

# **Untersuchungen zur Dünnschichtfiltration mit Polymermembranen**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN

von der KIT-Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik des  
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)  
genehmigte

DISSERTATION

von  
Dipl.- Ing. Zihim Lam  
aus Ingolstadt

Tag der mündlichen Prüfung: 06.12.2021

Erstgutachter: Prof. Dr.-Ing. Hermann Nirschl

Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. Clemens Posten



# Danksagung

Diese Arbeit entstand während meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM) des Karlsruher Institut für Technologie (KIT).

Besonderen Dank gilt an erster Stelle meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Hermann Nirschl. Er gab mir die Möglichkeit an seinem Institut zu promovieren und unterstützte mich durch konstruktive Diskussionen, Anregungen und gab mir zudem Freiheit bei der Ausgestaltung meiner Arbeit sowie eine sehr angenehme Arbeitsatmosphäre. Ich danke Ihnen hierfür sehr.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Clemens Posten danke ich für die freundliche Übernahme des Korreferats und das damit verbundene Interesse an meiner Arbeit.

Herrn Dr.-Ing. Harald Anlauf danke ich für die vielen fachlichen Ratschläge und konstruktiven Diskussionen aus denen tolle Ideen entstanden sind.

Ebenso möchte ich mich für die Unterstützung aus Werkstätten und der Technikergruppe bedanken, die mir zudem schnell zur Seite standen, wann immer etwas dringend benötigt wurde. Dafür danke ich Richard Ullrich und Thomas Reutter für ihre Hilfe und Unterstützung bei der Realisierung der Versuchsaufbauten.

Ferner richtet sich mein Dank an meine ehemaligen Studenten, die mich durch zahlreiche Bachelor- und Masterarbeiten unterstützt und zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Meinen Kolleginnen und Kollegen am MVM danke ich für die wunderbare, produktive und erinnerungsreiche Zeit sowie die vielen lebhaften Diskussionen.

Meiner Familie danke ich für die bedingungslose Unterstützung und Motivation während der gesamten Arbeit.

Karlsruhe, Juli 2020

Zihim Lam



# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Motivation .....	1
1.2	Zielsetzung der Arbeit.....	3
2	Theoretische Grundlagen .....	7
2.1	Kuchenfiltrationstheorie.....	7
2.1.1	Inkompressible Haufwerke .....	7
2.1.2	Kompressible Haufwerke.....	9
2.2	Vakuumtrommelfilter .....	12
2.2.1	Kuchenbildung am Vakuumtrommelfilter .....	12
2.2.2	Kuchenabnahme am Vakuumtrommelfilter.....	16
2.3	Fouling von Membranen .....	18
2.4	Reinigung von Membranen .....	21
3	Material, Methoden und Apparaturen .....	29
3.1	Membrancharakterisierung.....	29
3.2	Probenvorbereitung .....	32
3.3	Drucknutsche.....	34
3.4	Vakuumfilterplatte .....	35
3.5	Walzenabnahmeapparatur.....	36
3.6	Vakuumtrommelfilter .....	40
3.7	Hochdruckreinigungsapparatur.....	42
4	Einsatz von Polymermembranen für die Dünnschichtfiltration.....	46
5	Walzenabnahme dünner Filterkuchen.....	53

5.1	Einfluss auf die Restfeuchte .....	54
5.2	Walzenabnahme in gleicher Richtung .....	56
5.3	Walzenabnahme in entgegengesetzter Richtung .....	60
5.4	Übertragung auf den Vakuumtrommelfilter .....	64
6	Hochdruckreinigung von Polymermembranen .....	75
6.1	Einfluss der Einstellparameter Druck, Winkel und Dauer .....	76
6.2	Einfluss der Walzenabnahme und der Reinigungstemperatur .....	89
6.3	Einfluss von Tensiden .....	90
7	Vergleich der Filtrationseigenschaften zwischen Filtergewebe und Polymermembran.....	94
8	Schlussfolgerung und weiterführende Arbeiten .....	102
9	Anhang .....	108
	Abbildungsverzeichnis .....	113
	Symbolverzeichnis .....	118
	Literaturverzeichnis .....	120
	Tabellenverzeichnis .....	127

# 1 Einleitung

## 1.1 Motivation

Die Fest-Flüssig Trennung ist eine Grundoperation der Verfahrenstechnik zur Abtrennung von Partikeln aus Suspensionen. Hierfür kommt eine große Bandbreite von Apparaten zum Einsatz. Eine wichtige und häufig eingesetzte Methode zur Abtrennung von Suspensionen stellt dabei die Kuchenfiltration dar. Bei der Kuchenfiltration erfolgt die Trennung durch ein Filtermedium mithilfe einer Druckdifferenz. Dabei bildet der Feststoff über dem Filtermedium einen zeitlich anwachsenden Filterkuchen aus. Eine besondere Schwierigkeit stellen dabei Partikel dar, die eine stark verdichtete Grundsicht am Filtermedium ausbilden und die nachfolgende Filtration der Suspension maßgeblich erschweren. Um solch schwer filtrierbare Suspensionen abzutrennen, wird eine Reihe von Trennapparaten wie die Zentrifuge, die Cross-Flow Filtration, die Precoat-Filtration oder die Kammerfilterpresse eingesetzt. Die Zentrifugation benötigt vor allem bei sehr gering konzentrierten Suspensionen vergleichsweise viel Energie, um die Gesamtsuspension zu beschleunigen. Etwa 50 % des Anteils der Leistungsaufnahme ist auf die Beschleunigung von Feststoff und Flüssigkeit zurückzuführen [1]. Zusätzliche Probleme für die Zentrifugation bereiten vor allem Partikel, wie zum Beispiel Mikroalgen oder Hefezellen, die eine geringe Dichtedifferenz zum umgebenden Medium aufzeigen. Ebenso müssen die Partikel mit einer möglichst geringen Restfeuchte abgetrennt werden, um die Kosten bei einer nachfolgenden thermischen Trocknung zu reduzieren [2,3]. Die Zentrifugation erzeugt aber noch einen fließfähigen Schlamm [4]. Ähnlich ist es bei der Querstromfiltration, bei dem ebenfalls ein noch fließfähiges Konzentrat für den Feststoffaustrag erforderlich ist. Eine weitere Möglichkeit zur Abtrennung von schwer filtrierbaren Partikeln stellt die Precoat-Filtration dar. Jedoch hat dieses Verfahren den Nachteil der Bildung einer Precoat-Schicht, was zusätzliche Kosten verursacht und zudem das Wertprodukt mit Precoat-Material kontaminiert [5,6]. Schwerfiltrierbare Stoffe werden nach dem Stand der Technik mit diskontinuierlichen Kammerfilterpressen abgetrennt [7,8]. Ein Kuchenaufbau von solch kleinen Partikeln

verursacht aber wiederum aufgrund der kleinen Poren, insbesondere wenn es sich um kompressible Stoffe handelt, einen hohen Filtrationswiderstand, der sich vor allem in der filtermediumsnahen Schicht aufbaut [9, 11]. Das ist besonders bei diskontinuierlichen Pressfilter von Nachteil, da hier ein ausreichend dicker Filterkuchen erzeugt werden muss, um einen anschließenden Austrag aus dem Trennapparat zu erreichen [12]. Die Bildung eines dicken Kuchens mit hohen Filtrationswiderständen geht dann mit einer enorm hohen Filtrationszeit einher.

Ein großes Potential zur Lösung der Problematik der Abtrennung von solch schwerfiltrierbaren Stoffen weist das neuartige Verfahren der Dünnschichtfiltration auf. Gegenstand dieser Arbeit ist die Entwicklung dieses Verfahrens zur Abtrennung feinstpartikulärer und schwerfiltrierbarer Suspensionen. Hierzu gehören neben organischen Partikeln, Pigmenten, Ruß und Titandioxid auch biologische Mikropartikel wie zum Beispiel Mikroalgen oder Hefezellen. Das Konzept der Dünnschichtfiltration basiert auf die Bildung sehr dünner Kuchen, mit einer Dicke von weniger als 1 mm durch eine kurze Kuchenbildungszeit. Durch die Dünnschichtfiltration erweitert sich das Produktspektrum der kontinuierlichen Kuchenfiltration auf Partikel, bei denen eine Kuchenfiltration nur schlecht oder überhaupt nicht gelang. Da der maximale Durchströmungswiderstand bei sehr kompressiblen Kuchen direkt zu Beginn der Filtration durch eine stark verdichtete Kuchenschicht gebildet wird, stößt eine herkömmliche Kuchenfiltration an die Grenzen der Effizienz. Die Dünnschichtfiltration setzt genau hier an. Bei der Dünnschichtfiltration wird die Kuchenbildung abgebrochen, sobald sich die verdichtete Kuchenschicht gebildet und der Filtratfluss stark abgenommen hat. Die nachfolgende ineffiziente Kuchenbildung wird unterbunden und der Kuchen wird nach der Entfeuchtung in den Produktaustrag gefördert. Die Umsetzung des Verfahrens der Dünnschichtfiltration erfolgt mit Polymermembranen auf einem Vakuumtrommelfilter. Die Vorteile der Polymermembran sind hierbei die gasdurchsatzlose Betriebsweise, ein partikelfreies Filtrat und eine glatte Membranoberfläche [13]. Außerdem ermöglichen hohe Drehzahlen auf einem Vakuumtrommelfilter einen hohen spezifischen Feststoffmassenstrom bei gleichzeitig gleichbleibender Restfeuchte. Kompressible Partikelsysteme neigen zu Rissbildungen und können daher einen erhöhten Gasdurchsatz zur Folge haben. Der Gasdurchsatz kann



sprunghaft um Größenordnungen von 10-1000 ansteigen [14]. Sofern die Vakuumpumpe das Druckgefälle nicht aufrechterhalten kann, kommt es zu einem absinkenden Gasdifferenzdruck und einer Erhöhung der Restfeuchte des Filterkuchens. Durch den Einsatz einer hydrophilen Polymermembran kann der Gasdurchsatz bis zu einem bestimmten kapillaren Eintrittsdruck unterbunden und der Energieverbrauch verringert werden [15-17]. Den weiteren Vorteil, den man sich durch die Anwendung von Membranen zu Nutze macht, ist die glatte Oberfläche. Bei Filtergeweben können Partikel in die Gewebsstruktur eingedrückt werden, das Gewebe verstopfen und die Abnahme des Filterkuchens erschweren. Die auf dem Gewebe verbliebene und verdichtete Kuchenschicht kann dann den nachfolgenden Filtrationszyklus maßgeblich beeinflussen.

Die Umsetzung der Dünnschichtfiltration mit Polymermembranen ist jedoch mit Herausforderungen verbunden. Entscheidend für dieses Verfahren sind folgende Punkte: die Stabilität der Membran gegenüber mechanischer Beanspruchung, die vollständige Abnahme des sehr dünnen Filterkuchens und die kontinuierliche Reinigung der Membran auf dem Vakuumtrommelfilter. Zur Umsetzung der Dünnschichtfiltration werden die im nächsten Abschnitt beschriebenen Ziele angesetzt.

## 1.2 Zielsetzung der Arbeit

In der vorliegenden Arbeit werden die folgenden Punkte erörtert:

### **1) Einsatz von Mikrofiltrationsmembranen für die Dünnschichtfiltration**

Für die Eignung der Dünnschichtfiltration werden Membranen ausgewählt, die der mechanischen Beanspruchung einer Walzenabnahme standhalten. Hierzu werden Langzeitversuche mittels einer am Vakuumtrommelfilter angebauten Walzenabnahme durchgeführt. Die morphologische Veränderung der eingesetzten Membranen ist mittels der

Kapillarflussporometrie zu untersuchen. Zur Veranschaulichung der Veränderungen der Membranen werden zusätzlich Bilder im Rasterelektronenmikroskop aufgenommen.

### **2) Untersuchung einer Walzenabnahme sehr dünner Filterkuchen von Membranen**

Eine der Herausforderungen für die Dünnschichtfiltration ist die Abnahme sehr dünner Filterkuchen. Bisherige Abnahmemethoden mit einer Walze, die industriell eingesetzt werden, benötigen immer noch eine Filterkuchenhöhe von mehreren Millimetern. Ziel ist es daher eine Abnahmemethode für Filterkuchen zu entwickeln, die eine Höhe von weniger als einen Millimeter besitzen, ohne dabei die untenliegende Membran zu beschädigen. Zur Abnahme dieser sehr dünnen Filterkuchen wird eine weiche Walzenabnahmeform eingesetzt. Hierbei ist zu ermitteln inwiefern unterschiedliche Betriebsparameter einen Einfluss auf den Anteil des abgenommenen Kuchens haben.

### **3) Entwicklung einer Reinigungsmethode von Membranen mittels eines Hochdruckstrahls**

Der Einsatz von Membranen bringt das Problem des Foulings mit sich. Aktuell eingesetzte Verfahren zur mechanischen Reinigung von Membranen können nicht in kontinuierlicher Weise am Vakuumtrommelfilter angewendet werden. Daher ergibt sich die Notwendigkeit ein neues In-situ-Reinigungsverfahren zu entwickeln, das auf den Einsatz von Membranen auf einem Vakuumtrommelfilter abgestimmt ist. In diesem Abschnitt wird ein Hochdruckreinigungsverfahren untersucht, das die Membranen von der Kuchenseite reinigt. Das Hochdruckreinigungsverfahren bietet eine Vielzahl an Parametervariationen. Es erfolgen erste Untersuchungen zur Reinigungseffizienz von Membranen in einer Reinigungsapparatur im Labormaßstab. Hierbei wird der Einfluss der experimentellen Parameter Reinigungswinkel, Druck, Dauer und Temperatur erörtert.

#### **4) Vergleich der Filtrationseigenschaften zwischen Filtergewebe und Polymermembran**

Der Einsatz von Membranen bringt die Vorteile eines klaren Filtrats, eines minimalen Gasdurchsatzes und einer idealen Abnahmefähigkeit der dünnen Filterkuchen mit sich. Jedoch besitzen Membranen häufig einen geringeren Flüssigkeitsdurchsatz als Filtergewebe. Es stellt sich die Frage inwiefern das Membranmaterial die Filtration im Vergleich zu Filtergeweben beeinflusst. Zu diesem Zweck werden die Filtermediumswiderstände und spezifischen Filterkuchenwiderstände von der Membran und dem Filtergewebe in einer Drucknutsche sowie die spezifischen Feststoffmassendurchsätze auf einer Handfilterplatte ermittelt und miteinander verglichen. Dies gibt Aufschluss über die Anwendbarkeit und Effizienz von Polymermembranen für die Dünnschichtfiltration.



## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Kuchenfiltrationstheorie

In diesem Kapitel werden die Grundlagen der wichtigsten Filtrationsart, der kuchenbildenden Filtration, beschrieben. Die Trennung einer Suspension erfolgt durch ein Filtermedium bei einem treibenden Potential, der Druckdifferenz oder der Schwerkraft. Über dem Filtermedium bilden sich Partikelbrücken aus, die einen Feststoffdurchschlag verhindern. Anschließend bildet sich ein poröser Filterkuchen aus, der mit der Zeit anwächst. Zu den Kuchenbildungsvorgängen gibt es zahlreiche mathematische Modelle [17, 18]. Nach dieser Kuchenbildungsphase folgt die Entfeuchtung, bei der die Flüssigkeit in den Poren, im Falle einer ausreichenden Gasdruckdifferenz, durch Entfeuchtungsluft verdrängt und untersättigt wird. Für die Beschreibung der Kuchenentfeuchtung sind in der Literatur ebenfalls zahlreiche Modellansätze vorhanden [20-23].

Grundsätzlich wird der Fest-Flüssigtrennprozess von der Struktur der dabei entstehenden Haufwerke bestimmt. Es wird zwischen inkompressiblen und kompressiblen Haufwerken unterschieden, die sich hinsichtlich ihrer Reaktion auf eine Druckbeanspruchung abgrenzen [24].

#### 2.1.1 Inkompressible Haufwerke

Ein ideales Haufwerk ist inkompressibel und verhält sich unabhängig vom Druck wie eine homogene starre Packung. Als Ausgangspunkt der Beschreibung der Durchströmung dient

das Gesetz von Darcy, das den Zusammenhang zwischen dem Filtratstrom, der Filtrationsdruckdifferenz  $\Delta p$ , dem hydraulischen Gesamtwiderstand  $R$  und der Viskosität  $\eta$  herstellt (Gleichung (2-1)). Für die Filterkuchenbildungsgleichung wird dem konventionellen Ansatz nach Ruth gefolgt [26, 27]. Hierzu werden die Annahmen eines idealen Filtrationsvorgangs getroffen. Dies ist der Fall bei einer einphasigen laminaren Strömung eines inkompressiblen newtonschen Fluides bei konstantem Druck durch eine unveränderliche Packung. Weiterhin wird eine ideal durchmischte und homogene Suspension angenommen, bei der der Feststoff vollständig am Filtermedium abgeschieden wird.

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

Der im Gesetz von Darcy beschriebene Gesamtwiderstand  $R$  setzt sich aus dem Filtermediumswiderstand  $R_M$  und dem absoluten Filterkuchenwiderstand  $R_C$  zusammen (Gleichung (2-2)).

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

Da der absolute Filterkuchenwiderstand  $R_C$  mit wachsender Kuchenhöhe weiter zunimmt, wird dieser Wert aus dem höhenspezifischen Filterkuchenwiderstand  $r_C$  und der Filterkuchenhöhe  $h_C$  berechnet (Gleichung (2-3)). Da der höhenspezifische Filterkuchenwiderstand  $r_C$  meist schwieriger zu messen ist, wird auch häufig der massenbezogene Filterkuchenwiderstand  $\alpha_m$  angegeben.

$$R_C = r_C \cdot h_C = \alpha_m (1 - \varepsilon) \rho_s \cdot h_C \quad (2-3)$$

Aus den Gleichungen (2-1), (2-2) und (2-3) kann die folgende Grundgleichung der Kuchenfiltration formuliert werden.

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\Delta p A}{\eta (R_M + h_C \cdot r_C)} \quad (2-4)$$

Diese Grundgleichung kann integriert werden und ergibt nach einer Umformung die folgende linearisierte Gleichung.

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta\kappa}{2A^2\Delta p} \cdot r_C \cdot V + \frac{R_M\eta}{A\Delta p} \quad (2-5)$$

Über eine Feststoffmassenbilanz berechnet sich der Konzentrationsbeiwert  $\kappa$ , der das Filtratvolumen  $V$ , die Kuchenhöhe  $h_C$ , die Kuchenporosität  $\varepsilon$  und die Volumenkonzentration der Suspension  $c_V$  ins Verhältnis setzt.

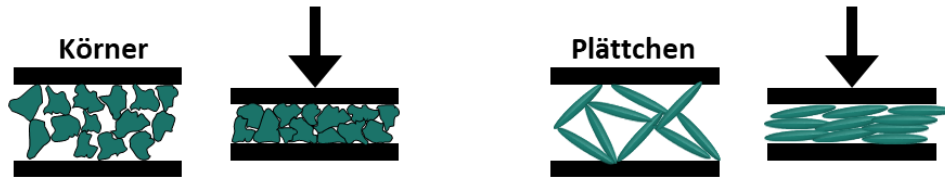
$$\kappa = \frac{c_V}{1-\varepsilon-c_V} = \frac{Ah_C}{V} \quad (2-6)$$

### 2.1.2 Kompressible Haufwerke

Im Unterscheid zu den inkompressiblen Haufwerken unterscheiden sich die kompressiblen Haufwerke in ihrer Reaktion auf eine Druckbeanspruchung. Die oben hergeleitete Filterkuchengleichung gilt nur für inkompressible Haufwerke, da Porosität und Widerstand von kompressiblen Haufwerken nicht über die ganze Kuchenhöhe homogen sind. Die Übertragung der Filterkuchengleichung auf den kompressiblen Fall wird häufig durch Mittelwerte von Porosität und Widerstand beschrieben [28,24].

Die möglichen Ursachen des kompressiblen Verhaltens von Haufwerken sind vielfältig und werden in Abbildung 2-1 beschrieben. In der Realität überlagern sich häufig diese Mechanismen. Die in Filterkuchen gebildete Strukturen stellen nur selten die dichteste Packung dar. Diese Packungen lagern sich unter Druckbeanspruchung um und bilden dichtere Packungen [14]. Beispielsweise ist dies bei plättchenförmigen Partikeln sehr ausgeprägt, da sie eine enge dachziegelartige Struktur ausbilden (Abbildung 2-1 a)). Ein weiterer Mechanismus liegt bei stabilen Suspensionen oder bei hochporösen Agglomeraten vor. Bei stabilen Suspensionen führt eine Überwindung der Abstoßungskräfte zu einem kompressiblen Verhalten [29 30]. Diese Filterkuchen aus Agglomeraten können der Druckbeanspruchung nicht standhalten und werden deshalb stark kompaktiert (Abbildung 2-1 b)). Des Weiteren können auch deformierbare Partikel zu einem kompressiblen Haufwerk führen (Abbildung 2-1 c)). Ebenso können sehr hohe Drücke während der Abtrennung in einer Überschreitung der Materialfestigkeit resultieren. Kornbruch und plastisches Fließen sind dann Ursachen für das kompressible Verhalten (Abbildung 2-1 d)).

a) Umlagerung von Partikeln



b) Wechselwirkung von feinen Partikeln



c) Deformation von Partikeln



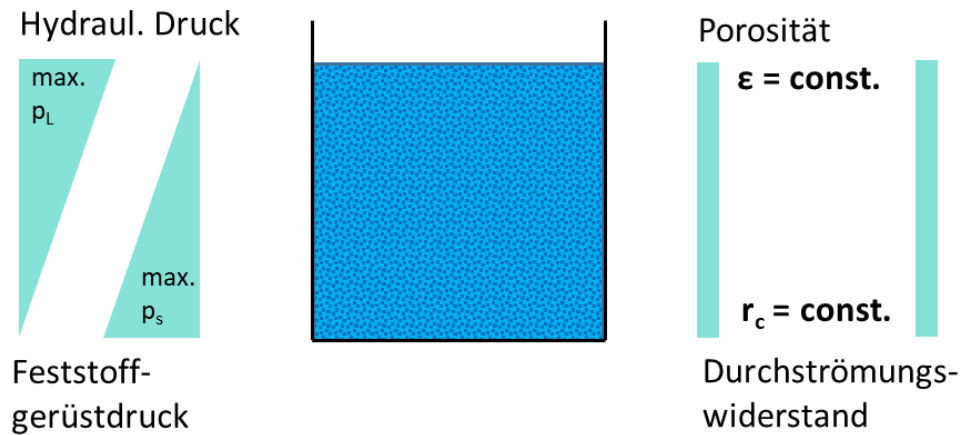
d) Überschreitung der Materialfestigkeit



**Abbildung 2-1:** Ursachen für das kompressible Verhalten von Filterkuchen (nach [24]).

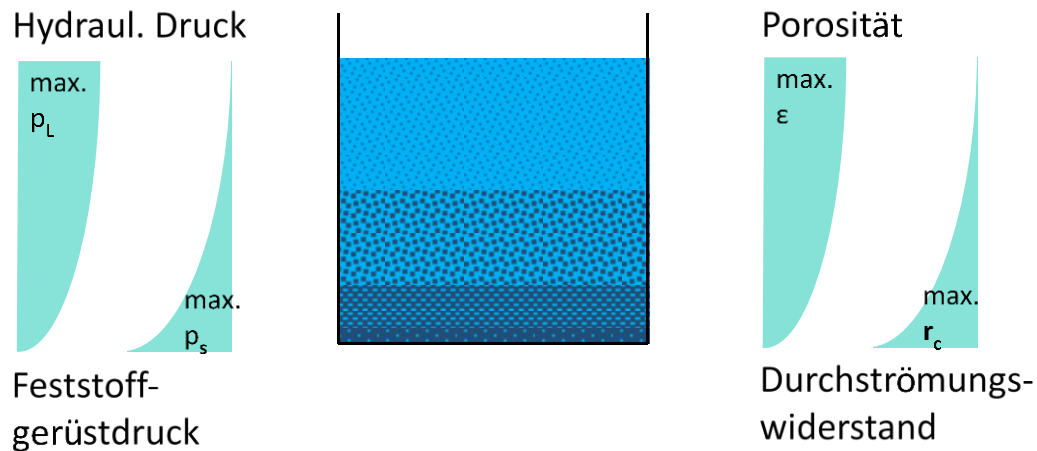
Aus den oben beschriebenen Effekten sieht man, dass die anliegende Druckdifferenz einen Einfluss auf die Struktur des Haufwerks hat. Bei inkompressiblen Filterkuchen hingegen bleiben Porosität und Durchströmungswiderstand im ganzen Haufwerk konstant. Bei der Ablagerung von Feststoffpartikeln auf den Filterkuchen fließt das Filtrat durch die entstandenen Poren in Richtung des abnehmenden hydraulischen Drucks. Die Druckgradienten bei inkompressiblen Filterkuchen sind bei der Durchströmung linear (Abbildung 2-2).





