuchten Stoffsystem und den gegebenen Betriebsbedingungen eine untergeordnete Rolle spielt.

4 Zusammenfassung und Ausblick

Die Gegenüberstellung der zwei Forschungsvorhaben zum Zusammenwirken von Wasser im Trägergas und löslichen Bestandteilen im Filterkuchen zeigt auf, wie vielschichtig der Einfluss eines erhöhten Wassergehalts in Anwesenheit löslicher Bestandteile im Filterkuchen auf den Filtrationsbetrieb ist.

Im Forschungsvorhaben zur Untersuchung der Änderung der Struktur des Staubkuchens werden Staubkuchen aus NLP mit einer Fraktion HSP auf Filtermedien mit unterschiedlicher Oberflächenausrüstung aufgebaut. Es folgt eine Befeuchtung des Staubkuchens mittels eines tropfenfreien Gasstroms mit einer RH oberhalb der DRH der eingesetzten HSP und einer anschließenden Trocknung bei einer RH unterhalb der ERH. Anhand von DZK werden makroskopische Auswirkungen der mikrostrukturellen Änderungen an einem Filterprüfstand untersucht. Mithilfe von Aufnahmen einer Hochgeschwindigkeitskamera wird das Ablöseverhalten während der Druckstoßregenerierung und mittels optischer und gravimetrischer Analysen der Einfluss auf das resultierende Regenerierungsergebnis ermittelt. Es zeigt sich, dass eine Restrukturierung im Staubkuchen erfolgt, die mit einer Änderung der Kohäsion im Staubkuchen einhergeht. Damit besteht das Potenzial, durch gezielte Beeinflussung der RH die Kohäsion eines Staubkuchens mit Anteilen löslicher Bestandteile die Regenerierung von Filtermedien bei gleichbleibendem Energieeintrag zu verbessern bzw. den benötigten Energieeintrag zu reduzieren. Des Weiteren zeigen die Untersuchungsergebnisse, dass ein filterspezifisches Optimum der zudosierten Salzmenge unter gegebenen Filtrationsbedingungen sehr wohl existiert. Hierzu sind genaue Kenntnisse über die oberflächennahe Struktur des Filtermediums und des daraus resultierenden Aufbaus des Primärstaubkuchens entscheidend.

Im Forschungsvorhaben zur Untersuchung des Stofftransports von löslichen Partikeln durch Wasser in der Oberflächenfiltration werden mit K₂SO₄ beladene Filterronden mit Wassertropfen beaufschlagt. Mit DZK, REM-Aufnahmen sowie gravimetrischer Analyse werden die Umlagerung und der Stofftransport von löslichem Material durch den Filter resultierend in einer Drainage bzw. in Re-Entrainment untersucht. Im letzten Fall kann damit bereits abgeschiedenes Partikelmaterial aus dem Filterkuchen auf die Reingasseite gelangen. Die zwei Forschungsprojekte zeigen auf, dass das Zusammenspiel von RH und Wassertropfen mit Salzen im Sinne einer technischen Nutzung abhängig der Beaufschlagungsdauer sowohl einen positiven Einfluss hinsichtlich einer verbesserten Regenerierung als auch einen negativen Einfluss in Form des Transports bereits abgeschiedener Partikeln auf die Reingasseite haben kann. Im weiteren Verlauf der Forschungsarbeiten ist es von Interesse, den Einfluss der Benetzbarkeit des Filtermediums sowie (weitere) Mischanteile von Partikelkollektiven aus löslichen und unlöslichen Partikeln zu untersuchen.

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Förderung im Rahmen der Projekte 406085079 und 281470635. Open Access Veröffentlichung ermöglicht und organisiert durch Projekt DEAL.

Formelzeichen

c _{Salzlösung}	$[g L^{-1}]$	Konzentration der Salzlösung
LDgesengt	$[L/(100 \text{ cm}^2 \text{min})]$	Luftdurchlässigkeit des
0 0		gesengten Nadelfilzes
LD _{Membran}	$[L/(100 \text{ cm}^2 \text{min})]$	Luftdurchlässigkeit des
		membranbeschichteten
		Nadelfilzes
Δm	[mg]	Massendifferenz
mgesengt	$[g m^{-2}]$	Flächengewicht des gesengten
		Nadelfilzes
m _{Membran}	$[g m^{-2}]$	Flächengewicht des
		membranbeschichteten Na-
		delfilzes
R _m	[-]	massenbezogener Regenerie-
		rungsgrad
u	$[cm s^{-1}]$	Anströmgeschwindigkeit
Wgesengt	$[g m^{-2}]$	Staubflächenmasse im Fall
		des gesengten Nadelfilzes
W _{Membran}	$[g m^{-2}]$	Staubflächenmasse im Fall
		des membranbeschichteten
		Nadelfilzes
<i>x</i> _{50,0}	[µm]	anzahlbezogener Medianwert
		der Größenverteilung
<i>x</i> _{50,3}	[µm]	volumen- bzw.
		massenbezogener Median-
		wert der Größenverteilung
$x_{\text{mod},3}$	[µm]	volumen- bzw.
		massenbezogener Modalwert
		der Größenverteilung