**Abbildung 2-2:** Inkompressibles Verhalten von Filterkuchen (nach [24]).

Ändern sich nun bei kompressiblen Filterkuchen die Porosität und der Widerstand eines Filterkuchens in Abhängigkeit des Filtrationsdrucks, so ändert sich die Struktur innerhalb der Kuchenhöhe. Es liegt daher ein Porositäts- und Widerstandsgradient vor (Abbildung 2-3). Das Konzept des Feststoffgerüstdruckes erklärt das Phänomen des Porositäts- und Widerstandsgradienten [31]. Bei der Durchströmung von Haufwerken stellt sich ein Druckverlust in der Flüssigkeit ein. Dieser Druckverlust wird vom Feststoffgerüst aufgenommen. Da bei der Filtration der hydraulische Druck in Richtung Filtermedium abfällt, nimmt dementsprechend der Feststoffgerüstdruck zum Filtermedium hin zu [32]. Demnach ist der Kuchen unmittelbar über dem Filtermedium bei kompressiblen Filterkuchen am stärksten kompaktiert. Dort sind der lokale Widerstand und der lokale Druckgradient am höchsten und die lokale Porosität am niedrigsten [24, 25]. Der lokale Widerstand dieser hoch verdichteten Schicht am Filtermedium stellt den „Flaschenhals“ für die Durchströmung dar.



**Abbildung 2-3:** Kompressibles Verhalten von Filterkuchen (nach [22]).

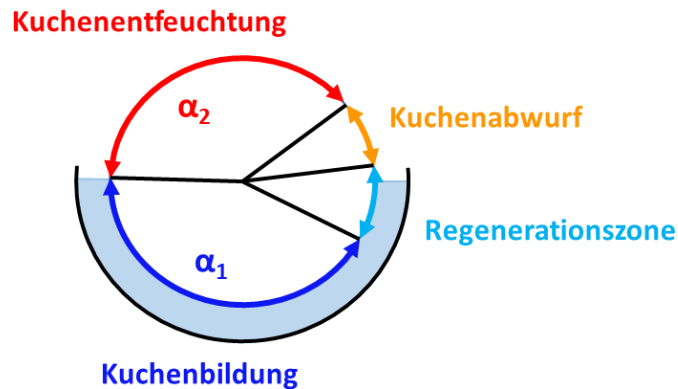
Diese Grundschichtverdichtung ist vor allem bei hochkompressiblen Filterkuchen enorm. Es bildet sich eine fast undurchlässige Schicht (engl. skin) aus, die die nachfolgende Filtration stark beeinträchtigt und den größten Teil des Drucks aufnimmt [9, 10].

## 2.2 Vakuumtrommelfilter

Bei Vakuumdrehfiltern unterscheidet man zwischen Vakuumtrommel-, Vakuumscheiben-, Vakuumband- und Vakuumplanfiltern [33]. Vakuumscheibenfilter haben den Vorteil eines hohen Durchsatzes. Vakuumbandfilter eignen sich sehr gut für Waschungen. Vakuumplanfilter werden bevorzugt bei schnell sedimentierenden Produkten eingesetzt. Vakuumtrommelfilter haben aufgrund ihrer hohen Flexibilität den weitesten Anwendungsbereich [3,16].

### 2.2.1 Kuchenbildung am Vakuumtrommelfilter

Die Kuchenbildung am Vakuumtrommelfilter wird durch die Geometrie und die Filterdrehzahl bestimmt [34]. Die Filtertrommel wird durch den Steuerkopf in verschiedene Zonen eingeteilt: Kuchenbildungszone  $\alpha_1$ , Kuchenentfeuchtungszone  $\alpha_2$ , Kuchenabwurfzone und Regenerationszone (Abbildung 2-4).



**Abbildung 2-4:** Einteilung der Filtertrommel in verschiedene Zonen durch den Steuerkopf.

Die Kuchenbildungszeit  $t_1$  wird durch den Kuchenbildungswinkel  $\alpha_1$  und der Filterdrehzahl  $n$  beschrieben (Gleichung (2-7)).

$$t_1 = \frac{\alpha_1}{360^\circ} \cdot \frac{1}{n} \quad (2-7)$$

Für die Kuchenhöhe folgt aus einer Massenbilanz um den Filterkuchen und Integration von Gleichung (2-4).

$$h_c = \sqrt{\left(\frac{R_M}{r_c}\right)^2 + \frac{2 \kappa \Delta p t_1}{\eta r_c}} - \frac{R_M}{r_c} \quad (2-8)$$

Unter Vernachlässigung vom Filtermediumswiderstand  $R_M$  folgt die Gleichung 2-9).

$$h_c = \sqrt{\frac{2 \kappa \Delta p t_1}{\eta r_c}} \quad (2-9)$$

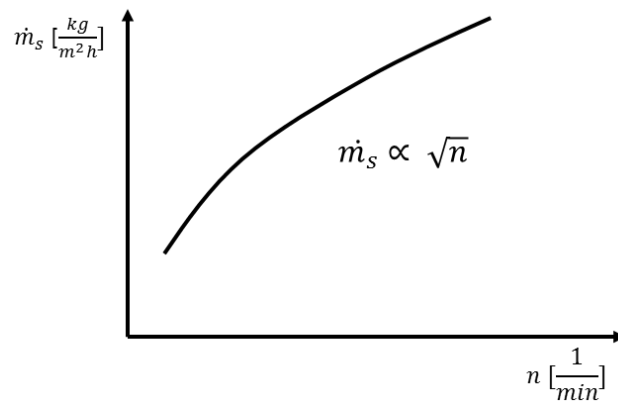
Für den spezifischen Feststoffmassendurchsatz  $\dot{m}_s$  am Vakuumtrommelfilter ergibt sich daher mit

$$\dot{m}_s = n h_c \rho_s (1 - \varepsilon) \quad (2-10)$$

die folgende Gleichung (2-11).

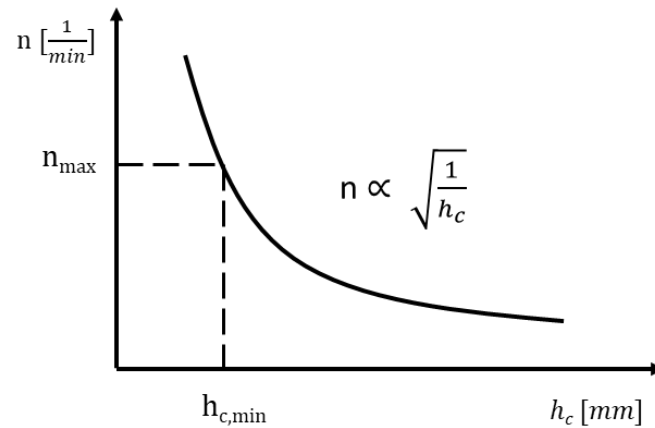
$$\dot{m}_s = (1 - \varepsilon) \rho_s \sqrt{\frac{2}{\eta r_c}} \cdot \sqrt{\kappa \Delta p n} \cdot \sqrt{\frac{\alpha_1}{360^\circ}} \quad (2-11)$$

Gemäß Gleichung (2-11) lässt sich also der spezifische Feststoffmassendurchsatz am Vakuumtrommelfilter durch die Erhöhung der Filterdrehzahl erhöhen. Die Abbildung 2-5 zeigt einen qualitativen Verlauf des spezifischen Feststoffmassendurchsatzes  $\dot{m}_s$  in Abhängigkeit der Filterdrehzahl  $n$ .



**Abbildung 2-5:** Schematischer Verlauf des spezifischen Feststoffmassendurchsatzes  $\dot{m}_s$  bei Erhöhung der Filterdrehzahl  $n$  (nach [35,36]).

Durch eine vergleichsweise einfache Maßnahme lässt sich damit der Feststoffmassenstrom des Vakuumtrommelfilters erhöhen. Doch die Erhöhung des Feststoffmassenstroms ist durch eine erforderliche Mindestkuchenhöhe  $h_{C,min}$  begrenzt. Der Grund hierfür ist, dass für die Abnahme von Filterkuchen eine Mindestdicke erforderlich ist. Somit existiert eine Drehzahlbegrenzung  $n_{max}$  für den Vakuumtrommelfilter (Abbildung 2-6).

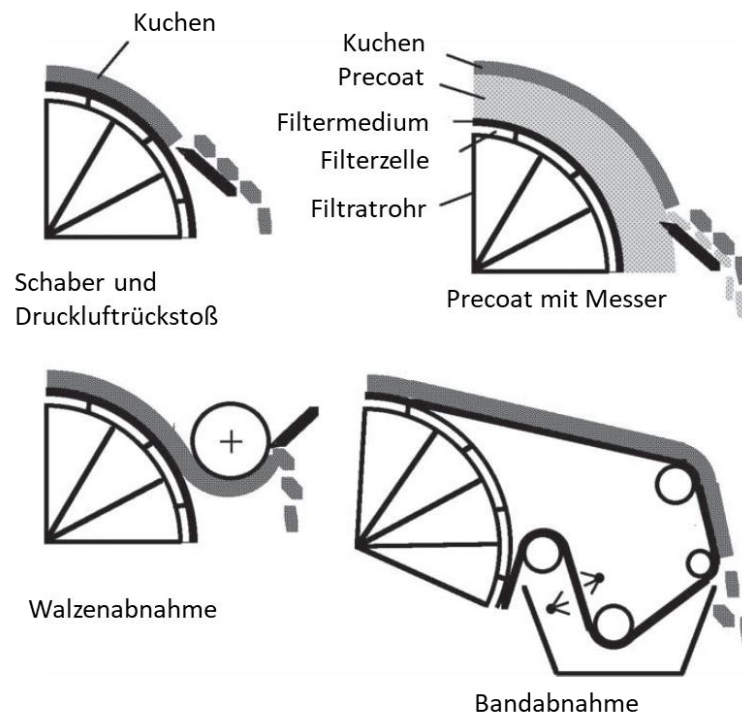


**Abbildung 2-6:** Qualitativer Verlauf der Filterkuchenhöhe in Abhängigkeit von der Filterdrehzahl. Die maximale Filterdrehzahl  $n_{\text{max}}$  ist durch die erforderliche Mindestkuchenhöhe  $h_{c,\text{min}}$  begrenzt. [nach 36].

Hinsichtlich der Restfeuchte ist bekannt, dass die Drehzahlerhöhung auf dem Vakuumtrommelfilter keinen Einfluss darauf hat [37]. Denn bei einer Verringerung der Kuchenbildungszeit durch eine höhere Drehzahl nimmt auch die durch die Steuerscheibe vorgegebene Entfeuchtungszeit ab. Die Filterdrehzahl kann daher ohne Restfeuchteinbußen erhöht werden.

## 2.2.2 Kuchenabnahme am Vakuumtrommelfilter

Zur Abnahme der Filterkuchen sind in der Literatur einige Methoden beschrieben [16]. Die Abbildung 2-7 gibt eine Übersicht der am häufigsten eingesetzten Abnahmemethoden auf dem Vakuumtrommelfilter.



**Abbildung 2-7:** Unterschiedliche Abnahmemethoden des Filterkuchens vom Vakuumtrommelfilter (nach [16]).

Die meist genutzte Methode ist ein Druckluftrückstoß mit Schaber. Der Filterkuchen wird mit einem Druckluftrückstoß von der Filtratseite in den Produktaustrag befördert. Eventuelle Reste auf dem Filtergewebe werden mit einem Schaber entfernt. Diese Austragsweise eignet sich vor allem für spröde Kuchen. Eine andere Methode, die sich für pastöse Filterkuchen eignet ist die Walzenabnahme. Der Filterkuchen wird hierbei von der Walze aufgenommen und anschließend mit einem Schaber von der Walze in den Produktaustrag befördert. Bei einer Precoatfiltration, die sich für verdünnte und schwerfiltrierbare Suspensionen eignet, wird eine Precoat-Schicht gebildet, die selbst als ein Filtermedium agiert [38, 39]. Während

der Filtration entsteht eine sehr dünne Filterkuchenschicht von weniger als 1 mm. Um den Kuchen abzutragen, rückt ein scharfes Messer langsam vor und nimmt den Kuchen und einen Teil der Precoat-Schicht ab. Die poröse Precoat-Schicht kann dann wieder in den Suspensionstrog tauchen. Bei einer Abnahme vom Band verlässt das Filtertuch die Trommel und der Filterkuchen wird durch die Krümmung an einer Umlenkrolle abgetragen. Die Besonderheit dieser Methode ist die Möglichkeit der Waschung des Filtertuchs von beiden Seiten.

Eine für die Dünnschichtfiltration zwingend erforderliche Entwicklung ist die Walzenabnahme sehr dünner Filterkuchen von Polymermembranen. Zwar sind bereits, wie oben beschrieben, einige Abnahmemethoden für den Vakuumtrommelfilter vorhanden, jedoch eignen sie sich nur bedingt für die Dünnschichtfiltration. Der Schaber mit Druckluftrückstoß ist eine sehr gängige Abnahmemethode für einen Vakuumtrommelfilter, aber um sehr dünne Filterkuchen damit abnehmen zu können, wäre eine perfekte Rundheit des Vakuumtrommelfilters erforderlich, was vor allem bei sehr großen Trommelfiltern nur schwer zu realisieren ist. Des Weiteren würde ein zu nahes Anfahren des Schabers das unterliegende Filtergewebe beschädigen. Ein hierfür eingesetzter Druckluftrückstoß, um den Kuchen einwandfrei vom Filtergewebe zu lösen, benötigt eine Mindestkuchenhöhe von 5 mm und wäre bei hydrophilen Polymermembranen, die hier in dieser Arbeit Anwendung finden ohnehin nicht praktikabel. Bei den bisher industriell eingesetzten Walzen zur Abnahme pastöser Filterkuchen ist ebenso eine Mindestkuchenhöhe von 5 mm erforderlich. Eine Bandabnahme setzt eine hohe mechanische Stabilität des Filtermediums gegenüber der Dehnung voraus. Selbst bei diesem Verfahren sind Mindestkuchenhöhen von mehreren Millimetern erforderlich. Außerdem ist das Gelingen bei diesen Abnahmemethoden von der Filterkuchenbeschaffenheit, wie etwa der Kohäsion abhängig und somit nicht universell einsetzbar.

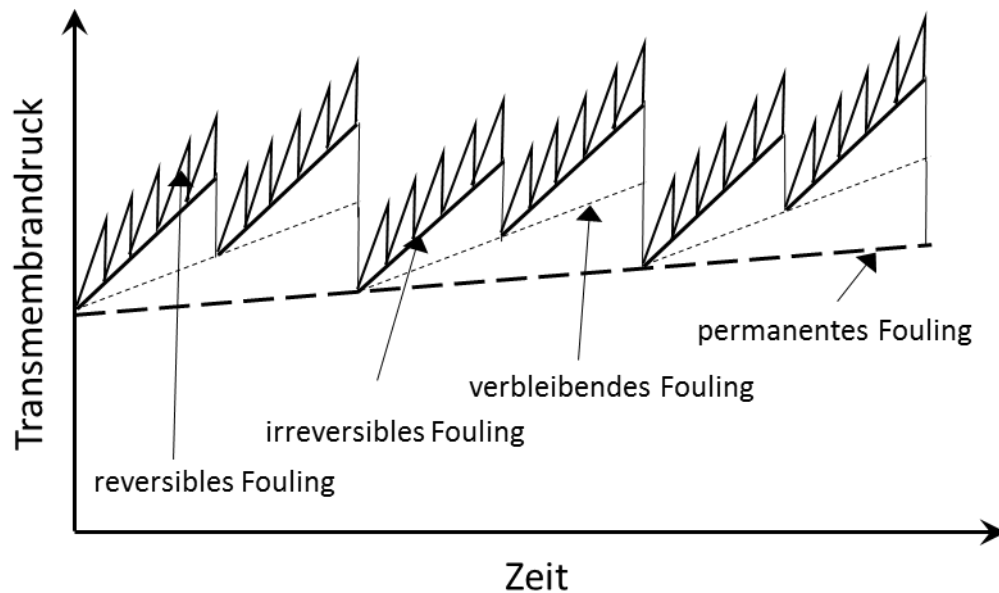
## 2.3 Fouling von Membranen

Das Fouling ist eine physikalisch-chemische Wechselwirkung zwischen den zurückgehaltenen Stoffen untereinander sowie zwischen der Membran und den zurückgehaltenen Stoffen. Das Fouling von Membranen kann abhängig von ihren Effekten und Mechanismen in unterschiedliche Kategorien unterteilt werden [40]. Die Möglichkeiten der Unterteilung des Foulings sind: Stärke der Adsorption an die Membran, Art der Foulingsubstanz und Lokalisation des Foulings.

### Stärke der Adsorption an die Membran

Ausschlaggebend für diese Einteilung ist die Reinigungsmethode zur Wiederherstellung des Permeatflusses der Membran. Das *reversible Fouling*, welche auch als Kuchenfouling bezeichnet wird, resultiert aus der schwachen Bindung der Foulingsubstanz mit der Membran. Diese Art von Fouling kann durch physikalische Reinigungsmethoden entfernt werden. Ein Fouling, das ein stärkeres Gerüst ausbildet und nicht mehr durch physikalische Methoden beseitigt werden kann, ist das *irreversible Fouling* [41-43]. Das *irreversible Fouling* wird durch eine Instandhaltungsreinigung (engl. *maintenance cleaning*) beseitigt. Die Instandhaltungsreinigung ist ein mit chemischen Methoden kombiniertes Reinigungsverfahren. Meist wird hierbei eine mit Chemikalien unterstützte Rückspülung eingesetzt (engl. *chemically enhanced backwash*). Ein von Kraume et al. [43] und Judd [41] eingeführter Begriff des *verbleibenden Foulings* beschreibt Foulingsubstanzen, die nicht mehr durch die Instandhaltungsreinigung entfernt werden können. Um das *verbleibende Fouling* zu entfernen, ist eine Erneuerungsreinigung (engl. *recovery cleaning*) durchzuführen. Dies beinhaltet das vollständige Eintauchen der Membran in die Reinigungsflüssigkeit bei einer erhöhten Konzentration und Dauer. Fouling, das hierdurch nicht mehr entfernt werden kann, wird als das *permanente Fouling* bezeichnet und legt auch die Standzeit der Membran fest. Die Abbildung 2-8 zeigt die vier verschiedenen Foulingarten.





**Abbildung 2-8:** Einteilung der Foulingarten: reversibles Fouling, irreversibles Fouling, verbleibendes Fouling und permanentes Fouling (nach [43]).

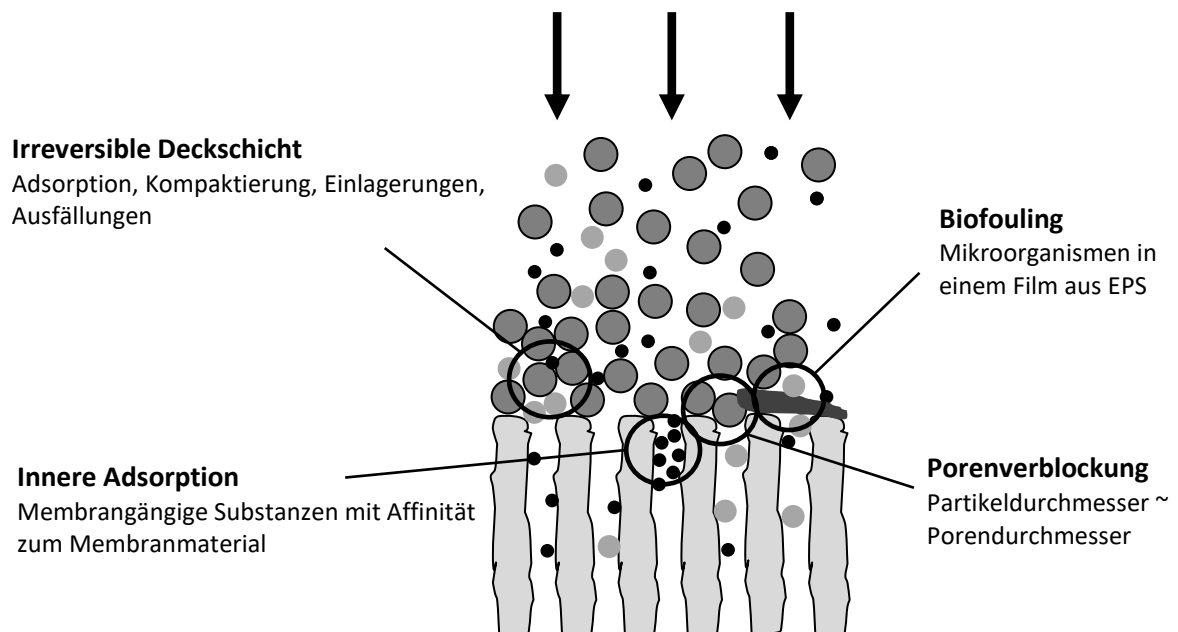
### Art der Foulingsubstanz

Die Art der Einteilung richtet sich nach der Substanz des Foulings. Fouling, das durch die Anlagerung und dem Wachsen von Mikroorganismen auf der Membran entsteht, ist das sogenannte *Biofouling* [44]. Besteht die Foulingschicht aus Proteinen, Polysacchariden und anderen organischen Bestandteilen, die aus dem Feed oder dem Sekret der Mikroorganismen stammen, so zählt es zum *organischen Fouling* [45]. Das *anorganische Fouling* entsteht meist durch die Fällung von anorganischen Kristallen oder Komplexen, die mit der Oberfläche der Membran wechselwirken oder die Poren der Membran verstopfen können [46].

### Lokalisation des Foulings

Partikel, die größer als der Porendurchmesser der Membran sind, lagern sich oberhalb der Membran ab und bilden durch zusätzliche Einlagerungen von kleineren Partikeln eine *Deckschicht* aus (Abbildung 2-9) [47]. Diese Deckschicht führt zur erheblichen Verringerung

der Permeabilität und kann durch Kompaktierung noch undurchlässiger werden. Das Foulingverhalten wird dann nicht mehr durch die Membraneigenschaften bestimmt, sondern durch die Wechselwirkung der adsorbierten Substanzen. Dies hat zur Folge, dass auch Partikel abgeschieden werden können, die wesentlich kleiner sind als der Porendurchmesser der Membran. Partikel, die einen ähnlichen Durchmesser wie die Poren besitzen, können zu einer *Porenverblockung* führen. Die Partikel lagern sich zu Beginn der Filtration im Porenmund ab und führen zu einem erheblichen Abfall des Filtratflusses. Bei einer *inneren Adsorption* adsorbieren Stoffe, die eine Affinität zum Membranmaterial aufweisen an die Porenwände [41,42]. Durch die Adsorption an die Porenwände kommt es zu einer Verengung des Porendurchmessers, die eine Erhöhung des Filtrationswiderstands verursacht. Beim *Biofouling* vermehren sich die auf der Membran befindlichen Mikroorganismen und betten sich in eine Matrix aus ausgeschiedenen Stoffwechselprodukten ein (EPS). Das EPS gewährleistet die Anhaftung der Mikroorganismen an die Membranoberfläche sowie einen Schutz vor mechanischen und chemischen Einflüssen [43]. Ungünstige Betriebsbedingungen, wie zum Beispiel Wärme und Nahrung erleichtern das Wachstum und verursachen mit der Zeit einen Abfall des Filtrationsflusses.



**Abbildung 2-9:** Schematische Darstellung der Foulingmechanismen: Porenverblockung, Biofouling, Deckschichtbildung und innere Adsorption (nach [68]).

### 2.4 Reinigung von Membranen

Die Aufgabe der Reinigung von Membranen ist die Beseitigung des Foulings, ohne dass die Substanzen erneut anhaften. Basierend auf den Reinigungsmechanismus kann die Membranreinigung in vier Grundarten eingeteilt werden: physikalische Reinigung, chemische Reinigung, physikalisch-chemische Reinigung und die biologisch-chemische Reinigung [51, 52].

#### Physikalische Reinigung

Die physikalische Reinigung kann mit hydraulischen, mechanischen oder ultraschallbasierten Methoden erfolgen. Grundsätzlich ist die physikalische Reinigung dazu geeignet reversibles Fouling zu entfernen. Im Vergleich zu den chemischen Reinigungsmethoden eignet sie sich weniger für sehr stark anhaftende Verunreinigungen. Jedoch benötigen diese Reinigungsmethoden keine zusätzlichen Chemikalien.

Die Hydraulische Reinigung eignet sich für die Anwendung in einem Hohlfasermembran-Modul. Sie kann hierbei mit Luftblasen (*Airscouring*) oder mit einer Rückspülung erfolgen. Das Hauptprinzip der Beseitigung von Fouling beim *Airscouring* ist die Einwirkung der durch Luftblasen induzierten Scherspannung auf die Foulingsubstanz. Demnach kann eine Erhöhung des Luftstroms aufgrund der dadurch erhöhten Scherspannung die Reinigungseffizienz verbessern [53]. Bei einer Rückspülung wird die Spülflüssigkeit von der Permeatseite durch die Membran gedrückt. Faktoren wie der Flux, die Dauer und Frequenz spielen hier eine wichtige Rolle [54]. Zu den mechanischen Methoden zählt beispielsweise die Zugabe von Polymerpartikeln, die an der Oberfläche der Membran scheuern und das Fouling durch den Rücktransport entfernen oder die Reinigung mit einem Schaber. Letzteres führte jedoch dazu, dass die Permeatseite der Membran mit Bakterien und EPS überzogen war [55].

Eine oft eingesetzte Methode zur mechanischen Reinigung von Membranen ist Ultraschall. Sie kann effektiv die Kuchenschicht und das Fouling auf der Membran entfernen. Einige Parameter beeinflussen die Effizienz der Ultraschallreinigung wie zum Beispiel die

Ultraschallfrequenz, der Energieeintrag und die Dauer [56-60]. Während der Ultraschallreinigung bilden sich oberhalb der Membran Mikrojets, die eine durchschnittliche Geschwindigkeit von 100-200 m s<sup>-1</sup> besitzen [61]. Maskooki et al. [62] zeigte, dass eine Erhöhung der Frequenz die Reinigungsleistung signifikant verbesserte. Jedoch ist die Ultraschallreinigung auch mit Nachteilen verbunden. Diese starken Mikrojets können Schäden an der Membran verursachen. Zahlreiche Studien untersuchten den Zusammenhang zwischen dem Ultraschall und der Membranschädigung [63-67]. Vor allem der Energieeintrag der Ultraschallreinigung hat einen erheblichen Einfluss auf die Schädigung der Membran [63, 67]. Juang und Lin [67] wiesen nach, dass die Ultraschallsonde mit einem Abstand von 10 mm und einer Leistung von 80 W eine Membran zerstörte. Masselin et al. [63] beobachtete, dass die Ultraschallreinigung Löcher in einer PES Membran verursachte.

### Chemische Reinigung

Bei der chemischen Reinigung kommen verschiedene Chemikalien zum Einsatz, die das Fouling durch folgende Reinigungsmechanismen beseitigen [68-70]:

- Veränderung der Membraneigenschaften, um zum Beispiel die elektrostatischen Abstoßungskräfte zu erhöhen oder die hydrophoben Wechselwirkungen zu verringern,
- Modifikation der Foulingsubstanzen (Verseifung von Ölen und Fetten, Oxidation oder Spaltung von Proteinen, Rücklösung von Metalloxiden durch Säuren, etc.),
- Entfernen der Foulingsubstanzen von der Membran zum Beispiel durch konkurrierende Adsorption von Tensiden,
- Auflösen oder Emulgieren der Foulingsubstanzen in der Reinigungsflüssigkeit.

Hierfür stehen verschiedene Arten von Reinigungschemikalien zur Verfügung, die in verschiedene Kategorien eingeteilt werden. *Alkalische Reiniger*, die vor allem bei organischem Fouling eingesetzt werden, wirken sich sowohl auf die Membran als auch auf die Foulingsubstanzen aus. Sie führen zu einer negativen Ladung der Membran, die bei negativ geladenen Foulingsubstanzen eine Abstoßung herbeiführt. Die Foulingsubstanzen wiederum können eine stärkere Ladung ausbilden oder wie es bei Proteinen der Fall ist,

hydrolysieren [69, 70]. *Saure Reiniger* sind besonders für anorganische Verunreinigungen, wie Metallhydroxide und Salze gut geeignet [69, 71]. Bei den sauren Reinigern unterscheiden sich die anorganischen Säuren und die organischen Säuren hinsichtlich ihrer Funktion. Während anorganische Säuren die Foulingsubstanz eher auflösen, können organische Säuren, wie zum Beispiel Zitronensäure oder Oxalsäure, einen Komplex ausbilden und die Verunreinigung von der Membran transportieren [70]. Als anorganische Säuren kommen hauptsächlich die hypochlorige Säure und die Schwefelsäure wegen ihrer geringen Kosten zum Einsatz. Zu den am häufigsten eingesetzten *Oxidationsmitteln* zählen Wasserstoffperoxid ( $H_2O_2$ ) und Natriumhypochlorit ( $NaOCl$ ) [72]. Diese erzeugen bei den organischen Foulingsubstanzen funktionelle Gruppen, die dadurch hydrophiler werden und einen erhöhten Abstoßungseffekt zur Membran aufzeigen. Meist werden Oxidationsmittel in Kombination mit alkalischen Mitteln eingesetzt, da eine Auflockerung der Struktur durch die alkalischen Mittel stattfindet und dadurch die Oxidationsmittel besser eingreifen können. Zudem wird Wasserstoffperoxid als Desinfektionsmittel eingesetzt, das vor allem die Biofilmschicht schwächt und dadurch zusätzlich die Ablösung von der Membran erleichtert.

Für die Reinigung von Membranen eignen sich auch Tenside (Abbildung 2-10) [73]. Funktionelle Eigenschaften von Tensiden sind auf ihre teils hydrophilen und teils lipophilen Bereiche zurückzuführen [74]. Sie können die Grenzflächenspannung zwischen zwei Flüssigkeiten oder zwischen einer Flüssigkeit und einer Feststoffoberfläche verringern. Dadurch können sie die Reinigungsdauer und den Wasserverbrauch reduzieren [71, 51].

nichtionische Tenside  
(Ethoxylierte Alkohole, Ether)



anionische Tenside  
(Carboxylate, Sulfonate, Phosphate)



kationische Tenside  
(quartäre Ammoniumgruppen)

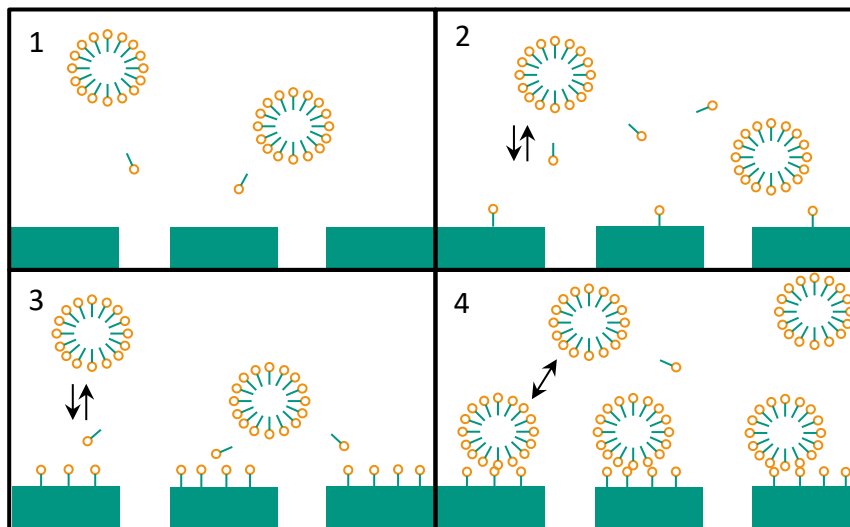


amphotere Tenside  
(Carboxylate und  
quartäre Ammoniumgruppen)



**Abbildung 2-10:** Einteilung der Tensidmoleküle in vier Hauptgruppen: nichtionische, anionische, kationische und amphotere Tenside.

Für Reinigungszwecke werden Tensidkonzentrationen eingesetzt, die über der kritischen Mizellenbildungskonzentration (CMC) liegen [75]. Denn oberhalb dieser CMC bilden die Tensidmoleküle Mizellen aus, bei denen die hydrophoben Bereiche nach innen und die hydrophilen Bereiche, welche mit Wasser in Kontakt stehen, nach außen zeigen [76-78]. Für die Reinigung stellt der CMC-Wert eine wichtige Größe dar. Naim et al. [80] untersuchte die Wechselwirkung zwischen den Mizellen und der Membranoberfläche. An der Grenzfläche zwischen Luft und Wasser bilden sich oberhalb der CMC Mizellen aus, die an die Membranoberfläche wandern (Abbildung 2-11). An der Membranoberfläche sondern sich aus der Mizelle einzelne Tensidmoleküle ab, binden sich an die Foulingsubstanz und umgeben diese. Dadurch wird die Verunreinigung von der Membran entfernt und in die Suspension zurückgeführt. Jedoch lässt es sich nicht vermeiden, dass auch Tensidmoleküle an die Membran adsorbieren. Dies führt dazu, dass die Membranoberfläche hydrophiler wird. Die Mizellen aus der Reinigungslösung können dadurch an die Membran adsorbieren und eine Tensidschicht aus Mizellen ausbilden, welches die Permeabilität der Membran verringert. Dieser Effekt ist vor allem bei Membranen mit einer geringen Porengröße zu beobachten (<30 kDa).



**Abbildung 2-11:** Hydrophobe Bereiche der Tensidmoleküle adsorbieren an die Membranoberfläche und führen zu einer hydrophileren Membranoberfläche. Durch die hydrophile Membranoberfläche können Mizellen anhaften und die Permeabilität der Membran beeinflussen. (nach [80]).

Trotz dieses Effekts bleibt die Reinigung mit Tensiden eine effektive Möglichkeit, um Foulingsubstanzen von der Membran zu entfernen. Zum einen ist dieser Effekt durch Auswaschen der an der Membran haftenden Tensidmoleküle reversibel und zum anderen ist die Kinetik des Mizellentransports zur Membran hin langsam.

### Physikalisch-chemische Reinigung

Bei der physikalisch-chemischen Reinigung werden chemische Reinigungsmittel mit einer physikalischen Reinigungsmethode kombiniert angewandt. Beispielsweise wies Maskooki et al. [62] nach, dass eine kombinierte Reinigung mit EDTA und Ultraschall eine bessere Reinigung erzielte als eine separate Anwendung beider Methoden. Die kombinierte Reinigung steigerte den Flux um das 4- 10-fache. Aber auch andere Effekte wie eine Verringerung der Foulingrate nach der Reinigung sind möglich. Zhou et al. [64] konnte bei einer Rückspülung durch Zugabe von 0,01 mol/L NaOH die Foulingrate, im Vergleich zu einer Rückspülung mit reinem Wasser um 50% reduzieren.

### Biologisch-chemische Reinigung

Die Notwendigkeit einer biologisch-chemischen Reinigung entstand vor allem aus der Tatsache, dass Chemikalien wie zum Beispiel Natriumhypochlorit oder Wasserstoffperoxid sich auf die Mikroorganismen schädlich auswirkten und die Membran schädigten. Daher entwickelte man Verfahren, die die Mikroorganismen und die Membran weniger aggressiv beeinflussten. Eine wichtige Methode ist die Zugabe von Enzymen, die Proteine und Lipide angreifen können [79]. Munoz-Aguado et al. [79] untersuchte die Reinigungseffizienz mit und ohne Enzyme bei Membranen, die mit Weizenproteinen verunreinigt waren. Es konnten nahezu 100% des ursprünglichen Flux der Membran wiederhergestellt werden. Ein wirkungsvolles Enzym ist hierbei die Protease. Jedoch setzt das voraus, dass Proteine in der Foulingsubstanz enthalten sind. Zahlreiche Arbeiten hierzu sind in der Literatur bekannt [81-84]. Zwar ist der Einsatz von Enzymen effektiv, jedoch ist es aus wirtschaftlichen Gesichtspunkten nicht immer praktikabel.

Für den Einsatz der Membran für die Dünnschichtfiltration auf dem Trommelfilter ergeben sich einige neue Anforderungen an den Reinigungsprozess. Filtergewebe auf einem Trommelfilter werden üblicherweise mit Druckluft von der Filtratseite in der Regenerationszone gereinigt. Die dadurch entstandenen Luftblasen können ähnlich wie beim *Airscouring* die Kuchenreste auf dem Filtergewebe in den Suspensionstrog befördern und die eingedrückten Partikel entfernen. Dies ist für die hier eingesetzten Polymermembranen nicht anwendbar, da die hydrophilen Polymermembranen bis zu einem bestimmten kapillaren Eintrittsdruck gasundurchlässig sind. Denkbar wäre eine Reinigung mit Hilfe von Chemikalien, bei der die Membran im Suspensionstrog eingetaucht wird. Dies erfordert jedoch einen Austausch der kompletten Suspension im Trog und wäre zusätzlich mit höheren Anforderungen der Korrosionsbeständigkeit der Anlage und einer möglichen Kontamination des Endproduktes verbunden. Des Weiteren ist damit auch eine bestimmte Einwirkzeit der Chemikalien verbunden, das die Ausfallszeiten noch weiter verlängert. Eine mechanische Reinigung der Membran mittels Ultraschall im Suspensionstrog würde auf lange Zeit gesehen Schäden an der Anlage und an der Membran verursachen. Entwickelt wurde daher ein



neuartiges mechanisches Reinigungsverfahren, das die eingebaute Membran auf dem Trommelfilter mit einem Hochdruckstrahl reinigt und eine kontinuierliche Betriebsweise ermöglicht.



## 3 Material, Methoden und Apparaturen

Dieses Kapitel befasst sich mit den verwendeten Materialien, der Durchführung der entsprechenden Versuche und den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Anlagen.

### 3.1 Membrancharakterisierung

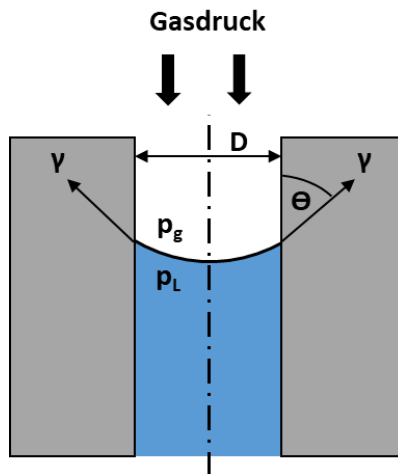
#### Kapillarflussporometrie

Für die Charakterisierung der Porengrößenverteilung und für die Ermittlung des größten Durchmessers (engl. *Bubble point*) einer Membran kann der Kapillarflussporometer eingesetzt werden (CFP AEX 35000, Porous Materials Inc., NY, USA).



**Abbildung 3-1:** Kapillarflussporometer mit Edelstahlschraubverschluss.

Der Kapillarflussporometer erfasst hierbei den Druck, der benötigt wird, um die Flüssigkeit aus der engsten Stelle der Pore zu verdrängen.



**Abbildung 3-2:** Schematische Darstellung einer Kapillare.

Der Porendurchmesser  $D$  kann bei Kenntnis der Oberflächenspannung  $\gamma$ , des Kontaktwinkels  $\Theta$  zwischen Fluid und Membran und des anliegenden Drucks über die Young-Laplace Gleichung ermittelt werden:

$$\Delta p = p_g - p_L = \frac{4 \gamma \cos(\theta)}{D}. \quad (3-1)$$

Für die Messung ist eine gut benetzende Flüssigkeit zu verwenden, so dass sich eine nahezu vollständige Benetzung einstellt. Dadurch entfallen weitere Messungen zum Kontaktwinkel, da ein Kontaktwinkel von  $\theta = 0^\circ$  angenommen werden kann. Das hierfür verwendete Benetzungsmittel Silwick hat eine Oberflächenspannung von  $\gamma = 20,1 \text{ mN/m}$ . Der für die Messungen erforderliche Druck von 16 bar wurde durch die Hausdruckluftleitung bereitgestellt. Für die Membranprobe wurde zunächst eine „Trockenkurve“ erstellt

### Rasterelektronenmikroskopie

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) ist für Aufnahmen der Oberflächen von Membranen geeignet (S-4500, HITACHI, Japan). Der Aufbau und Funktionsweise des REM wird hier nicht genauer erläutert. Vor der REM Aufnahme wurden die Proben getrocknet und im Hochvakuum mit einer Goldschicht gesputtert. Für die seitlichen Aufnahmen wurde die PET

Membran für 5 Minuten in flüssigem Stickstoff gelagert und anschließend mit einer Zange abgebrochen.

Die Querschnittaufnahme der Kernspurmembran erfolgte mit einem Computertomograph (CT) (Xradia 520 Versa, ZEISS, Deutschland).

### Mechanische Stabilität der Membran

Zur Untersuchung der mechanischen Stabilität wurde die Membran auf den Vakuumtrommelfilter mit Walzenabnahme angebracht. Die an die Membran angelegte Linienpresskraft von  $q_p = 332 \text{ N/m}$  wurde durch zwei Federn der Walzenabnahmeapparatur eingestellt. Die hierfür eingesetzte Walze hat einen Durchmesser von 90 mm und eine Shore-A Härte von 22°. Die Walze wurde in entgegengesetzter Bewegungsrichtung zur Trommelfilter gefahren. Die Porengrößenverteilungen wurden zu Beginn der Versuche und nach 1600 Walzungen mittels Kapillarporometrie gemessen. Der daraus ermittelte durchschnittliche Porendurchmesser wurde mit dem durchschnittlichen Porendurchmesser einer neuen Membran verglichen. Die Zielgröße für den Vergleich ist die prozentuelle Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers  $d_{\text{prozent}}$  und berechnet sich aus dem durchschnittlichen Porendurchmesser vor der Beanspruchung  $d_{\text{vor}}$  und dem durchschnittlichen Porendurchmesser nach 1600 Walzungen  $d_{\text{nach}}$  (Gleichung (3-2)).

$$d_{\text{prozent}} = \frac{d_{\text{vor}} - d_{\text{nach}}}{d_{\text{vor}}} \cdot 100\% \quad (3-2)$$

Die zur Charakterisierung der jeweiligen Membran verwendete Flächenporosität  $\Phi_S$  berechnet sich aus der Porendichte  $P$  und dem durchschnittlichen Porendurchmesser der Membran  $d_{\text{vor}}$  bei einer Einheitsfläche von  $A = 1 \text{ cm}^2$  (Gleichung (3-3)).

$$\Phi_S = \frac{P \cdot (d_{\text{vor}} \cdot 0.5)^2 \cdot \pi}{A} \cdot 100\% \quad (3-3)$$

### 3.2 Probenvorbereitung

Die Kernspurmembranen (PET 0.2/PET 0.4/PET 0.8/PET 1.0) mit Stützvlies bestehen aus Polyethylenterephthalat (PET) (RoTrac, OXYPHEN AG, Wetzikon, Schweiz). Vor Versuchsbeginn wurde die Membran für 10 Minuten in Milli-Q Wasser eingetaucht, um die hydrophile Membran ausreichend zu benetzen. Für die Versuche an der Drucknutsche und am Trommelfilter wurde die Membran im trockenen Zustand zurechtgeschnitten. Das für die Handfilterplattenversuche eingesetzte Monofilament-Filtergewebe hat eine Maschenweite von 5  $\mu\text{m}$  und einen Garndurchmesser von 37  $\mu\text{m}$  (SEFAR NITEX 03-5/1, SEFAR AG, Heiden Schweiz).

#### Modellsuspension Hefe

Als Modellsuspension für die Walzenabnahme und die Handfilterplattenversuche diente die kommerziell erhältliche Hefezelle *Saccharomyces cerevisiae* mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von  $x_{50,3} = 5,9 \mu\text{m}$  von der Firma FALA GmbH (Kehl, Deutschland). Die Partikelgröße wurde mittels Laserbeugung ermittelt (HELOS/Quixel, Sympatec GmbH, Deutschland). Die hergestellte Hefesuspension hat eine Trockenmasse von 25 g in einem Liter wässriger Lösung. Die Trockenmasse wurde in einem Ofen bei einer Temperatur von  $95 \pm 5^\circ\text{C}$  für 24 Stunden getrocknet und anschließend auf einer Waage gemessen. Die wässrige Lösung wurde mit 1g/L Dextrose, 1 g/L Peptone und 1mM Phosphatpuffer hergestellt. Alternativ kann die wässrige Lösung auch mit 0,9 Gew.-% Kochsalz hergestellt werden.

#### Modellsuspension Mikroalgen

Die Mikroalge *Nannochloropsis salina* diente als Modellsubstanz für das Fouling der Membranen (BlueBioTech GmbH, Büsum, Germany). Die Mikroalgensuspension mit einer Trockenmassenanteil von 11 Gew.-% und einem durchschnittlichen Partikeldurchmesser von  $x_{50,3} = 2,8 \mu\text{m}$  war direkt nach der Kultivierung für Versuchszwecke verfügbar. Der pH-Wert der Suspension lag bei 6,8 bei einer Temperatur von  $20^\circ\text{C}$  (WTW pH 3310, Xylem Analytics Germany GmbH, Weilheim, Deutschland). Zur Bestimmung der Trockenmasse ist die

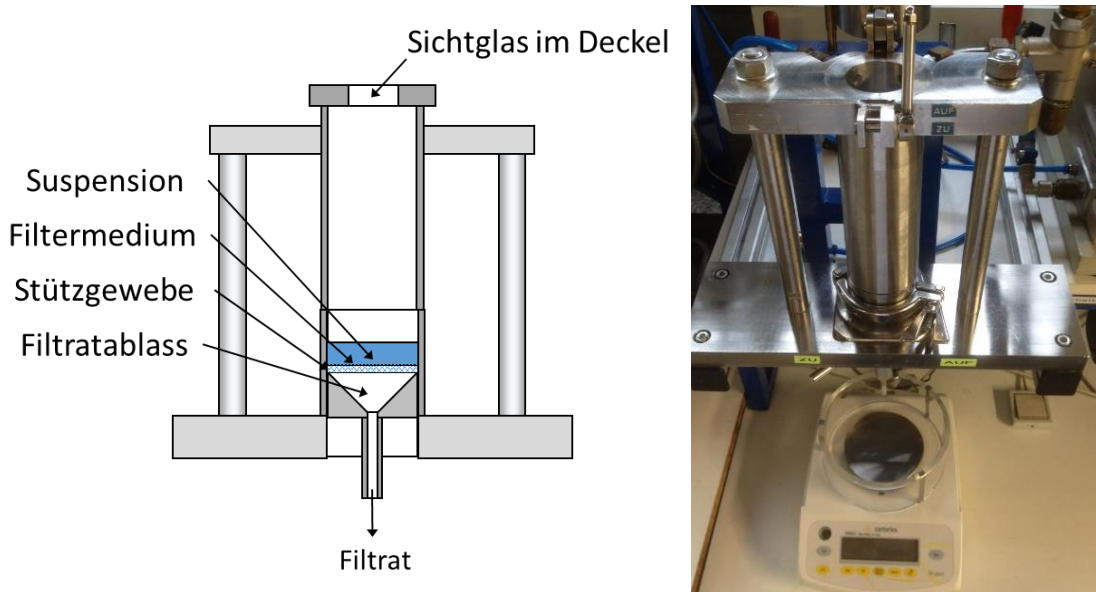
Suspension im Trockenofen bei  $90 \pm 5^\circ\text{C}$  für 24 Stunden zu trocknen. Für die Verdünnung der Mikroalgensuspension auf 2 Gew.-% Trockenmassenanteil ist eine Kochsalzlösung mit 3 Gew.-% hinzuzufügen. Die Analyse des Filtrats bei den Hochdruckreinigungsversuchen erfolgte mit einem UV/Vis-Spektrometer bei einer Wellenlänge von 550 nm (Genova, Jenway, UK).

Als Modellsubstanz für die Hochdruckreinigungsversuche dienten Mikroalgen. Bei diesen Versuchen kamen keine Hefezellen zum Einsatz, da das Fouling bei Hefezellen nach jedem Filtrationszyklus viel geringer war als bei den hier verwendeten Mikroalgen.

### Modellsuspension Titandioxid

Das Titandioxid (P90) besitzt eine durchschnittliche Partikelgröße von  $x_{50,3} = 0,86 \mu\text{m}$  (Evonik Degussa GmbH, Deutschland). Die Titandioxidsuspension mit einem pH-Wert von 3,9 bei  $20^\circ\text{C}$  und einem Massenanteil von 11,46 Gew.-% wurde in einer wässrigen 0,001M  $\text{KNO}_3$ -Lösung hergestellt.

### 3.3 Drucknutsche



**Abbildung 3-3:** Schematische Darstellung der Drucknutsche (links) mit einer Filtratwaage (rechts).

Die Drucknutsche besteht aus einem Stahlzylinder mit einem Innendurchmesser von 50 mm. Es ergibt sich dadurch eine Filterfläche von  $19,63 \text{ cm}^2$ . Das Filtermedium wird durch ein Stützgewebe aus Sintermaterial (Siperm R200) gestützt. Der Trichter für den Filtratablauf ist stets mit vollentsalztem Wasser gefüllt, um ein Totvolumen bei der Messung zu verhindern. Das von der Messwaage ermittelte Filtrat entspricht daher direkt dem zu Filtrationsbeginn tatsächlich anfallenden Filtrat. Die Messwaage unterhalb des Filtratablaufs ist mit einem Rechner zur Messwertaufzeichnung verbunden.