Abkürzungen

DRH	Deliqueszenzfeuchte
DZK	Druckverlust-Zeit-Kurve
ERH	Effloreszenzfeuchte

- ESEM Environmental Scanning Electron Microsope
- HSP hygroskopische Salzpartikeln
- NLP nicht lösliche Partikeln
- REM Rasterelektronenmikroskop
- RH relative Luftfeuchtigkeit WT Wassertropfen
- WT Wassertropfen

Literatur

- A. D. Schwarz, D. Horst, J. Meyer, Q. Zhang, A. Dittler,
 E. Schmidt, *Chem. Ing. Tech.* 2022, 94, (8), in press. DOI: https:// doi.org/10.1002/cite202100158
- [2] D. Horst, Q. Zhang, E. Schmidt, Influence of the deliquescence and efflorescence of hygroscopic salt particles on the performance of surface filters in *Conference Proceedings FILTECH* 2019, G03-3.
- [3] D. Horst, Q. Zhang, E. Schmidt, Deliqueszenz und Effloreszenz hygroskopischer Salzpartikeln in Partikel-Wand- und Partikel-Partikel-Kontakten, *Chem. Ing. Tech.* 2019, 91 (1–2), 46–54.
- [4] D. Horst, Q. Zhang, E. Schmidt, Deliquescence and efflorescence of hygroscopic salt particles in dust cakes on surface filters, *Chem. Eng. Technol.* 2019, 42 (11), 2348–2357.
- [5] VDI-Richtlinie 3926 Blatt 1, Pr
 üfung von Filtermedien f
 ür Abreinigungsfilter: Standardpr
 üfung zur vergleichenden Bewertung von abreinigbaren Filtermedien, Beuth Verlag, Berlin 2004.
- [6] Q. Zhang, E. Schmidt, Methodisches Vorgehen bei experimentellen Untersuchungen zur Oberflächenfiltration mit flexiblen Filtermedien an einer genormten Labor-Filterprüfapparatur, *Chem. Ing. Tech.* 2012, 84 (7), 1114–1120. DOI: https://doi.org/ 10.1002/cite.201100215
- [7] Q. Zhang, Partikelschichtablösung unter Beachtung transienter kinetischer Effekte – neuer Ansatz zur Modellierung mit Exkurs zur Post-Coat-Filtration, Dissertation Universität Wuppertal, Shaker Verlag, Aachen 2011.
- [8] Q. Zhang, D. Horst, E. Schmidt, Evaluation of tensile adhesion strength in simulated dust cakes on fabric filters, *Chem. Eng. Technol.* 2021, 44 (2), 359–364.
- [9] A. D. Schwarz, L. König, J. Meyer, A. Dittler, J. Aerosol Sci. 2020, 142, 105523. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jaerosci.2020.105523
- [10] A. D. Schwarz, J. Meyer, A. Dittler, Sep. Purif. Technol. 2021, 259, 118128. DOI: https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.118128
- [11] E. J. Freney, S. T. Martin, P. R. Buseck, *Aerosol Sci. Technol.* 2009, 43 (8), 799–807. DOI: https://doi.org/10.1080/ 02786820902946620
- [12] D. Kampa, S. Wurster, J. Buzengeiger, J. Meyer, G. Kasper, Int. J. Multiphase Flow 2014, 58, 313–324. DOI: https://doi.org/10.1016/ j.ijmultiphaseflow.2013.10.007

DOI: 10.1002/cite.202100213

Auswirkungen eines erhöhten Wassergehalts auf lösliche Staubkuchenbestandteile in der Oberflächenfiltration – Teil 2: Experimentelle Untersuchungen

Almuth D. Schwarz*, David Horst, Jörg Meyer, Qian Zhang, Achim Dittler, Eberhard Schmidt

Research Article: Ein optimaler, ressourcenschonender Einsatz von Oberflächenfiltern in der Gasreinigung setzt das Verstehen grundlegender auftretender Prozesse am Filter voraus. Im zweiten Teil der Publikation werden experimentelle Untersuchungen zum Einfluss des Wassergehalts auf lösliche und unlösliche Partikeln im Filterkuchen vorgestellt.