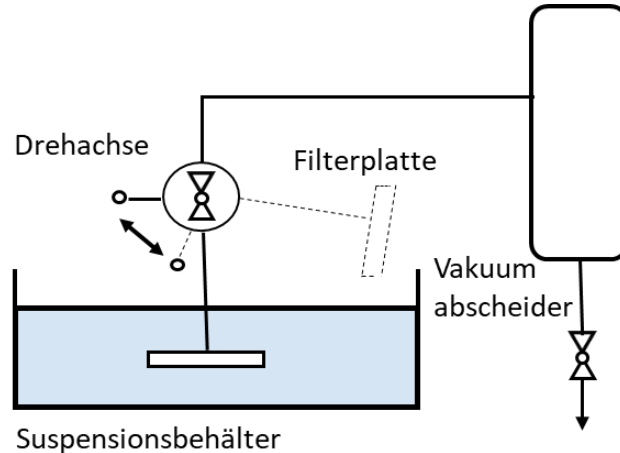
Für die Filtration wurde die in Abbildung 3-3- gezeigte Drucknutsche verwendet. Zur Bestimmung des Flüssigkeitsdurchsatzes nach Gleichung (3-10) wird vollentsalztes Wasser (VE-Wasser) Wasser mit einem Volumen von 200 ml in den zylindrischen Behälter gefüllt und ein Druck von 0,8 bar aufgegeben.

Zur Bestimmung des spezifischen Filterkuchenwiderstands und des Filtermediumswiderstands nach Gleichung (2-5) wird die zu filtrierende Suspension mithilfe



einer Pipette in den zylindrischen Behälter vorgefüllt. Die Suspension wird anschließend mit einer Gasdruckdifferenz von  $\Delta p = 0,8$  bar beaufschlagt. Um eine zwischenzeitliche Sedimentation der Suspension zu verhindern, wurde darauf geachtet, dass gleich nach dem Vorfüllen des zylindrischen Behälters der Filtrationsdruck aufgegeben wurde. Eine im oberen Deckel befindliche Glasscheibe ermöglichte es, das Ende der Kuchenbildungszeit optisch zu bestimmen. Die für den spezifischen Filterkuchenwiderstand benötigte Kuchenhöhe wurde mittels eines Laserabstandssensor (LK-G157, KEYENCE Deutschland GmbH, Neu-Isenburg, Deutschland) gemessen.

### 3.4 Vakuumfilterplatte



**Abbildung 3-4:** Schematische Darstellung der Filterplattenanlage mit Vakuumscheider, Suspensionsbehälter und einer schwenkbaren Filterplatte. Die Vakuumfilterplatte entspricht einem Filterzellensegment des Trommelfilters. Sie eignet sich für den Upscale des Vakuumtrommelfilters.

Die Handfilterplatte mit einer Filterfläche von  $A = (6 \times 7) \text{ cm}^2 = 42 \text{ cm}^2$  ist mit einem Vakuumscheider und einer Vakuumpumpe verbunden (UNO 6, Pfeiffer Vacuum GmbH, Asslar, Deutschland). Die Filterfläche ist mit einem Stützgewebe verstärkt und wird mit dem zu untersuchenden Filtermedium bespannt. Um bei Membranen einen radialen Gasdurchfluss zu verhindern, wurden die Seiten der Filterplatte und der Membran Flüssiggummi abgedichtet. Das Flüssiggummi wurde 12 Stunden lang unter einem Luftabzug bei Raumtemperatur getrocknet. Über eine Drehachse taucht die Filterplatte in die Suspension ein. Nach Eintauchen in die Suspension wird ein Drehventil manuell geöffnet, um

den Gasdifferenzdruck von  $p = 0,8$  bar auf die Filterplatte zu übertragen. Dadurch kann die Filterkuchenbildungszeit exakt gesteuert werden. Nach der Kuchenbildungszeit taucht die Filterplatte aus der Suspension wieder auf und die Kuchenhöhe wird durch einen Laserabstandssensor ermittelt. Nach der Entfeuchtung wird der Filterkuchen mittels eines Schabers manuell abgenommen, anschließend abgewogen und die Trockenmasse des Filterkuchens nach einer Trocknung im Ofen bei einer Temperatur von  $95 \pm 5$  °C für 24 Stunden gemessen. Der Trockenmassenanteil  $TM$  ergibt sich aus der Gesamtmasse des feuchten Filterkuchens  $m_{tot}$  und der Trockenmasse  $m_s$  gemäß Gleichung (3-4).

$$TM = \frac{m_s}{m_{tot}} \cdot 100\% \quad (3-4)$$

Der spezifische Feststoffmassendurchsatz  $\dot{m}_s$  einer Filterplatte berechnet sich aus der Masse des trockenen Filterkuchens  $m_{tot}$ , der Filterfläche  $A$  und der Kuchenbildungszeit  $t$  (Gleichung (3-5)).

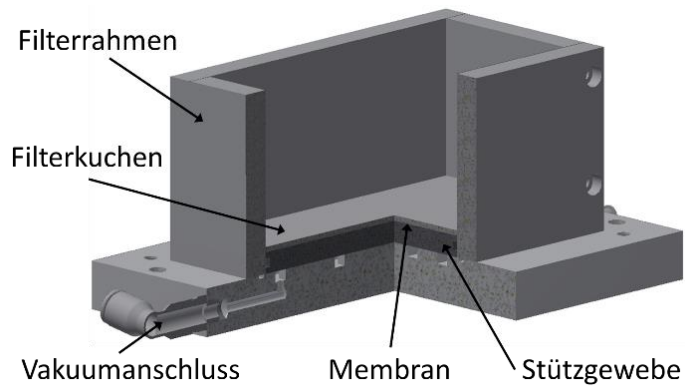
$$\dot{m}_s = \frac{m_{tot}}{A t} \quad (3-5)$$

### 3.5 Walzenabnahmeapparatur

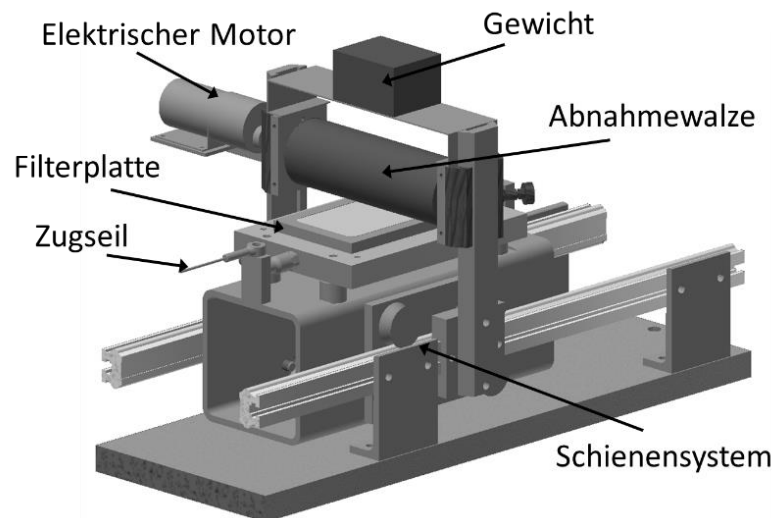
Eine Filterplatte ist ideal dafür geeignet, um eine Filterzelle des Vakuumtrommelfilters darzustellen, daher kam zur Filterkuchenbildung die in Abbildung 3-5 dargestellte Vakuumfilterplatte zum Einsatz. Diese verfügt über eine rechteckige Filterfläche von  $A = 72\text{cm}^2$ . Die an der Filterplatte anliegende Gasdruckdifferenz ist über eine Vakuumpumpe zu erzeugen. Als Stützstruktur für das Filtermedium auf der Filterplatte diente ein poröser Edelstahl-Sinterkörper (Siperm R14, Tridelta Siperm GmbH, Dortmund, Deutschland). Als Filtermedium für die Untersuchung der Walzenabnahme diente eine PET 1.0 Membran.

Für die Filterkuchenbildung ist die Suspension mit einer Pipette auf die Filterplatte aufzugeben. Durch Öffnen des Ventils am Filtratablass liegt der gesamte erzeugte Unterdruck an der Filterplatte an. Die Filterkuchenbildung erfolgte bei dem jeweiligen Unterdruck. Anschließend folgte die Entfeuchtung des gebildeten Filterkuchens und die

Demontage des Filtrahmens von der Filterplatte. Die Entfeuchtungszeit für den jeweiligen Filterkuchen ist über Drucknutschenversuche zu ermitteln. Der Filterkuchen wird erst nach Erreichen des Entfeuchtungsgleichgewichts von einer Walze abgenommen.



**Abbildung 3-5:** Vakuumsfilterplatte mit Filtrahmen zur Kuchenbildung.



**Abbildung 3-6:** Darstellung der Walzenabnahmeeinheit mit Seilzugsystem und Filterplatte.

Die Abbildung 3-6 zeigt die gesamte Walzenabnahme mit Filterplatte und Seilzugsystem. Die Filterplatte ist über ein Zugseil mit einer computergesteuerten Zugvorrichtung verbunden, die es ermöglicht eine konstante Zuggeschwindigkeit einzustellen (Frank 81813, Cadis

Prüftechnik GmbH, Heddeshheim, Deutschland). Die Filterplatte wird durch ein Zugseil nach vorne gezogen, so dass der aufliegende Filterkuchen von der Walze vollständig erfasst wird. Die Walze wird über einen Gleichstrommotor angetrieben (Typ 919D30001, MFA Como Drills, UK). Der Gleichstrommotor ist mit einem Netzteil verbunden, das sowohl die Drehzahl als auch die Drehrichtung der Walze steuert (DIGI35, VOLTCRAFT, Wollerau, Schweiz). Die Walze besteht aus einem Aluminiumkern mit einer 5 mm dicken Beschichtung aus Acrylnitril-Butadien-Kautschuk. Insgesamt wurden drei verschiedene Beschichtungen mit den Shore A-Härten 22°, 34° und 45° und drei verschiedene Walzendurchmesser 60 mm, 90 mm und 110 cm eingesetzt. Die Shore A-Härte wurde mit einem Shore-Durometer überprüft (SAUTER HBA 100-0 Durometer, Kern & Sohn GmbH, Balingen-Frommern, Deutschland). Die Walzenaufhängung ist über zwei Führungselemente mit einem Gewicht verbunden. Das Gewicht kann die verschiedenen Pressdrücke, mit denen die Walze den Filterkuchen abnimmt, einstellen. Die Linienpresskraft  $q_p$  mit der die Walze auf die Filterplatte und den Filterkuchen drückt, lässt sich über die Gleichung (3-6) mit dem Gewicht  $m$ , der Länge der Filterplatte  $L_p$  und dem Erdschwerefeld  $g$  bestimmen.

$$q_p = \frac{m \cdot g}{L_p} \quad (3-6)$$

Die Filterkuchen bildeten sich bei einem Gasdifferenzdruck von  $\Delta p = 0,8$  bar. Die Walze nahm den Filterkuchen bei dem jeweiligen anliegenden Druck ab, um eine Rückbefeuchtung des Filterkuchens zu vermeiden. Die Filterkuchenhöhe war für alle Abnahmeversuche konstant bei 0,25 mm. Ein Laserabstandssensor ermittelte die Kuchenhöhe. Für Abnahmeversuche wurden zwei Drehrichtungen der Walze untersucht. Im ersten Abschnitt der Abnahmeversuche drehte sich die Walze in dieselbe Richtung wie die Filterplatte, so dass sich an der Kontaktstelle zwischen Filterplatte und Walze eine relative Geschwindigkeit von  $v_{rel} = 0$  mm/min ausbildete. Im zweiten Abschnitt drehte sich die Walze entgegengesetzt zur Bewegungsrichtung der Filterplatte mit einer resultierenden Relativgeschwindigkeit von  $v_{rel} = 400$  mm/min. Die Relativgeschwindigkeit berechnet sich aus der Geschwindigkeit der Filterplatte  $v_{platte}$ , der Winkelgeschwindigkeit der Walze  $\omega$  und dem Radius der Walze (Gleichung (3-7)).

$$v_{rel} = v_{Platte} - (r \cdot \omega) \quad (3-7)$$

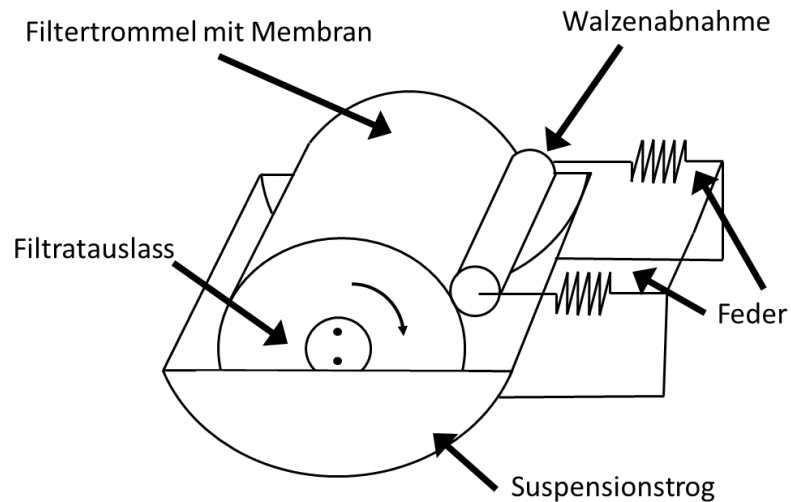
Um den Anteil des abgenommenen Filterkuchens  $Q$  zu bestimmen, ist der auf der Filterplatte verbliebene Filterkuchen und der auf der Walze abgenommene Kuchen manuell mit einem Spatel zu entfernen und in einem Ofen bei  $95 \pm 5^\circ\text{C}$  über einen Zeitraum von 24 Stunden zu trocknen. Der Anteil des abgenommenen Filterkuchens  $Q$  wird über die Trockenmasse des auf der Membran verbliebenen Filterkuchens  $m_M$  und der Gesamttrockenmasse des gebildeten Filterkuchens berechnet  $m_{tot}$  (Gleichung (3-8)).

$$Q = \frac{m_{tot} - m_M}{m_{tot}} \cdot 100\% \quad (3-8)$$

Die Restfeuchte  $RF$  des Filterkuchens berechnet sich nach Gleichung (3-9) aus der Masse des feuchten Filterkuchens  $m_{tot,feucht}$  und der Trockenmasse des gesamten Filterkuchens  $m_{tot}$ .

$$RF = \frac{m_{tot,feucht} - m_{tot}}{m_{tot,feucht}} \cdot 100\% \quad (3-9)$$

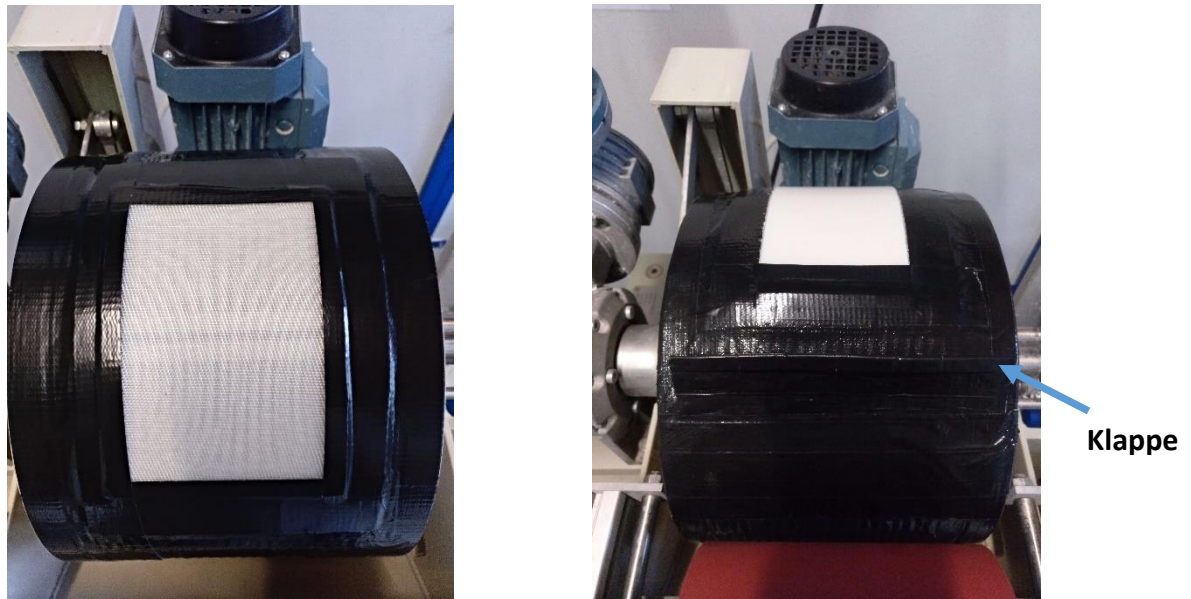
### 3.6 Vakuumtrommelfilter



**Abbildung 3-7:** Schematische Darstellung des Vakuumtrommelfilters mit einer Walzenabnahme.

Der Vakuumtrommelfilter hat einen Durchmesser von 30 cm und eine Filterfläche von 0,1 m<sup>2</sup>. Die zwölf Filterzellen der Filtertrommel sind im Inneren jeweils über einem Filtratabflussschlauch mit dem Steuerkopf verbunden. Am Steuerkopf befindet sich ein Filtratauslass, der zum Filtratabscheider führt. Um einen Unterdruck von  $\Delta p = 0,8$  bar im Filtratabscheider zu erzeugen, wurde eine Drehschieberpumpe eingesetzt (VLT60, Elmo Rietschle, Gardner Denver Inc., USA).

Im Suspensionsstrog befindet sich ein Rührwerk, um eine Sedimentbildung der Suspension zu verhindern. Die Eintauchtiefe der Filtertrommel und somit der Kuchenbildungswinkel können über ein Wehr eingestellt werden. Mit Hilfe einer Exzentrerschneckenpumpe wird die Suspension aus einem Suspensionsbehälter in den Suspensionsstrog gefördert (Typ NU15, NETZSCH, Selb, Deutschland).

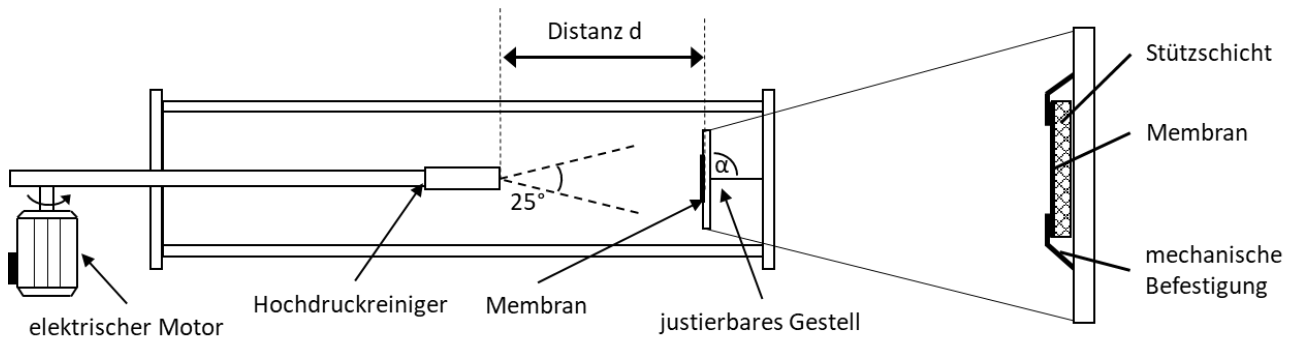


**Abbildung 3-8:** Abgeklebte Filterfläche des Vakuumtrommelfilters mit einer Klappe vor dem Fenster um das Aufrollen der Membran durch die Walze zu verhindern.

Für Versuchszwecke wurde die gesamte Trommelfilterfläche bis auf eine Fläche von  $A = (12 \times 19) \text{ cm}^2 = 108 \text{ cm}^2$  luftdicht abgeklebt. Diese Filterfläche besitzt ein grobes Filtergewebe als Stützschiicht (SEFAR TETEX® MONO PP1006 W-200, SEFAR, Schweiz). Oberhalb dieser Stützschiicht wird die Membran für den jeweiligen Versuch angebracht. Durch diese Anordnung kann die Membran nach den jeweiligen Filtrationszyklen vom Trommelfilter entfernt werden, um den Flüssigkeitsdurchsatz in einer Drucknutsche zu ermitteln oder um die Membran in der Hochdruckreinigungsanlage zu reinigen. Das jeweilige Membranstück wurde durch den Filtrationsdruck an die Fensterfläche angesogen und nicht weiter befestigt. Um zu verhindern, dass sich die Anfangsstellen der Membran durch die Walzenabnahme aufrollen, wurde eine Klappe vor die Fensterfläche eingebaut, in der die Membran eingelegt wurde (Abbildung 3-8). Die Abbildung A-1 im Anhang beschreibt die einzelnen Anlagenbestandteile der Walzenabnahmeapparatur auf dem Trommelfilter, die für die Walzenabnahmeuntersuchungen in Kapitel 5.4 und für die Untersuchung der Einflussnahme der Walze auf die Hochdruckreinigung in Kapitel 6.2 eingesetzt wurde.

### 3.7 Hochdruckreinigungsapparat

Als Foulingsubstanz für die Reinigungsversuche dienten Mikroalgen, da diese im Vergleich zu Hefe einen größeren Foulingeffekt in den Membranen erreichten. Die Filtrationsanzahl konnte dadurch reduziert werden. Des Weiteren wurden keine Rückspülversuche durchgeführt, da die Membran der impulsiven Rückspülung nicht standhielt (Anhang A-3). Die Abbildung 3-9 zeigt die Hochdruckreinigungsapparat mit der die zu reinigende Membran auf einem justierbaren Gestell befestigt wurde. Im Anhang A-2 befindet sich ein CAD-Modell der Hochdruckreinigungsapparat.



**Abbildung 3-9:** Schematische Darstellung der verwendeten Hochdruckreinigungsapparat.

#### Reinigung der Membran

Das Fouling der Membranen und die Messung des Flüssigkeitsdurchsatzes erfolgte in der Drucknutsche. Für die Versuchsreihe zur Untersuchung des Einflusses der Walzenabnahme auf das Reinigungsverhalten der Membran erfolgte das Fouling auf dem Trommelfilter. Der Filterkuchen bildete sich in beiden Varianten bei einem Gasdifferenzdruck von  $\Delta p = 0.8$  bar. Der spezifische Flüssigkeitsdurchsatz  $TP$  berechnet sich aus dem Volumenstrom  $Q$ , dem Gasdifferenzdruck  $\Delta p$  und der Filtrationsfläche  $A$  (Gleichung (3-10)):

$$TP = \frac{Q}{A \Delta p} \quad (3-10)$$



Der relative Flüssigkeitsdurchsatz  $TP_{rel}$  bezieht sich auf den Flüssigkeitsdurchsatz einer neuen Membran  $TP_0$  und wird durch Gleichung (3-11) beschrieben:

$$TP_{rel} = \frac{TP}{TP_0} \cdot 100\% \quad (3-11)$$

Eine neue PET 1.0 Membran hat einen durchschnittlichen Flüssigkeitsdurchsatz von  $1,32 \cdot 10^5$  L/(hm<sup>2</sup>bar). Für die Untersuchungen der Hochdruckreinigung von Membranen wurde die in Abbildung 3-9 schematisch dargestellte Apparatur verwendet. Die Hochdruckreinigungsapparatur mit einem Flachstrahlwinkel von 25° ist für alle Reinigungsversuche eingesetzt worden (HD 6/15, Kärcher GmbH, Deutschland). Der Reinigungsdruck von 30 bar und 130 bar konnte mit einem Drosselventil eingestellt werden, das sich zwischen Sprühlanze und Hochdruckreiniger befindet. Die entsprechenden Volumenströme belaufen sich auf 4,2 L/min beziehungsweise 8,6 L/min. Die daraus resultierenden Geschwindigkeiten sind jeweils  $v_{30} = 2,9$  m/s und  $v_{130} = 5,95$  m/s. Das für die Reinigung verwendete Wasser besitzt eine elektrische Leitfähigkeit von 661  $\mu$ S/cm. Eine Heizplatte erwärmte das Wasser für die Reinigung bei einer erhöhten Temperatur. Ein Ansaugschlauch des Hochdruckreinigers saugte das erwärmte Wasser an. Zur Messung der tatsächlichen Reinigungstemperatur wurde ein Thermometer neben der zu reinigenden Membran aufgestellt, da das erwärmte Wasser durch die Temperatur im Gerät selbst beeinflusst werden konnte. Beim Einsatz von Tensid als Reinigungsmittel wurde eine wässrige Lösung mit 1 Gew.-% Natriumdodecylsulfat (SDS) auf einem Magnetrührer hergestellt und über den Ansaugschlauch angesaugt. Der Abstand zwischen Düse und Membran beträgt 50 cm. Die Membran ist auf einem justierbaren Ständer montiert, um die zu untersuchenden Reinigungswinkel  $\alpha = 15^\circ$ ,  $70^\circ$  und  $90^\circ$  einzustellen. Die Reinigungszeit wird über die Rotationszeit der Sprühlanze gesteuert. Die Sprühlanze ist mit einem elektrischen Motor verbunden (940DC, RS PRO, Deutschland), der über ein Netzteil betrieben wird (DC 6005D, Peak Tech, Deutschland). Die Sprühlanze bewegt sich von der linken Seite der Membran zur rechten Seite der Membran mit einer Geschwindigkeit von  $v = 0,5$  cm/s bzw.  $v = 1,0$  cm/s. Daraus resultieren die untersuchten Reinigungszeiten von  $t = 10$  s bzw.  $t = 5$  s.

### Fouling der Membran mit Mikroalgen

In die Drucknutsche wurden 5 ml Mikroalgensuspension mit einer Konzentration von 2 Gew.-% mittels einer Pipette vorsichtig zugegeben. Die Dead-End-Filtration erfolgte bei 0,8 bar. Für die Entfernung des gebildeten Filterkuchens von der Membran wird die Membran mit dem Kuchen in ein Wasserbad mit Milli-Q Wasser bei Raumtemperatur schonend eingetaucht. Die Prozedur erfolgt 20 Mal bevor die Membran gereinigt und der Flüssigkeitsdurchsatz in der Drucknutsche gemessen wird. Der Flüssigkeitsdurchsatz der Membran ist vor und nach der Hochdruckreinigung zu messen, um den Reinigungseffekt zu bestimmen. Ein Kapillarflussporometer analysiert die Porengrößenverteilung der Membranen nach 200 Filtrationszyklen und dementsprechend 10 Reinigungszyklen. Ein Filtrationszyklus entspricht einer Filtration in der Drucknutsche. Die Evaluation der Porengrößenverteilung gibt Aufschluss darüber, ob die Hochdruckreinigung Schäden in Form von größeren Porendurchmessern in der Membran verursacht hat.

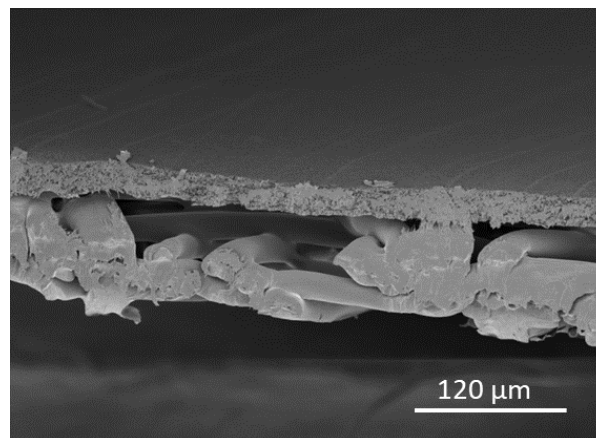
Im nächsten Schritt ist der Einfluss der Walzenabnahme auf die Hochdruckreinigung der Membran zu bestimmen. Hierzu wird das Fouling und das Walzen der Membran auf dem Trommelfilter durchgeführt. Die in Kapitel 3.6 beschriebene Walzenabnahmeapparatur des Trommelfilters beansprucht die Membran bei einer Linienpresskraft von  $q_p = 332 \text{ N/m}$ . Die Membran wird auf die in Abbildung 3-8 vorgesehene Filterfläche auf dem Vakuumtrommelfilter angebracht und bei einem Gasdifferenzdruck von  $\Delta p = 0,8 \text{ bar}$  filtriert. Die Drucknutsche misst anschließend den Flüssigkeitsdurchsatz nach der Kuchenabnahme. Hierfür wurde die Membran vom Trommelfilter demontiert und in der Drucknutsche eingebaut. Nach Messung des Flüssigkeitsdurchsatzes ist die Membran in der Hochdruckreinigungsapparatur zu reinigen und der Flüssigkeitsdurchsatz nach der Reinigung in der Drucknutsche zu untersuchen. Anschließend wurde die Membran wieder in den Trommelfilter für die nachfolgenden Fouling- und Abnahmeversuche eingebaut.



## 4 Einsatz von Polymermembranen für die Dünnschichtfiltration

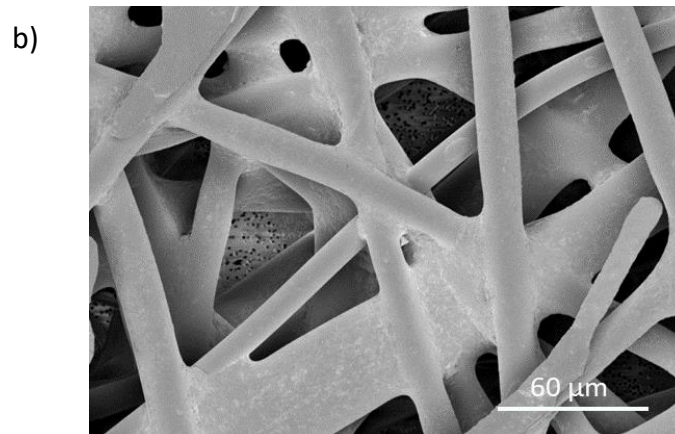
Ein wichtiges Kriterium für den Einsatz von Membranen für die Dünnschichtfiltration ist deren mechanische Stabilität gegenüber der Walzenbeanspruchung. Die in dieser Arbeit verwendeten PET Membranen besitzen ein grobporiges Stützgewebe aus Vlies. Das Stützgewebe befindet sich direkt unter der eigentlichen Membran. REM-Aufnahmen zeigen eine Ansicht der Membran von der Seite und von unten (Abbildung 4-1).

a)



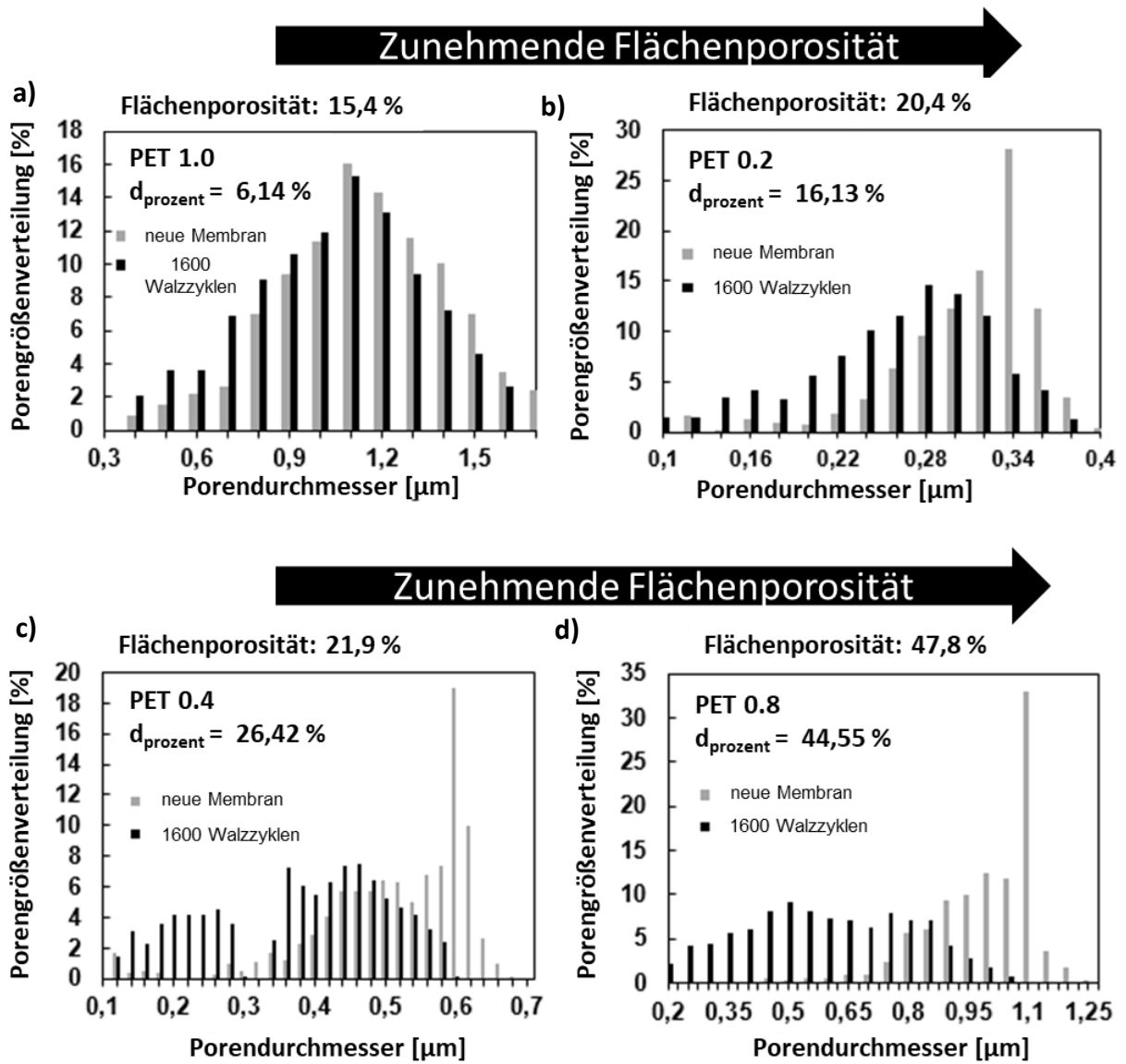
---

Die in Kapitel 4 dargestellten Ergebnisse wurden im Rahmen von [93] publiziert und für diese Dissertation angepasst.



**Abbildung 4-1:** REM Aufnahmen der PET Membran mit einem Stützvlies: a) Die obere Aufnahme zeigt die PET Membran von der Seite, b) Die untere Aufnahme ist eine Ansicht von unten.

Vier Kernspurmembranen (PET 0.2, PET 0.4, PET 0.8, PET 1.0) wurden hinsichtlich ihrer Stabilität gegenüber der Walzenbeanspruchung untersucht. Zur Beschreibung der mechanischen Stabilität dient die prozentuelle Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers als Parameter. Eine größere Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers deutet darauf hin, dass die Porenstruktur stärker durch die Walze beansprucht wurde. Eine geringere Veränderung hingegen bedeutet eine höhere mechanische Stabilität gegenüber der Walzenbeanspruchung. Die Abbildung 4-2 veranschaulicht die Porengrößenverteilungen der PET 0.2, PET 0.4, PET 0.8 und PET 1.0 Membranen. Jeder dieser Membranen zeigt nach 1600 Walzungen eine Verschiebung der Porengrößenverteilung nach links. Das bedeutet, dass sich die durchschnittlichen Porengrößen der Membranen verringert haben. Man kann jedoch sehen, dass die Verschiebungen der PET 0.2, PET 0.4 und PET 0.8 Membranen signifikanter sind als die Verschiebungen der PET 1.0 Membran. Die prozentuelle Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers  $d_{\text{prozent}}$  der PET 1.0 Membran zeigt mit weniger als 7% auch eine wesentlich geringere Veränderung auf als die übrigen Membranen mit mehr als 16 %. Ein Zusammenhang zwischen der Porengröße und der prozentuellen Veränderung und somit der mechanischen Stabilität kann demnach nicht beobachtet werden.



**Abbildung 4-2:** Porengrößenverteilungen der PET 0.2, PET 0.4, PET 0.8 und PET 1.0 Membran mit zunehmender Flächenporosität von a) bis d).

**Tabelle 1:** Unterschiedliche Porendurchmesser vor und nach der Walzenbeanspruchung.

Membran	Nennporendurchmesser <sup>a</sup> [μm]	d <sub>vor</sub> [μm]	d <sub>nach</sub> <sup>b</sup> [μm]	Δd <sup>c</sup> [μm]	d <sub>prozent</sub> <sup>d</sup> [%]	Porendichte <sup>a</sup> P [Poren/cm <sup>2</sup> ]	Flächenporosität Φ <sub>S</sub> [%]
PET 0.2	0,2	0,31	0,26	0,05	16,13	2,70E+08	20,4
PET 0.4	0,4	0,53	0,39	0,14	26,42	1,00E+08	21,9
PET 0.8	0,8	1,10	0,61	0,49	44,55	5,00E+07	47,8
PET 1.0	1,0	1,14	1,07	0,07	6,14	1,50E+07	15,4

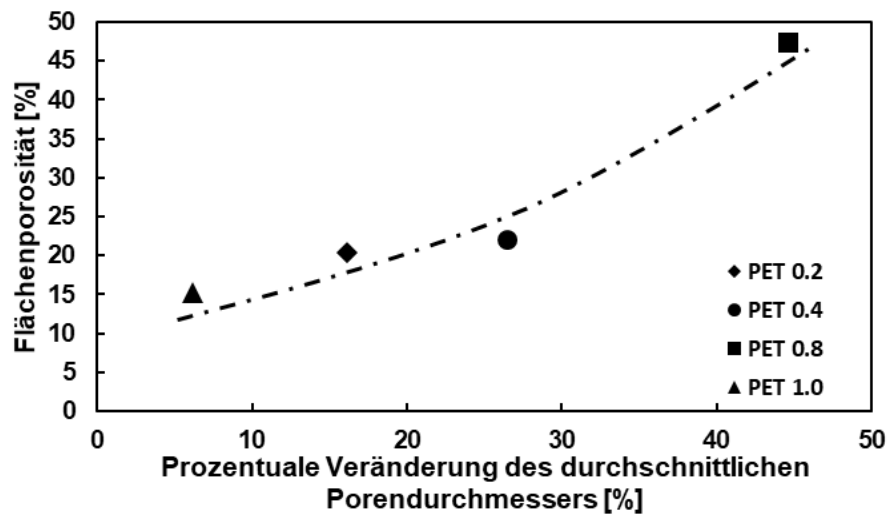
<sup>a</sup> Herstellerangaben

<sup>b</sup> Durchschnittlicher Porendurchmesser nach 1600 Walzzyklen

<sup>c</sup> Änderung des durchschnittlichen Porendurchmessers nach 1600 Walzzyklen

<sup>d</sup> Prozentuale Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers

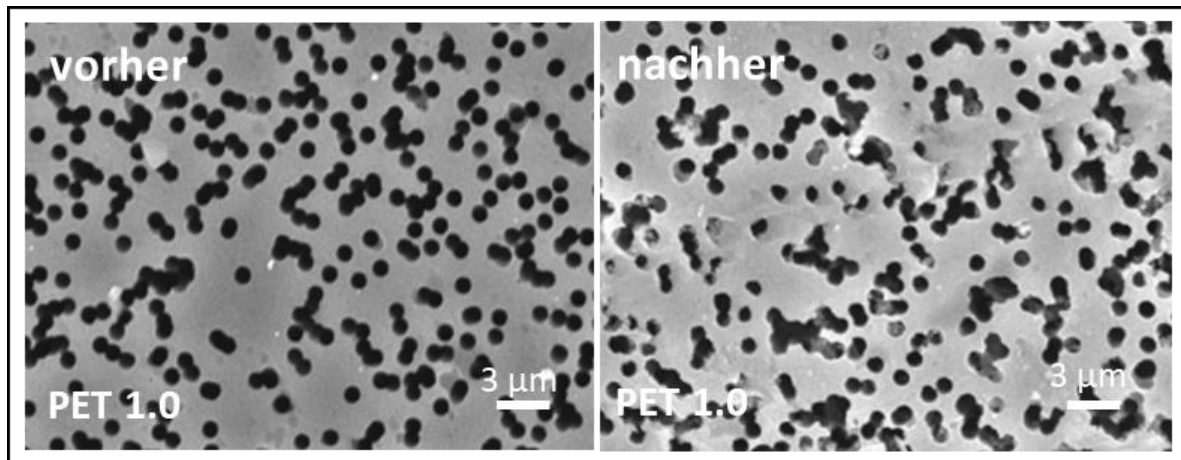
Ein geeigneter Parameter der Membran, der mit der mechanischen Stabilität in Verbindung gebracht werden kann, ist die Flächenporosität (Tabelle 1). Die PET 1.0 Membran und die PET 0.2 Membran mit geringen Flächenporositäten von 15,4 % und 20,4 % zeigen die geringsten prozentualen Veränderungen der durchschnittlichen Porendurchmesser  $d_{prozent}$  auf. Die PET 0.4 Membran und die PET 0.8 mit den größten Flächenporositäten von 21,9 % und 47,8% hingegen weisen die größten prozentualen Veränderungen der durchschnittlichen Porendurchmesser auf. Die Abbildung 4-3 deutet darauf hin, dass die prozentuale Veränderung der durchschnittlichen Porengröße mit der Flächenporosität zusammenhängt. Die prozentualen Veränderungen der durchschnittlichen Porendurchmesser steigen mit der Flächenporosität.



**Abbildung 4-3:** Prozentuale Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers.

Auch die Porengrößenverteilungen in Abbildung 4-2 belegen, dass die höhere Flächenporosität mit einer größeren Verschiebung nach links verbunden ist. Der Einfluss der Flächenporosität auf die Änderung der Porendurchmesser wird folgendermaßen erklärt. Die Membranen mit einer geringeren Flächenporosität bieten eine größere Kontaktfläche für die Walze. Die Kraft der Walze wird nun auf eine größere Oberfläche verteilt und der Druck, die auf eine bestimmte Fläche wirkt, verringert sich. Dies führt zu einer geringeren prozentualen Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers und resultiert in einer höheren mechanischen Stabilität der Membran gegenüber der Walzenbeanspruchung. Abbildung 4-4 veranschaulicht in einer REM-Aufnahme die morphologischen Veränderungen einer PET 1.0 Membran nach 1600 Walzzyklen.





**Abbildung 4-4:** Die PET 1.0 Membran weist nur geringfügige Veränderung der Struktur nach 1600 Walzzyklen auf.

Nach 1600 Walzzyklen belegen REM Aufnahmen nur geringe morphologische Veränderungen der Membran. Die vorher uniform runden Poren zeigen nach der Beanspruchung nur geringe Deformierungen. Die PET 1.0 Membran erweist sich daher als eine stabile Membran gegenüber der mechanischen Walzenbeanspruchung.



## 5 Walzenabnahme dünner Filterkuchen

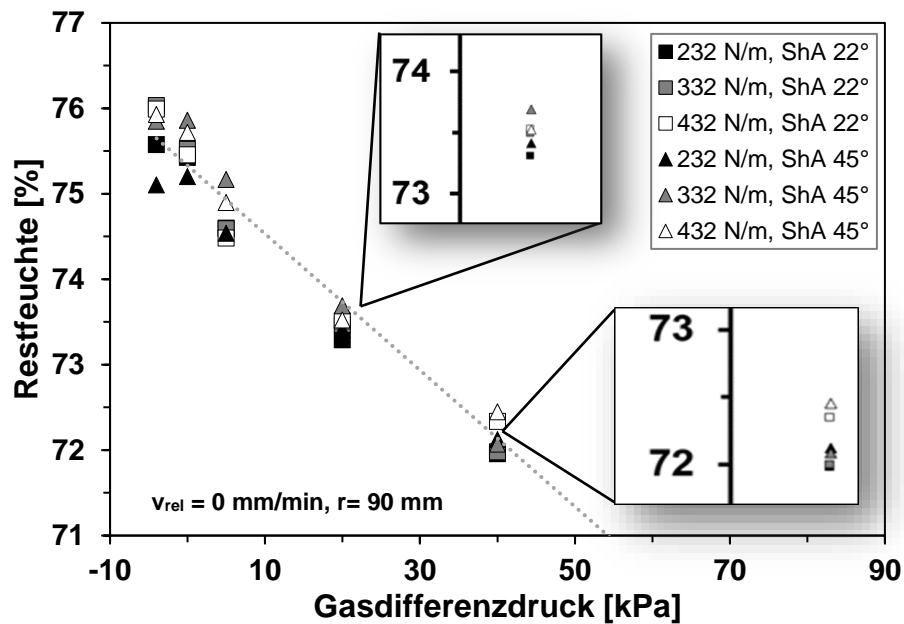
Dieser Abschnitt beschreibt die Abnahmemethode von dünnen Filterkuchen mittels einer weichen Walze. Hierzu ist in diesem Kapitel die Abnahme dünner und pastöser Filterkuchen von Polymermembranen in gleicher Bewegungsrichtung und in entgegengesetzter Bewegungsrichtung der Walze dargestellt. Der Einfluss auf die Restfeuchte ist bei beiden Abnahmevarianten zu vergleichen und die Einflüsse der Betriebsparameter, die die Abnahme beeinflussen, wie etwa die aufliegende Presskraft der Walze, der anliegende Gasdifferenzdruck, der Walzendurchmesser und die Shore-A Härten der Walzen sind zu untersuchen. Die Anteile der abgenommenen Filterkuchen dienen als Maß für die Effizienz der jeweiligen Abnahmemethode. Anschließend erfolgt die Übertragung der Abnahmemethode auf den Vakuumtrommelfilter.

---

Die in Kapitel 5.1-5.3 dargestellten Ergebnisse wurden im Rahmen von [85] publiziert und für diese Dissertation angepasst.

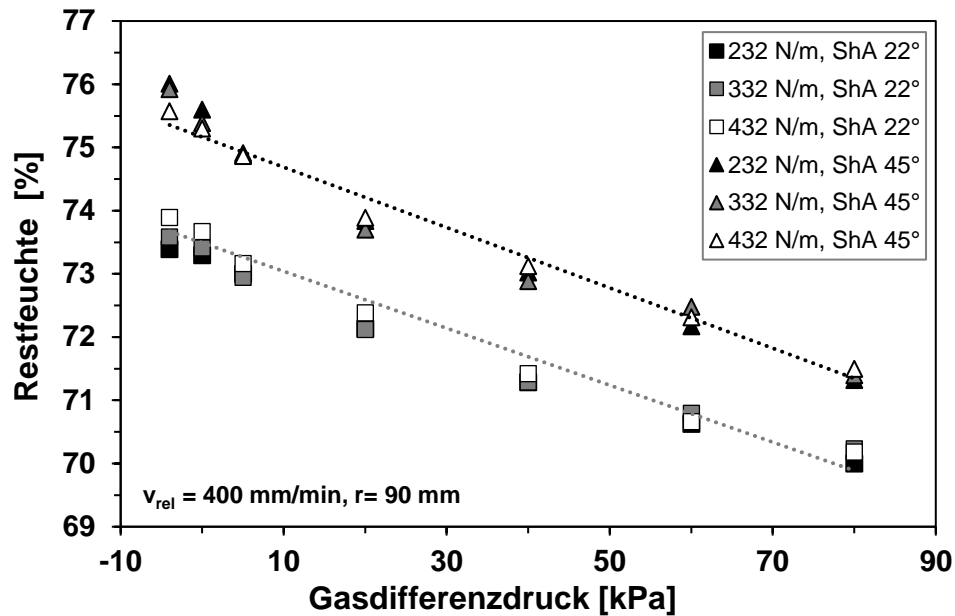
### 5.1 Einfluss auf die Restfeuchte

Die Walzenabnahme des Filterkuchens erfolgte bei anliegendem Unterdruck, um eine Rückbefeuchtung zu verhindern. Des Weiteren hängt die Restfeuchte des abgenommenen Filterkuchens vom anliegenden Gasdifferenzdruck während der Abnahme ab. Abbildung (5-1) zeigt den Einfluss des anliegenden Gasdifferenzdrucks auf die Restfeuchte bei gleicher Bewegungsrichtung der Walze und der Filterplatte ( $v_{rel} = 0$  mm/min).



**Abbildung 5-1:** Einfluss des anliegenden Gasdifferenzdrucks während der Abnahme auf die Restfeuchte des Filterkuchens.

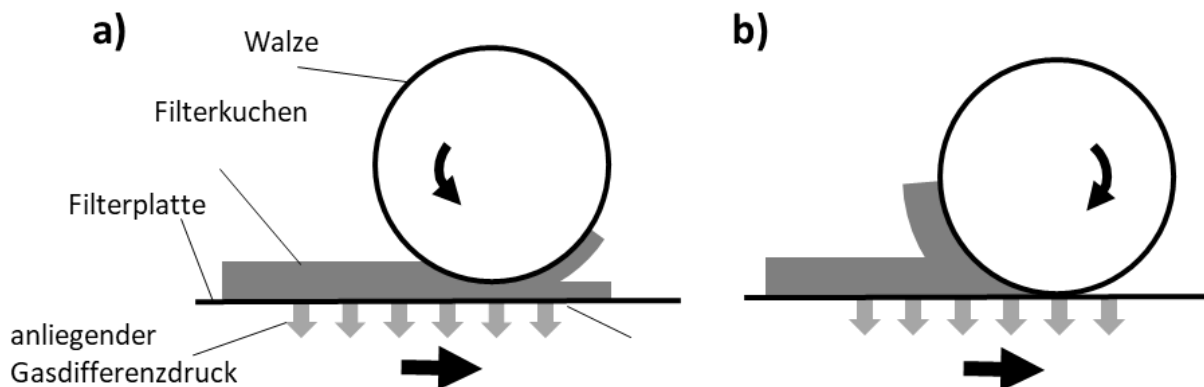
Es ist deutlich zu sehen, dass ein höherer Gasdifferenzdruck eine geringere Restfeuchte des Filterkuchens bewirkt. Die unterschiedlichen Linienpresskräfte im untersuchten Bereich sowie die verschiedenen Shore-A Härten der Walzen zeigen keinen signifikanten Einfluss auf die Restfeuchte. Ab einem Gasdifferenzdruck von 40 kPa konnte der Kuchen nicht mehr abgenommen werden, da der anliegende Gasdifferenzdruck zu hoch war.



**Abbildung 5-2:** Einfluss der entgegengesetzten Abnehmerichtung der Walze auf die Restfeuchte.

Untersuchungen der Walzenabnahme in entgegengesetzter Bewegungsrichtung zeigen, dass die Walze mit der geringeren Shore-A Härte die Restfeuchte des Filterkuchens verringert (5-2). Beim Vergleich zwischen einer Abnahme in gleicher und in entgegengesetzter Bewegungsrichtung einer Walze mit der Shore-A Härte 22° sieht man, dass die Restfeuchte bei der entgegengesetzten Bewegungsrichtung signifikant geringer ist. Bei der Abnahme in entgegengesetzter Bewegungsrichtung erfährt der Filterkuchen eine Scherbeanspruchung. Literaturquellen deuten darauf hin, dass die Scherung eines Filterkuchens einen Einfluss auf die Restfeuchte hat [320-323]. Dies führt zu einer Veränderung der Kuchenstruktur und setzt die Zwischenflüssigkeiten frei, so dass die Restfeuchte verringert wird. Die freigesetzte Flüssigkeit gelangt anschließend aufgrund des anliegenden Gasdifferenzdrucks ins Filtrat.

Bei der Abnahme mit einem Unterdruck von 0 kPa und einem geringen Überdruck von 5 kPa kann ein leichter Anstieg der Restfeuchte des abgenommenen Filterkuchens beobachtet werden. Grund hierfür ist die Rückbefeuchtung des Filterkuchens. Die Linienpresskräfte 232 N/m, 332 N/m und 432 N/m zeigen keinen signifikanten Einfluss auf die Restfeuchte. Abbildung 5-3 zeigt eine schematische Darstellung der beiden unterschiedlichen Bewegungsrichtungen bei der Abnahme mit der Walze.

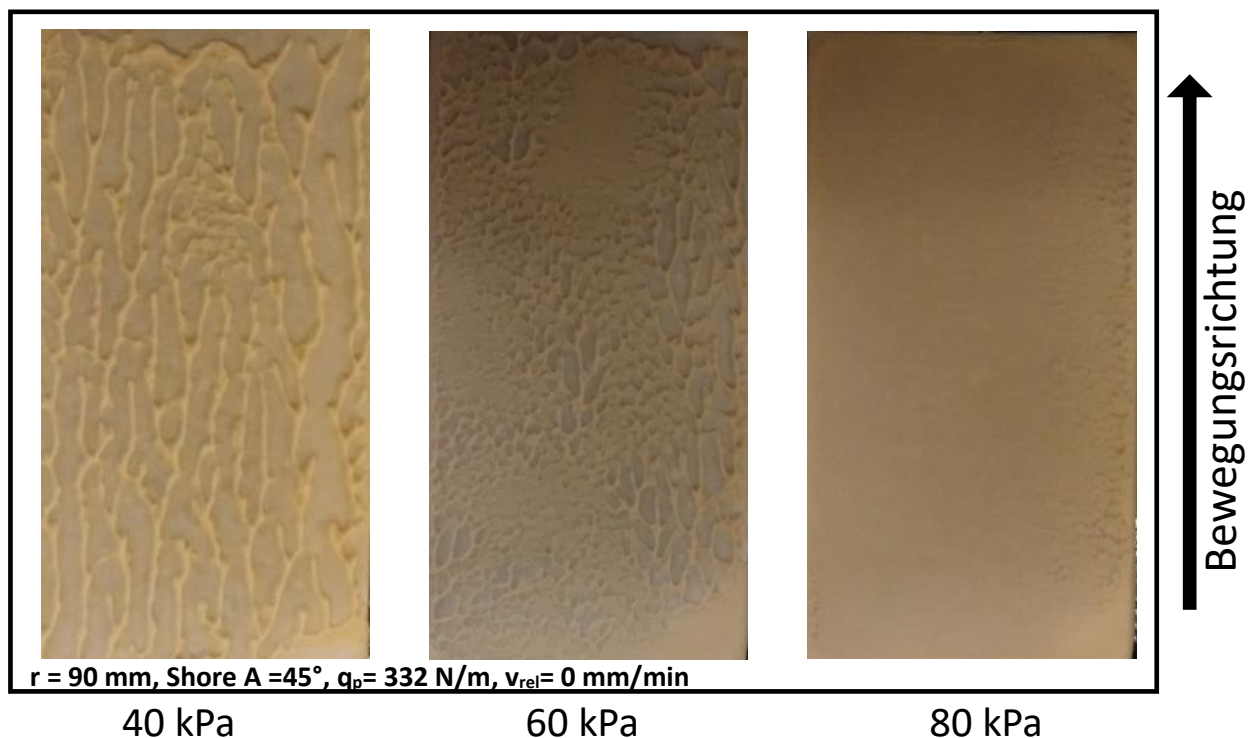


**Abbildung 5-3:** Abnahme in gleicher Bewegungsrichtung der Walze (links) und Abnahme in entgegengesetzter Bewegungsrichtung der Walze (rechts) bei einem anliegenden Unterdruck.

### 5.2 Walzenabnahme in gleicher Richtung

Die Drehrichtung der Walze hat einen erheblichen Einfluss auf das Abnahmeverhalten des Filterkuchens. Im Folgenden werden der Einfluss der Linienpresskraft, der Einfluss des Durchmessers und der Shore-A Härte für die Abnahme in gleicher Bewegungsrichtung der Walze präsentiert. Eine Abnahme in gleicher Bewegungsrichtung der Walze wird durch die Adhäsionskraft zwischen Walze und Filterkuchen, der Kohäsionskraft des Filterkuchens und der Adhäsionskraft zwischen Membran und Filterkuchen beeinflusst. Ist die Adhäsionskraft zwischen Filterkuchen und Membran höher als die Adhäsionskraft zwischen Filterkuchen und Walze, so ist die Abnahme nur unzureichend. Die Adhäsionskraft zwischen Membran und Filterkuchen wird zusätzlich durch den anliegenden Unterdruck erhöht. Sobald aber die Adhäsionskraft zwischen Walze und Kuchen höher ist, kann der Anteil des abgenommenen Filterkuchens erhöht werden. Dies setzt voraus, dass die Kohäsion des Filterkuchens ausreichend ist, um die Abnahme zu ermöglichen. Ist die Kohäsion des Filterkuchens gering, so wird der Filterkuchen in zwei Hälften geteilt, so dass der Filterkuchen nur teilweise abgenommen werden kann. Abbildung 5-4 zeigt die Einflüsse der verschiedenen anliegenden Unterdrücke auf die Abnahme des Filterkuchens. Eine Abnahme bei 40 kPa zeigt

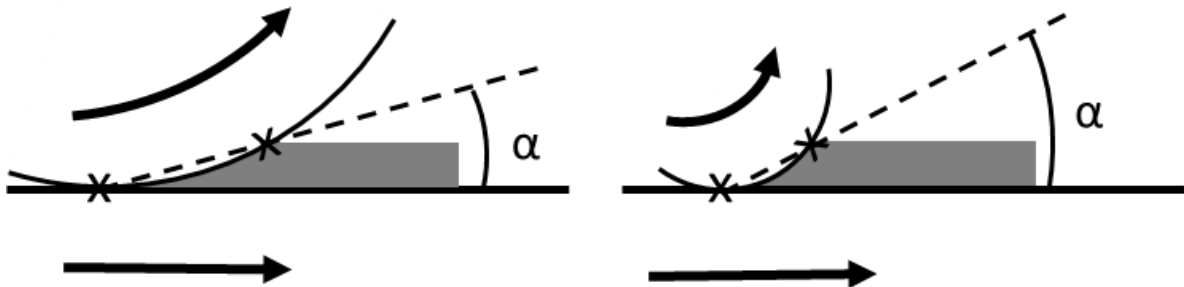
schlierenartige Muster auf der Membran. Diese Muster nehmen ab, sobald sich der Unterdruck erhöht. Grund hierfür ist, dass der anliegende Unterdruck die Haftkraft zwischen Filterkuchen und Membran erhöht. Dadurch nimmt auch der Anteil des abgenommenen Filterkuchens ab und verbleibt auf der Membran. Dies konnte bei allen Walzenabnahmen in gleicher Bewegungsrichtung beobachtet werden.



**Abbildung 5-4:** Einfluss des anliegenden Gasdifferenzdrucks auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens.

Im nachfolgenden werden die Einflüsse der Walzendurchmesser, der Shore-A Härten und der Linienpresskräfte auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens diskutiert. Bei einem größeren Walzendurchmesser verringert sich der Kontaktwinkel zwischen der Membran und der Walze. Der Kontaktwinkel  $\alpha$  resultiert aus dem Schnittpunkt der Walze mit dem Filterkuchen und der Tangente des Kontaktpunkts mit der Filterplatte. Wie in Abbildung 5-5 schematisch gezeigt wird, verkleinert sich dadurch der Winkel mit dem der Kuchen von der

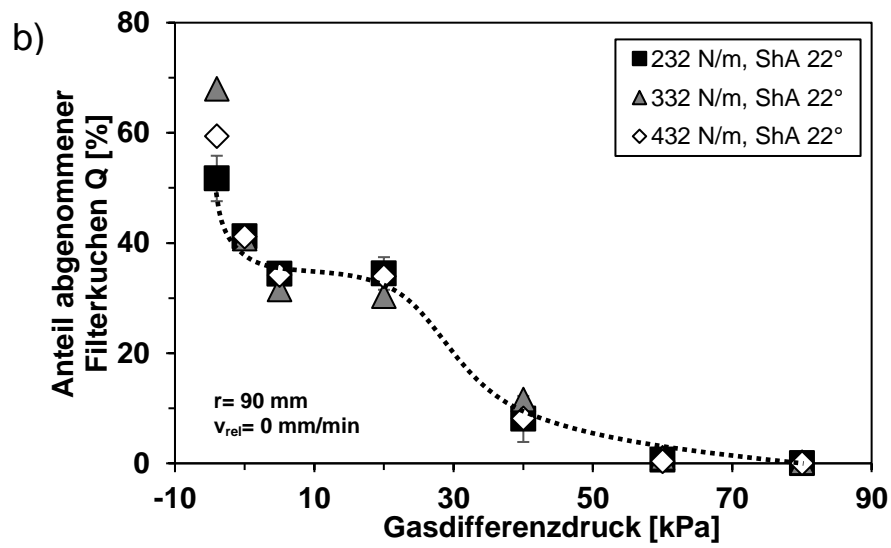
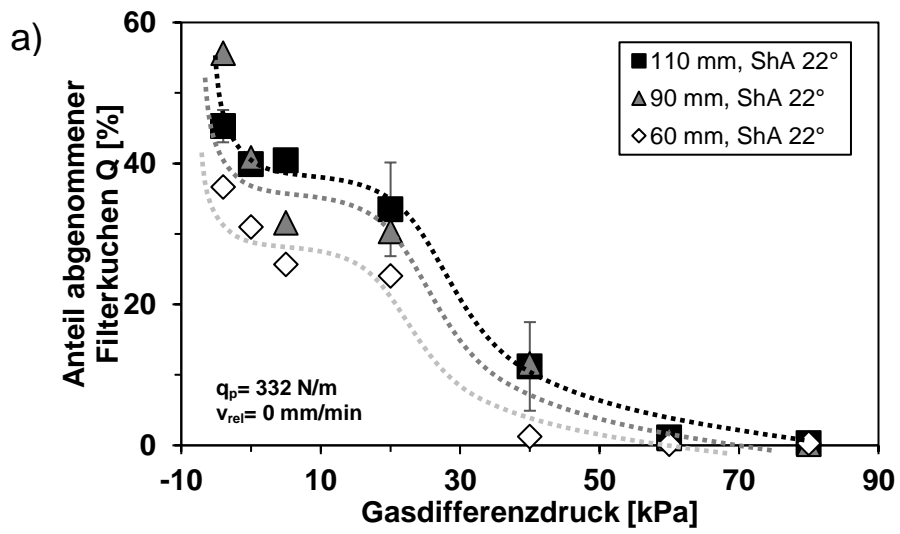
Membran aufgenommen wird. Abbildung 5-6 a) zeigt, dass ein größerer Walzendurchmesser einen höheren Anteil des Filterkuchens abnehmen kann. Dieser verringerte Abnahmewinkel  $\alpha$  der Walze führt folglich zu einem erhöhten Anteil des Filterkuchens, der auf die Walze übertragen wird.

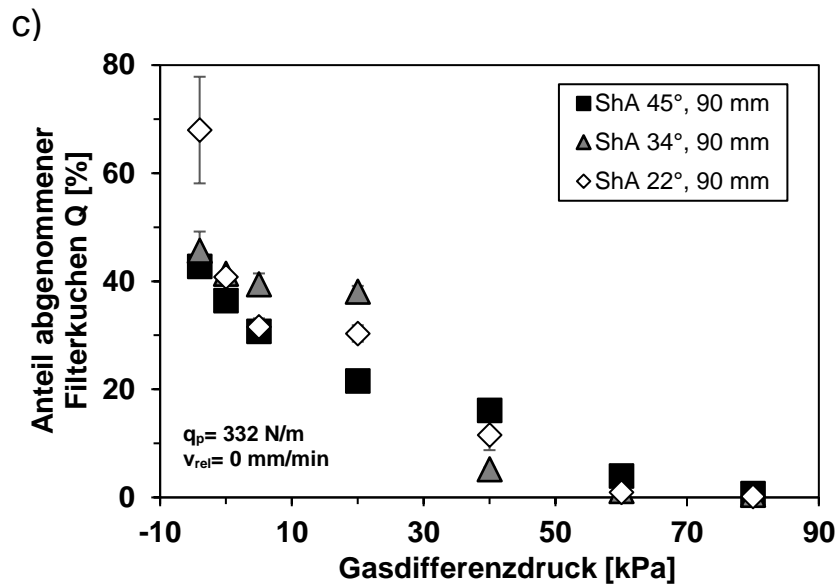


**Abbildung 5-5:** Ein größerer Walzendurchmesser verursacht einen kleineren Kontaktwinkel auf der Filterplatte als eine Walze mit einem geringeren Durchmesser.

Nur wenig Einfluss auf das Abnahmeverhalten hingegen hat die Linienpresskraft (Abbildung 5-6 b)). Alle drei untersuchten Linienpresskräfte 232 N/m, 332 N/m und 432 N/m zeigen denselben Verlauf des abgenommenen Filterkuchenanteils. Auch der Vergleich unterschiedlicher Shore-A Härten weist einen ähnlichen Verlauf auf. Diese Verläufe besitzen bei allen Einstellungen ein Plateau bei einem Unterdruck von 20 kPa, das dann wieder abflacht. Es ist bei allen Einstellungen kein linearer Zusammenhang zwischen anliegendem Unterdruck und dem abgenommenen Filterkuchenanteil zu erkennen. Keine der untersuchten Einstellungen resultiert in eine komplette Abnahme des Filterkuchens. Bei den unterschiedlichen Shore-A Härte der Walzen ist zwischen der Shore-A Härte 22°, 34° und 45° kein Trend zu beobachten (Abbildung 5-6 c)). Jedoch weisen die Verläufe auch hier ein Plateau bei etwa 20 kPa auf. Keine der drei untersuchten Parameter kann in gleicher Bewegungsrichtung der Walze eine komplette Abnahme des Filterkuchens erzielen.





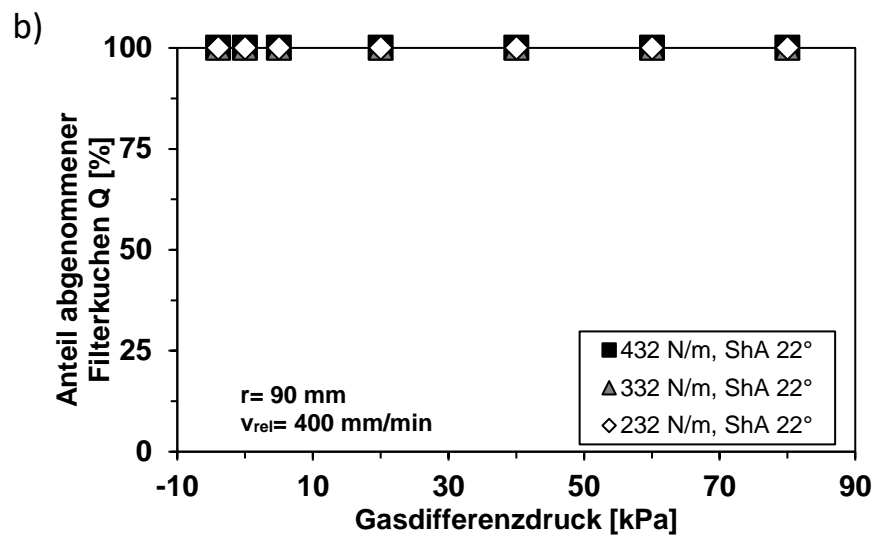
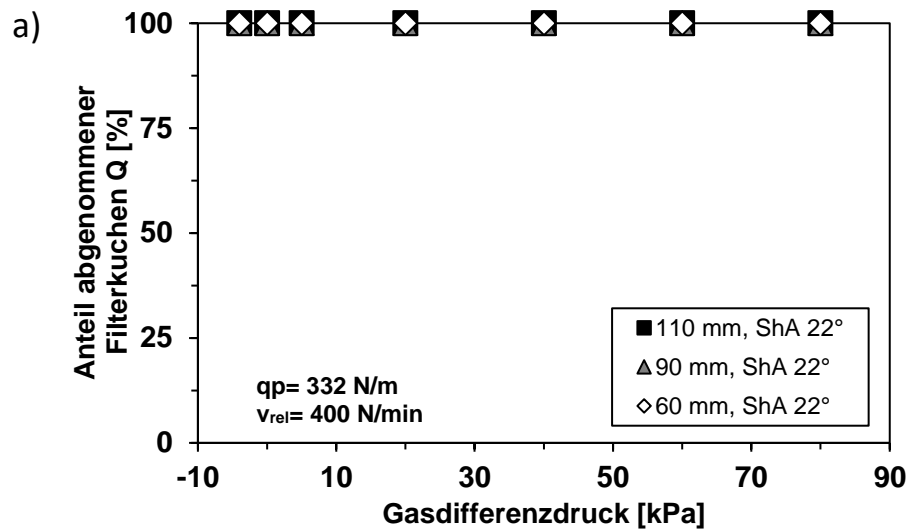


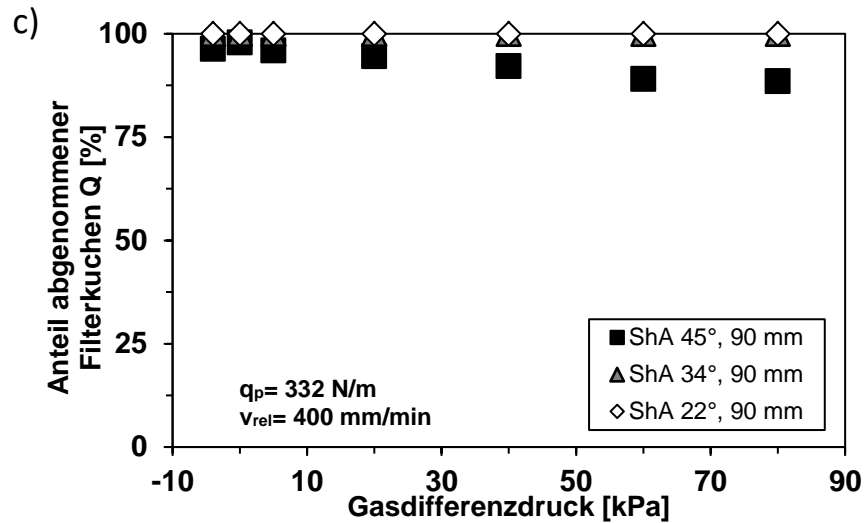
**Abbildung 5-6:** Einfluss der Walzenparameter auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens in gleicher Bewegungsrichtung der Walze auf der Filterplatte. a) Unterschiedliche Walzendurchmesser, b) Unterschiedliche Linienpresskräfte, c) Unterschiedliche Shore-A Härten.

### 5.3 Walzenabnahme in entgegengesetzter Richtung

Die Abnahme des Filterkuchens in entgegengesetzter Bewegungsrichtung der Walze zeigt einen signifikanten Einfluss auf das Abnahmeverhalten. Die Abbildungen 5-7 a) und 5-7 b) zeigen eine vollständige Abnahme des Filterkuchens von der Filterplatte. Bei der Abnahme in entgegengesetzter Bewegungsrichtung wird der Filterkuchen durch eine scherartige Bewegung auf die Walze übertragen. Die verschiedenen untersuchten Walzendurchmesser 60 mm, 90 mm und 110 mm können den Filterkuchen komplett abnehmen. Ein Unterschied zwischen den verschiedenen Durchmessern war auf der Filterplatte nicht zu erkennen. Auch die verschiedenen Linienpresskräfte 232 N/m, 332 N/m und 432 N/m resultieren in eine vollständige Abnahme des Filterkuchens. Doch beim Vergleich unterschiedlicher Shore-A Härten fiel auf, dass sich eine höhere Shore-A Härte der Walze negativ auf das Abnahmeverhalten auswirkt (Abbildung 5-7 c)). In diesem Fall verringerte sich auch mit ansteigendem Unterdruck der Anteil des abgenommenen Filterkuchens. Dies ist damit zu erklären, dass sich eine härtere Walze bei der Kontaktstelle weniger deformiert als eine

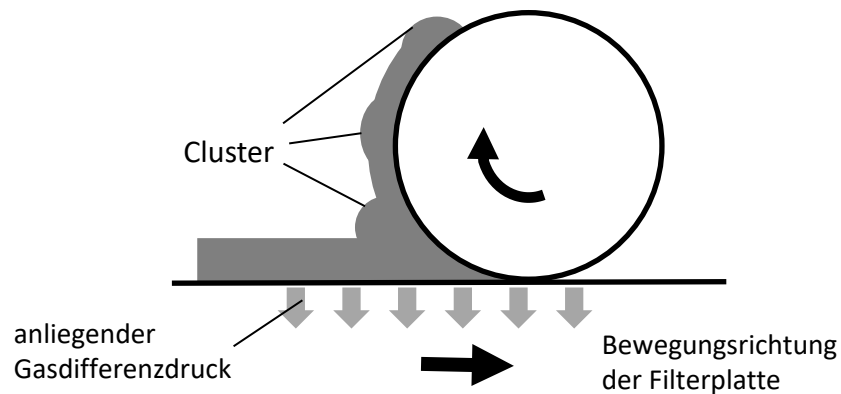
weichere Walze. Dadurch stellt sich ein kleinerer Kontaktwinkel als bei einer weicheren Walze ein (Abbildung 5-12 b)). Für eine komplette Abnahme ist daher eine weiche Walze mit einer Shore-A Härte von 22° zu verwenden.





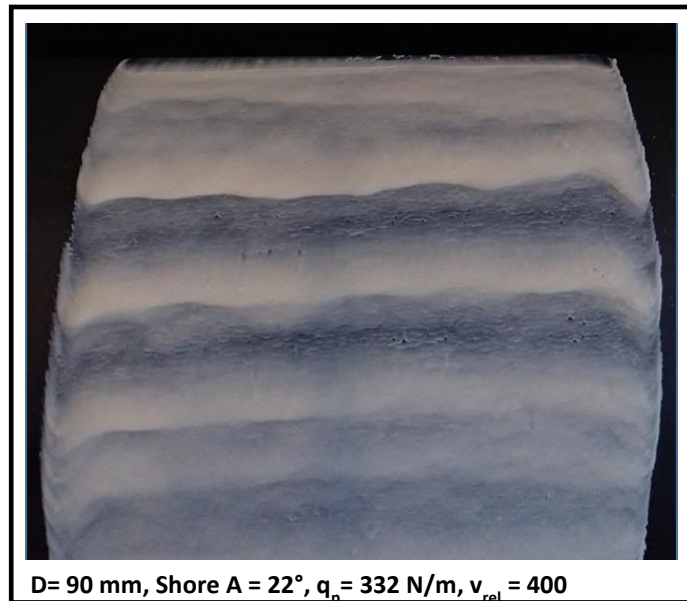
**Abbildung 5-7.** Einfluss der Walzenparameter auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens in entgegengesetzter Bewegungsrichtung der Walze auf der Filterplatte. a) Unterschiedliche Walzendurchmesser, b) Unterschiedliche Linienpresskräfte, c) Unterschiedliche Shore-A Härten.

Im nachfolgenden wird der Mechanismus erklärt, der dieser Abnahmemethode zugrunde liegt. Bei der Walzenabnahme in entgegengesetzter Bewegungsrichtung häuft sich vor der Walze der Filterkuchen an. Es bildet sich ein Cluster zwischen Filterplatte und Walze. Dieser Cluster wird durch die entgegengesetzte Bewegungsrichtung der Walze abgetragen (Abbildung 5-8).



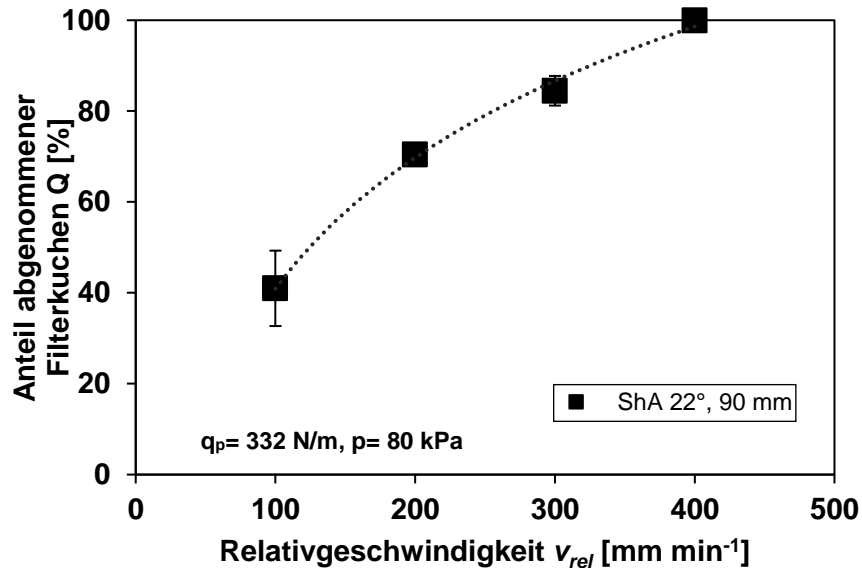
**Abbildung 5-8:** Cluster bilden sich vor der Walze aus und werden durch die Drehbewegung auf die Walze übertragen.

Dadurch bildet sich ein Streifenmuster auf der Abnahmewalze aus (Abbildung 5-9). Die Streifen sind hierbei die Cluster, die sich vor der Walze ausbilden und auf die Walze übertragen wurden.



**Abbildung 5-9:** Im abgenommenen Filterkuchenanteil auf der Walze bilden sich Streifenmuster aus, die durch die Clusterbildung des Filterkuchens entstanden sind.

Für die komplette Abnahme des Filterkuchens spielen neben den Walzenparametern auch die relative Geschwindigkeit  $v_{rel}$  zwischen Walze und Filterplatte eine wichtige Rolle. Je höher die Relativgeschwindigkeit ist, desto größer ist der Anteil des Filterkuchens, der abgenommen wird (Abbildung 5-10).

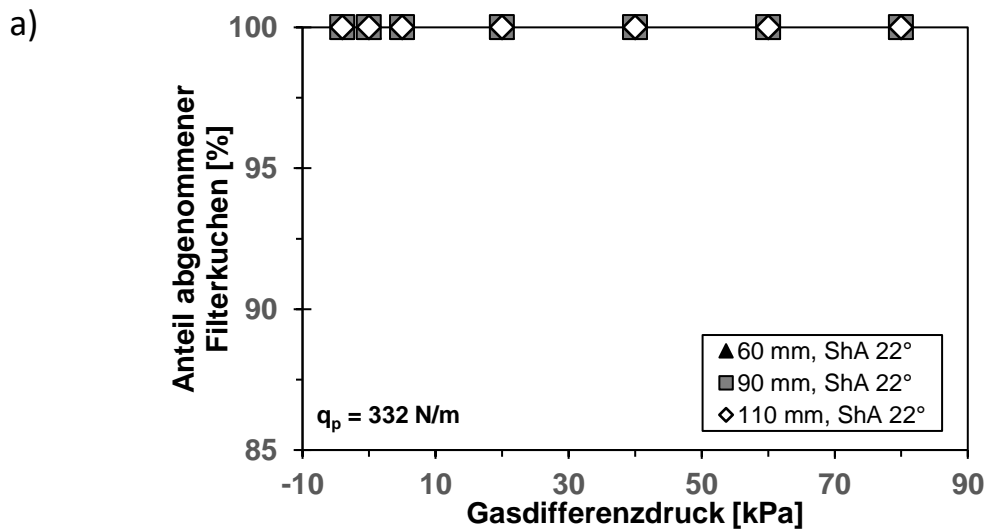


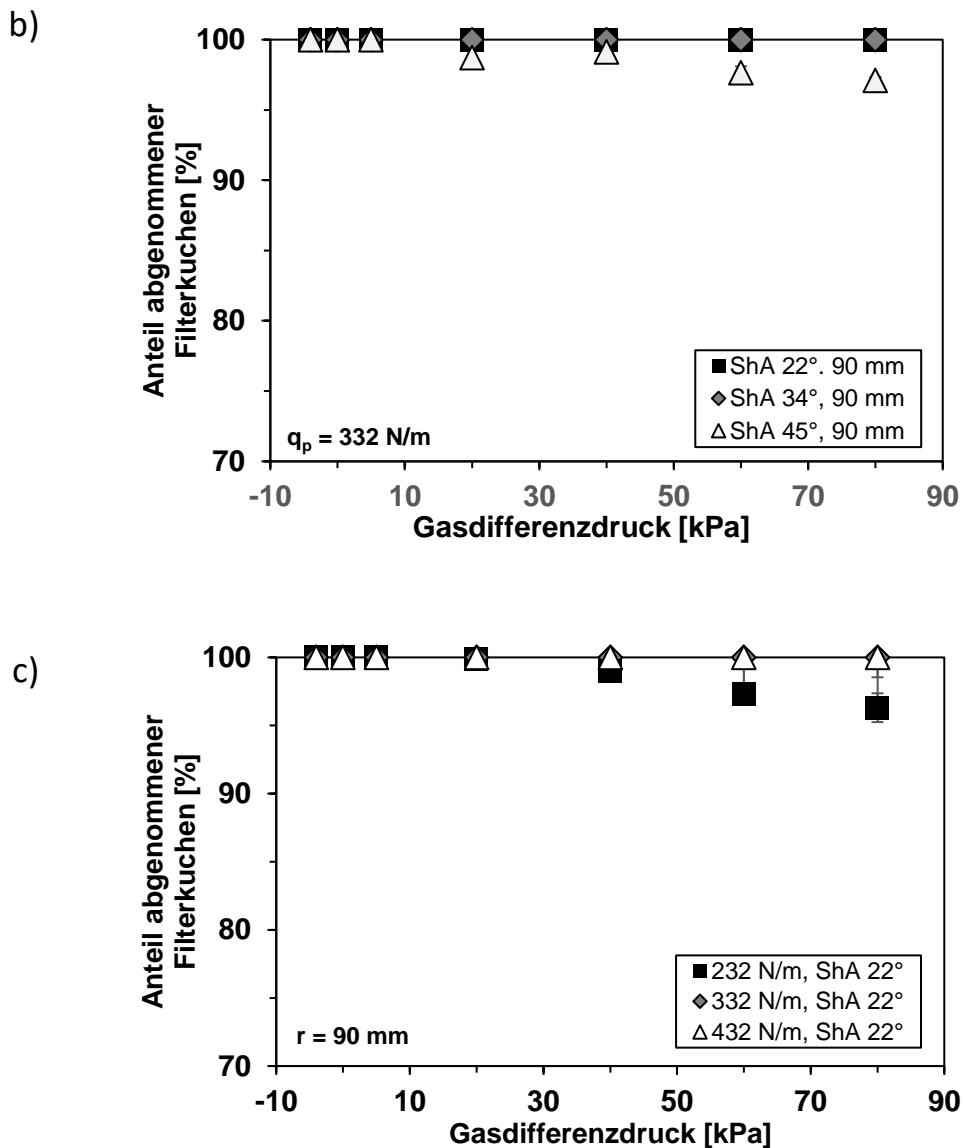
**Abbildung 5-10:** Einfluss der Relativgeschwindigkeit auf den abgenommenen Filterkuchenanteil bei entgegengesetzter Bewegungsrichtung.

#### 5.4 Übertragung auf den Vakuumtrommelfilter

Für eine Übertragung auf einen Trommelfilter wird die Walzenabnahme auf einen Trommelfilter im Pilotmaßstab umgesetzt und die Parameter Shore-A Härte, Walzendurchmesser und Linienpresskraft untersucht. Der wesentliche Unterschied zur Filterplatte besteht in einem unterschiedlichen Abnahmewinkel, der sich aus der Krümmung des Trommelfilters ergibt. In diesen Versuchen wird die Abnahme des Filterkuchens in entgegengesetzter Bewegungsrichtung verglichen, da diese Methode eine komplette Abnahme auf der Filterplatte ermöglichte. Zunächst werden die Parameter Durchmesser und Shore-A Härte bei gleicher Linienpresskraft wie auf der Filterplatte verglichen. Abbildung 5-11 a) zeigt bei den untersuchten Walzendurchmesser  $d = 60$  mm,  $d = 90$  mm und  $d = 110$  mm auf dem Vakuumtrommelfilter eine komplette Abnahme des Filterkuchens. Die Untersuchung verschiedener Shore-A Härten auf dem Trommelfilter zeigen ebenso ähnliche Verläufe wie auf der Filterplatte (Abbildung 5-11 b)). Auch hier weist die Walze mit einer Shore-A Härte von  $45^\circ$  eine unvollständige Abnahme auf. Die Variation der Parameter Durchmesser und Shore-A Härten deuten somit in Abbildung 5-11 a) und 5-11 b) auf einen

ähnlichen Verlauf wie auf der Filterplatte hin, da diese trotz der Krümmung auf dem Trommelfilter einen ähnlichen Kontaktwinkel wie auf der Filterplatte ausbilden. Der ähnliche Kontaktwinkel bei den Parametern Shore-A Härte und Durchmesser ist der erhöhten Linienpresskraft von 332 N/m zuzuschreiben. Die Walze mit dem Durchmesser von  $d = 90$  mm und der Shore-A Härte von  $45^\circ$  kann hier auf dem Trommelfilter ebenso wie auf der Filterplatte nur einen kleinen Kontaktwinkel erreichen. Weshalb mit dieser Walze nur unzureichende Abnahmeergebnisse erzielt wurden.





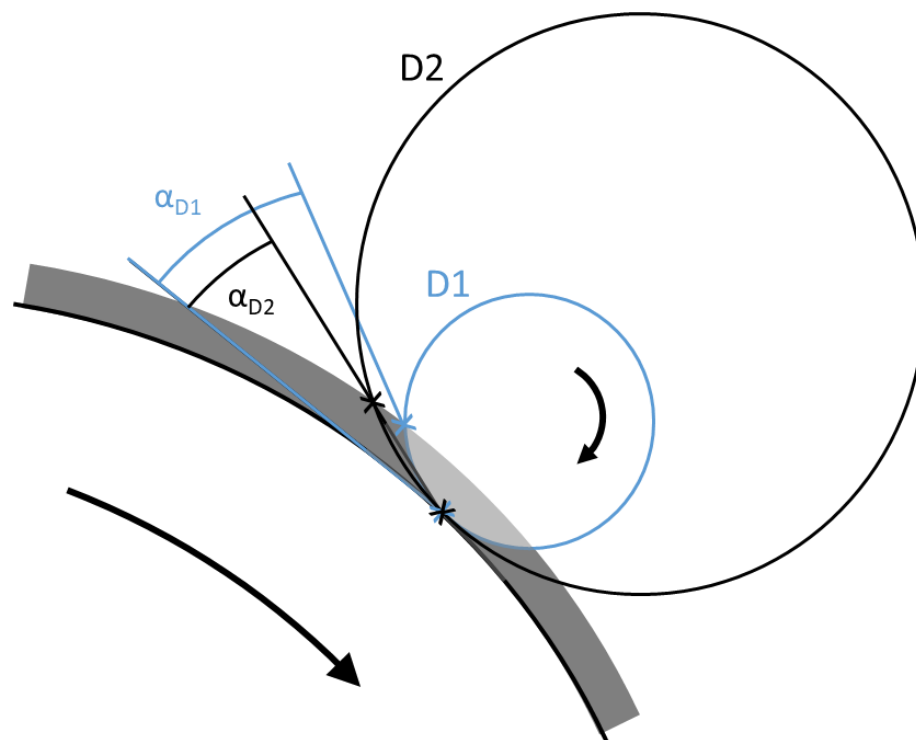
**Abbildung 5-11:** Vergleich des Einflusses der verschiedenen Walzenabnahmeparameter auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens auf dem Trommelfilter: a) Walzendurchmesser, b) Shore-A Härte, c) Linienpresskraft.

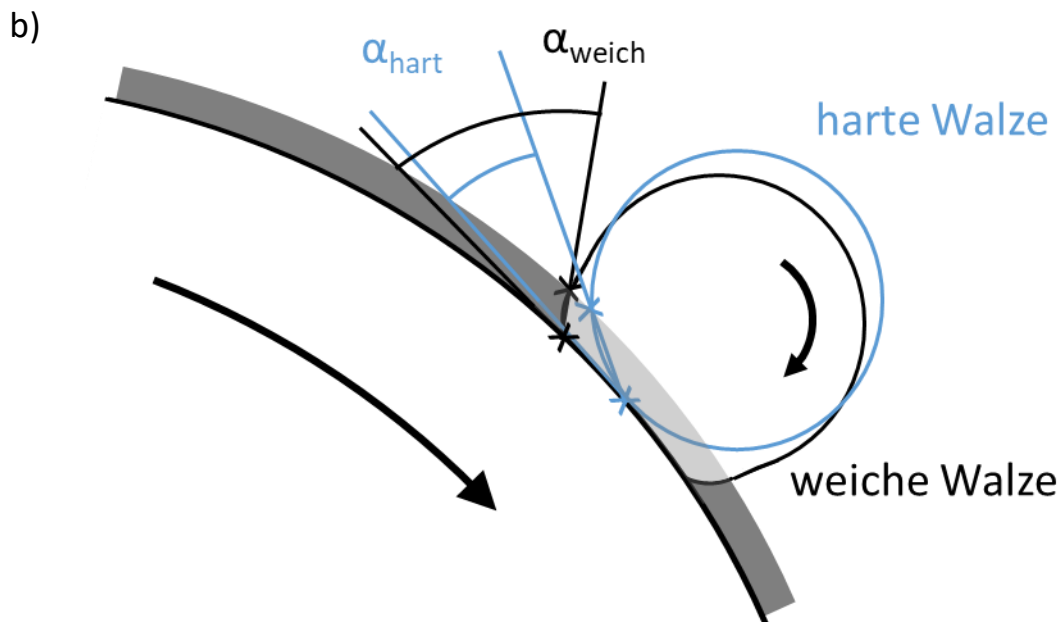
In Abbildung 5-11 c) sieht man allerdings, dass die Walze mit der Linienpresskraft von 232 N/m einen geringeren Filterkuchenanteil abnimmt als auf der Filterplatte. Dies liegt an der Krümmung des Trommelfilters. Durch die Krümmung entsteht ein größerer Kontaktwinkel



zwischen Trommelfilter und Walze. Erhöhen sich die Linienpresskräfte auf 332 N/m oder 432 N/m so schmiegt sich die Walze an den Trommelfilter an, erhöht den Kontaktwinkel und der Anteil des abgenommenen Filterkuchens steigt an. In Abbildung 5-11 a) hat jeder untersuchte Walzendurchmesser eine komplette Abnahme gezeigt. Jeder dieser Durchmesser besitzt einen ausreichend großen Kontaktwinkel, um die vollständige Abnahme bei der anliegenden Linienpresskraft von 332 N/m zu ermöglichen. Der Einfluss der Walzengeometrie und der Walzenbeschaffenheit auf den Kontaktwinkel  $\alpha$  ist in Abbildung 5-12 schematisch dargestellt.

a)





**Abbildung 5-12:** a) Ein größerer Durchmesser der Walze führt zu einem geringeren Kontaktwinkel zwischen der Walze und dem Filterkuchen, b) Nach Anlegen einer Linienpresskraft verformt sich eine weichere Walze mehr als eine harte Walze und besitzt dadurch einen größeren Kontaktwinkel zwischen der Walze und dem Filterkuchen.

Der Kontaktwinkel  $\alpha$  entsteht aus der Tangente am Kontaktpunkt der Filtertrommel mit der Walze und der Geraden zwischen dem Schnittpunkt des Filterkuchens mit der Walze und dem Kontaktpunkt. Wie aus der Abbildung 5-12 a) zu erkennen ist, bildet sich aufgrund des größeren Durchmessers ein kleinerer Kontaktwinkel aus. Bei der weichen Walze verschiebt sich der Kontaktpunkt durch die Verformung der Walze weiter nach oben. Die Abbildung 5-12 b) zeigt, dass eine weichere Walze zu einem größeren Kontaktwinkel führt. Eine härtere Walze hingegen verformt sich weniger und bildet daher einen kleineren Kontaktwinkel aus. Des Weiteren verringert sich der Kontaktwinkel durch eine Krümmung des Trommelfilters, da der Schnittpunkt zwischen Filterkuchen und Walze tiefer anliegt.

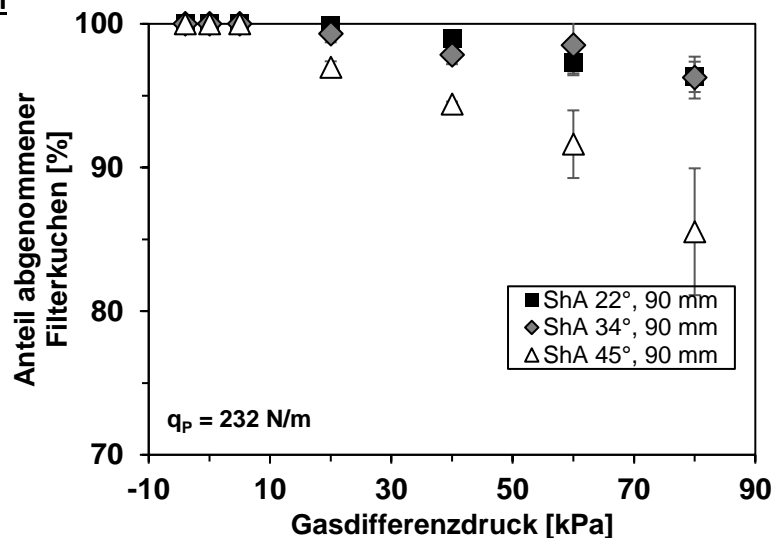
Um den Sachverhalt zu erklären, werden weitere Ergebnisse der verschiedenen Shore-A Härten und Durchmesser in Abhängigkeit der Linienpresskraft auf dem Trommelfilter gezeigt (Abbildungen 5-13 und 5-14). Geringere Shore-A Härten benötigen nur eine kleinere

Linienpresskraft, um einen größeren Kontaktwinkel zwischen Walze und Trommel zu erzielen. Daher ist der Anteil des abgenommenen Filterkuchens bei weicheren Walzen höher (Abbildung 5-13 a)). Erhöht sich die Linienpresskraft auf 332 N/m so sieht man, dass sich die Walzen mit der Shore-A Härte 22° und 34° bereits eine vollständige Abnahme ermöglichen. Die Walze mit der Shore-A Härte von 45° bildet aufgrund der Härte des Materials keinen Kontaktwinkel aus, der für die vollständige Abnahme ausreichend ist (Abbildung 5-13 b)). Erst bei einer weiteren Erhöhung der Linienpresskraft stellt sich bei der Walze mit einer Shore-A Härte von 45° eine nahezu komplette Abnahme ein, da das Material bei Erhöhung der Linienpresskraft weiter an die Trommel angedrückt und verformt wird, so dass sich auf diese Weise ein größerer Kontaktwinkel zwischen Trommel und Walze einstellt (Abbildung 5-13 c)).

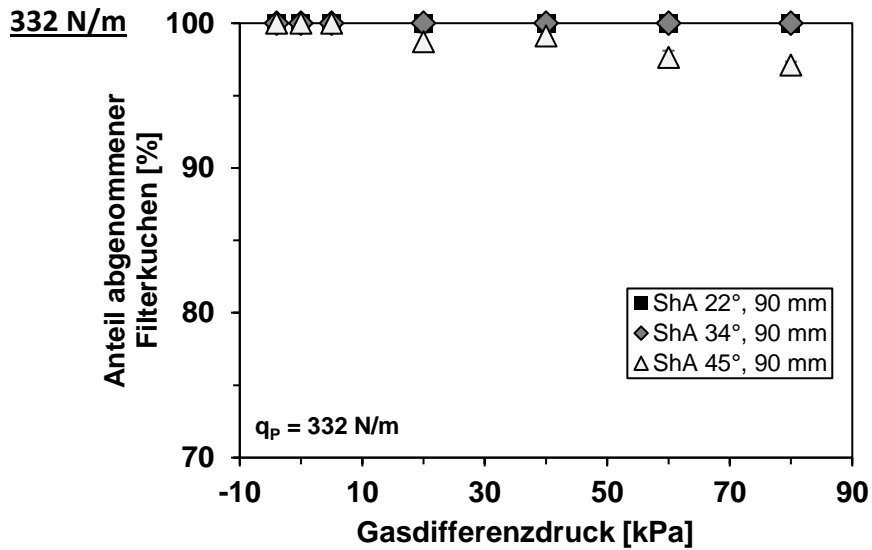
In den Abbildungen 5-13 sieht man deutlich, dass die Linienpresskräfte ein wichtiger Einflussfaktor sind. Je weicher die Walze, desto mehr Filterkuchen kann abgenommen werden. Der Einfluss der Härte der Walzen nimmt aber mit zunehmender Linienpresskraft ab. Somit kann eine größere Linienpresskraft die Verwendung einer härteren Walze teilweise kompensieren.

a) Linienpresskraft:

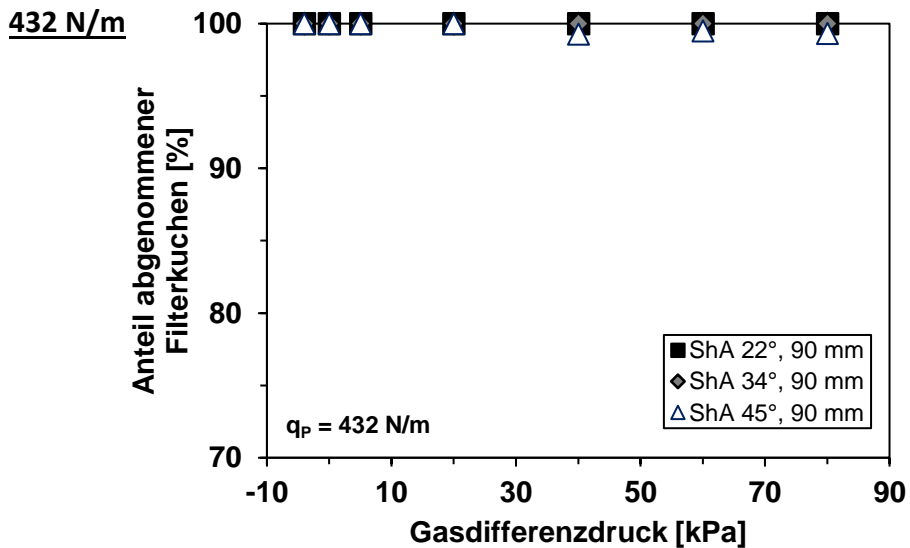
232 N/m



b) Linienpresskraft:



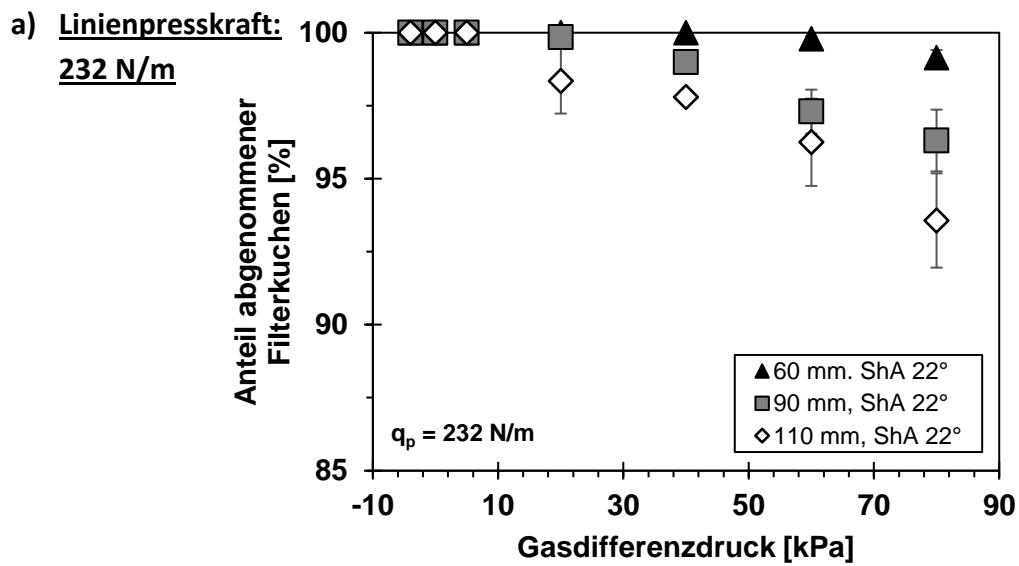
c) Linienpresskraft:

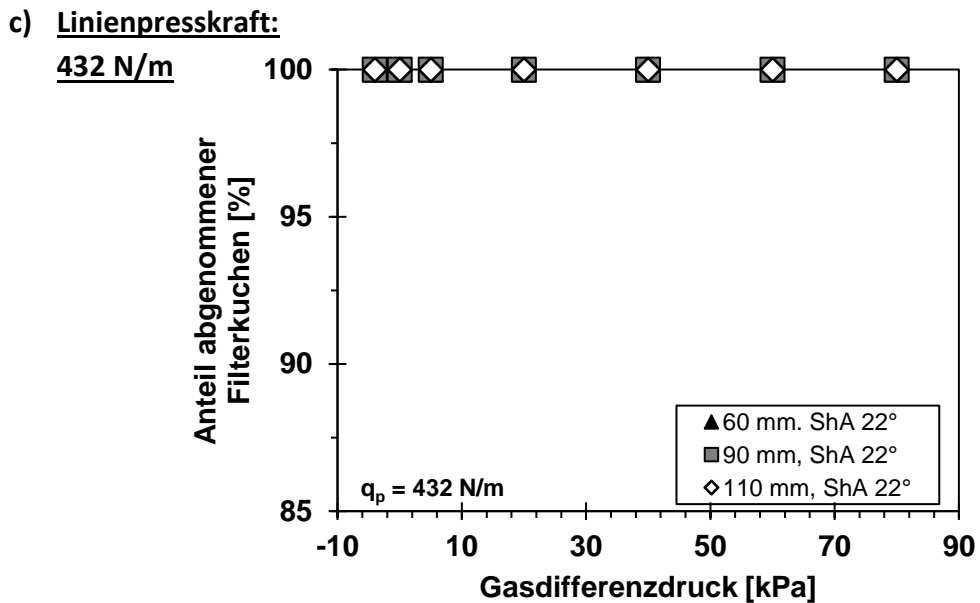
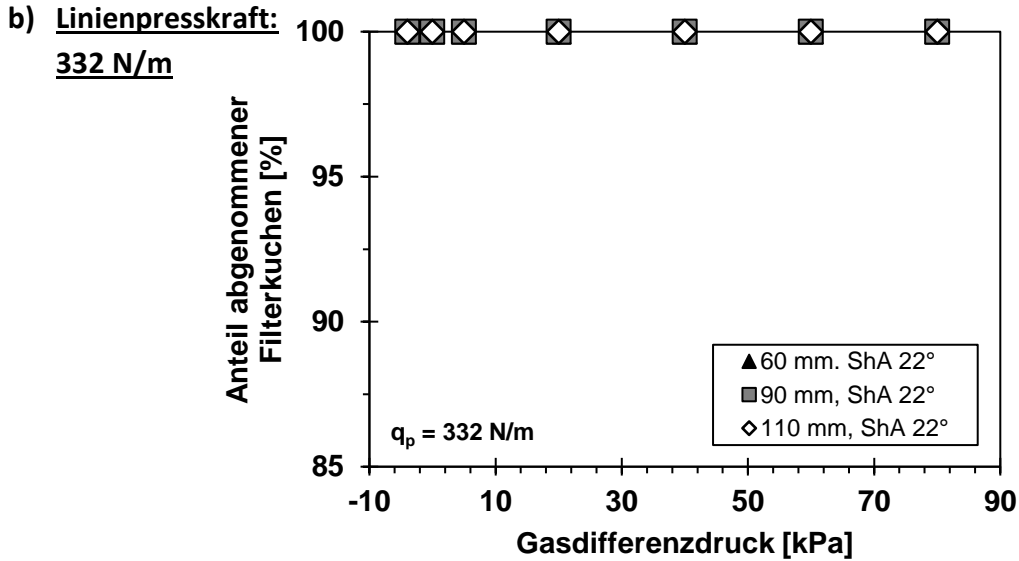


**Abbildung 5-13:** Darstellung des abgenommenen Filterkuchenanteils auf dem Vakuumtrommelfilter in gegensinniger Abnahmerichtung. Die Linienpresskraft nimmt von a) nach c) zu.

In der Abbildung 5-14 a) sieht man bei größeren Durchmessern einen Abfall des abgenommenen Filterkuchenanteils. Das ist damit zu erklären, dass sich der Kontaktwinkel, wie oben bereits beschrieben, durch den größeren Durchmesser verringert wird. Bei größeren Kontaktwinkeln hingegen verbessert sich die Abnahme des Filterkuchens. Aus

diesem Grund sieht man bei kleineren Durchmessern eine bessere Abnahme. Erhöht sich nun die Linienpresskraft so sieht man in den Abbildungen 5-14 b) und 5-14 c) eine komplette Abnahme des Filterkuchens, da sich durch Erhöhung der Linienpresskraft und eine damit verbundene Verformung der Walze größere Kontaktwinkel ausbilden.





**Abbildung 5-14:** Vergleich des Einflusses unterschiedlicher Durchmesser auf den abgenommenen Filterkuchenanteil. Hier zeigt sich die Linienpresskraft als wichtiger Einflussfaktor für die komplette Filterkuchenabnahme. Bei geringeren Linienpresskräften sieht man, dass ein größerer Walzendurchmesser eine schlechtere Abnahme verursacht. Mit Zunahme der Linienpresskraft nimmt der Einfluss des Walzendurchmessers auf den abgenommenen Filterkuchenanteil ab.

Die Walzenabnahme dünner Filterkuchen zeigt, dass sie in entgegengesetzter Bewegungsrichtung eine vollständige Abnahme ermöglicht. Hierbei sind die Parameter Walzendurchmesser, Shore-A Härte der Walze und die Linienpresskraft von Bedeutung. Diese Parameter beeinflussen den Kontaktwinkel zwischen Trommelfilter und Walze. Vor allem bei der Abnahme auf dem Trommelfilter waren diese Walzenparameter aufgrund der Krümmung des Trommelfilters und der damit verbundenen Veränderung des Kontaktwinkels signifikanter.

Diese beschriebenen Phänomene waren auf einem Trommelfilter im Pilotmaßstab zu sehen. Industriell eingesetzte Trommelfilter haben einen weitaus größeren Durchmesser als der hier verwendete Trommelfilter mit einem Durchmesser von 30 cm. Weshalb davon auszugehen ist, dass dieses Phänomen die Filterkuchenabnahme bei größeren Trommelfiltern weniger beeinflussen wird. Dennoch bleibt der Kontaktwinkel für die Walzenabnahme in entgegengesetzter Bewegungsrichtung ein wichtiger Faktor, der durch die Walzenparameter beeinflusst werden kann.





## 6 Hochdruckreinigung von Polymermembranen

Für den Einsatz der Membran für die Dünnschichtfiltration auf dem Trommelfilter ergeben sich einige neue Anforderungen an den Reinigungsprozess. Eine Konstruktionsmöglichkeit der hier vorgestellten Hochdruckreinigung von Membranen auf dem Vakuumtrommelfilter ist im Anhang A-4 gezeigt. Das folgende Kapitel befasst sich mit der Hochdruckreinigung von Polymermembranen bei unterschiedlichen Drücken, Zeiten, Winkeln, Temperaturen und mit dem Einsatz von Tensiden.

Zunächst ist für den Nachweis der mechanischen Stabilität der Einfluss der Hochdruckreinigung auf die Polymermembran zu untersuchen. Hierzu wird die Porengrößenverteilung der Membran nach zehn Reinigungszyklen mittels Kapillarflussporometrie ermittelt und mit der Porengrößenverteilung einer neuen Membran verglichen. Dies gibt Aufschluss über das Maß der morphologischen Veränderung der Membran durch die Hochdruckreinigung. Anschließend erhöhte sich die Anzahl der Reinigungszyklen auf 1800. Eine Filtration mit einer Mikroalgensuspension in einer Drucknutsche erzeugte das Fouling der Membranen. Schließlich wurde die Hochdruckreinigung bei unterschiedlichen Reinigungsparametern untersucht und die Flüssigkeitsdurchsätze und die Porengrößenverteilungen der Membranen miteinander verglichen. Zusätzlich analysierte ein UV-vis-Spektrometer das Filtrat, um den Durchbruchzeitpunkt der Mikroalgen zu bestimmen.

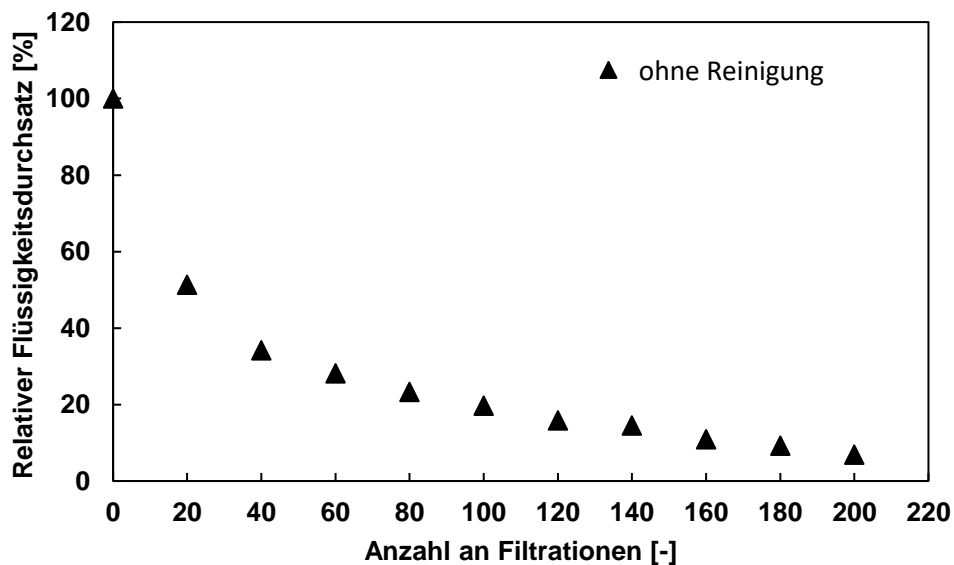
---

Die in Kapitel 6.1 dargestellten Ergebnisse wurden im Rahmen von [90] publiziert und für diese Dissertation angepasst.

## 6.1 Einfluss der Einstellparameter Druck, Winkel und Dauer

### Fouling der Membran

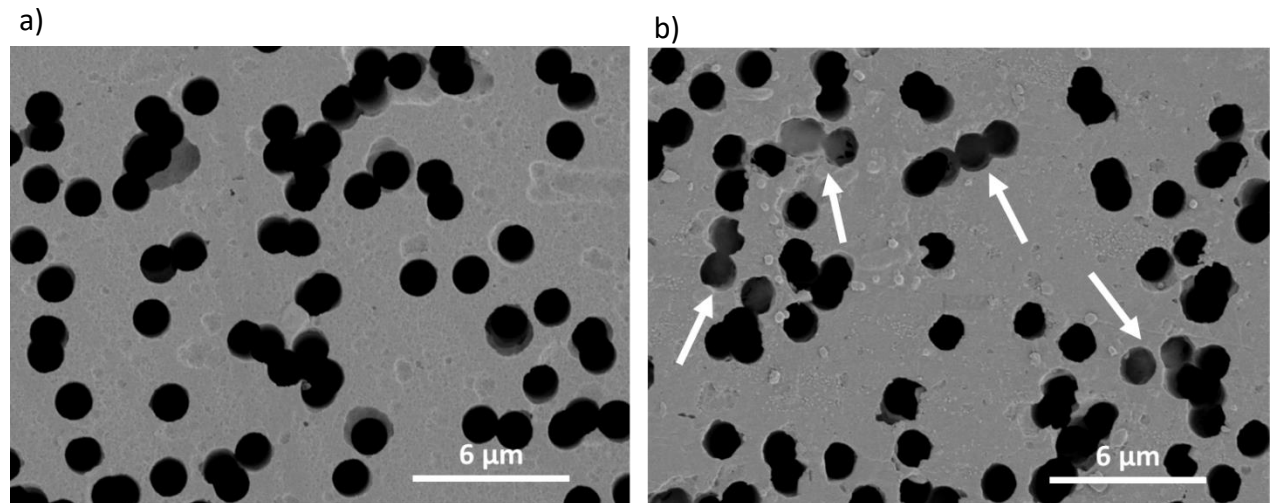
Zunächst zeigt die Abbildung 6-1 den Einfluss des Foulings auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran. Bereits nach 20 Filtrationsschritten hat die Membran nur noch die Hälfte des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes. Bei 200 Filtrationsschritten in der Drucknutsche besitzt die Membran nur noch 7% des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes. Ein derart geringer Flüssigkeitsdurchsatz würde den nachfolgenden Filtrationsprozess erheblich beeinflussen.



**Abbildung 6-1:** Einfluss des Foulings auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran bei einem Gasdifferenzdruck von  $\Delta p = 0,8$  bar.

In einer REM-Aufnahme der Membran sind nach 200 Filtrationsschritten deutliche Ablagerungen auf der Oberfläche und in den Poren der Membran zu sehen (Abbildung 6-2). Die Pfeile zeigen auf die Ablagerungen in den Poren. Da diese Membran nur noch 7% des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes besitzt, müssten in den tieferen Bereichen der Poren

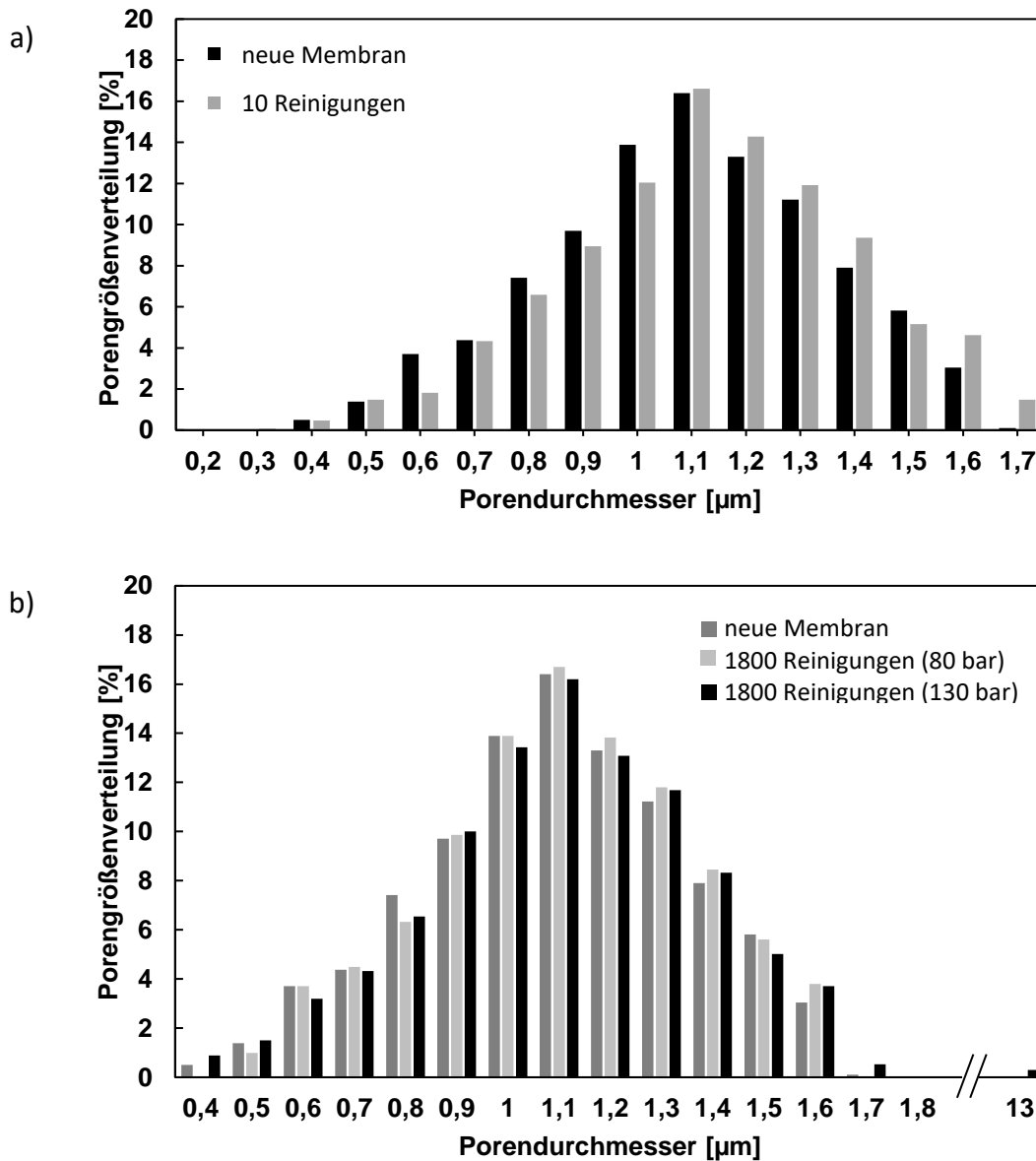
weitere Ablagerungen liegen, die jedoch aufgrund der Tiefe nicht mehr mit dem Rasterelektronenmikroskop dargestellt werden können.



**Abbildung 6-2:** REM-Aufnahme der Kernspurmembranen; a) neue Membran ohne Fouling, b) Membran nach 200 Filtrationsschritten mit einer Mikroalgensuspension. Es zeigen sich deutliche Anzeichen von Fouling in den Porenkanälen.

### Einfluss der Hochdruckreinigung auf die mechanische Stabilität von Polymermembran

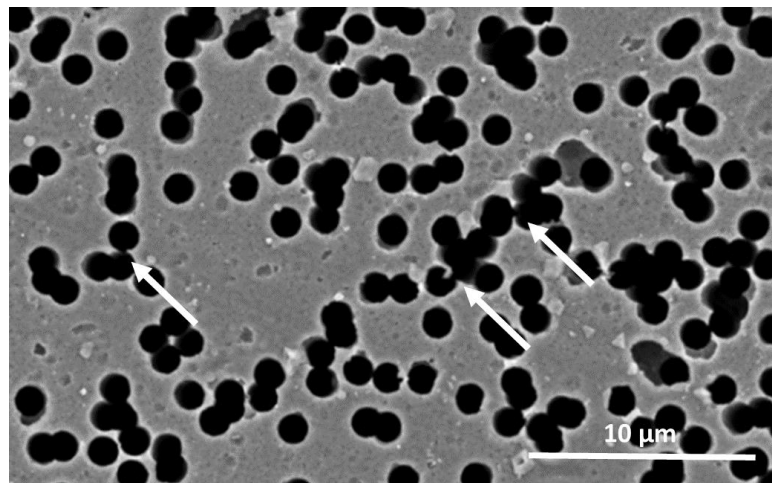
Der nächste Abschnitt zeigt die Porengrößenverteilung der Membran vor und nach der Reinigung ohne vorheriges Fouling. Dadurch kann der reine Einfluss der Hochdruckreinigung auf die Membranen bestimmt werden. In Abbildung 6-3 a) sind nach 10 Reinigungszyklen geringfügige Veränderungen der Porengrößenverteilung zu sehen. Der durchschnittliche Porendurchmesser der gereinigten Membran beträgt  $x_{50,3} = 1,17 \pm 0,02 \mu\text{m}$  und ist damit nur etwas größer als der durchschnittliche Porendurchmesser einer neuen Membran ( $x_{50,3} = 1,14 \pm 0,02 \mu\text{m}$ ).



**Abbildung 6-3:** a) Porengrößenverteilung der Membran vor und nach 10 Reinigungszyklen; b) Porengrößenverteilung der Membran nach 1800 Reinigungszyklen (Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungswinkel  $\alpha = 90^\circ$ , Reinigungsdruck  $p = 30$  bar, Reinigungsdauer  $t = 5$  s). Messungen mittels eines Kapillarflussporometers.

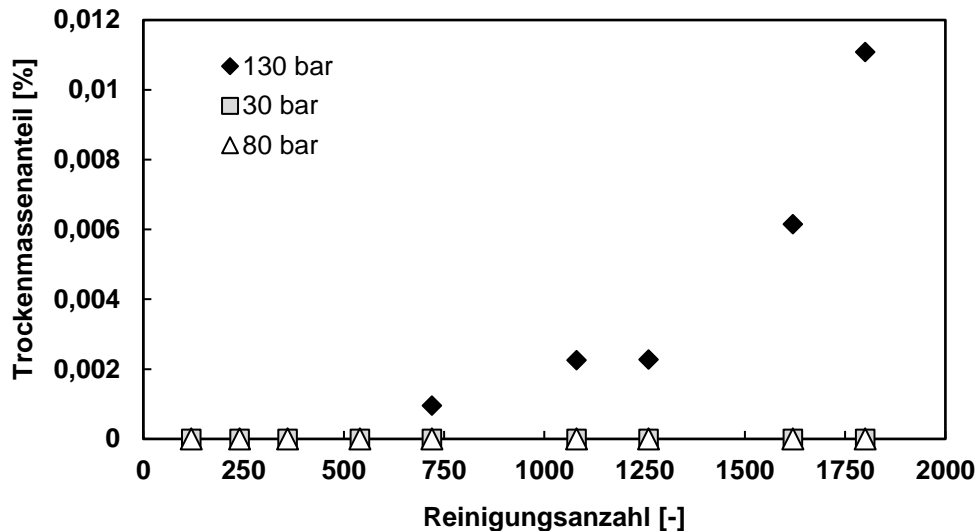
Da der Einfluss nur sehr gering war, wurden die Reinigungsversuche auf 1800 Reinigungszyklen ausgeweitet. Die Bewegung der Sprühlanze von der linken Seite der

Membran zur rechten Seite der Membran mit der entsprechenden Geschwindigkeit wird hierbei als ein Reinigungszyklus gesehen. Porometermessungen weisen darauf hin, dass sich nach 1800 Reinigungszyklen bei einem Reinigungsdruck von 80 bar kaum Änderungen des durchschnittlichen Porendurchmessers ( $x_{50,3} = 1.17 \pm 0.02 \mu\text{m}$ ) ergeben haben. Erst bei einem Reinigungsdruck von 130 bar und 1800 Reinigungszyklen haben sich Poren mit einem Durchmesser von etwa  $13 \mu\text{m}$  gebildet. Die geringen Änderungen des durchschnittlichen Porendurchmessers bei einem Reinigungsdruck von 80 bar können folgendermaßen interpretiert werden. Porenkanäle die sehr nah beieinander sind, haben dünne Zwischenwände. Diese fragilen Zwischenwände können durch mechanische Beanspruchung beschädigt werden (Abbildung 6-4). Nur ein geringer Anteil der Porenkanäle besitzt eine dünne Zwischenwand. Der Großteil der Poren ist von mehr Membranmaterial umgeben, so dass diese Poren eine höhere mechanische Stabilität aufweisen. Deshalb weist die untersuchte Membran insgesamt eine gute mechanische Stabilität auf.



**Abbildung 6-4:** REM-Aufnahme einer Membran nach 10 Reinigungszyklen. Die Pfeile zeigen auf die dünnen Wände zwischen den Porenkanälen, die durch die Hochdruckreinigung beeinflusst wurden.

Zusätzlich wurde das Filtrat mittels eines UV-Vis-Spektrometers auf einen Trübstoß hin untersucht. Abbildung 6-5 stellt die ins Filtrat gelangte Menge an Mikroalgen in Abhängigkeit von der Reinigungsanzahl dar. Ab 750 Reinigungen waren Mikroalgen nachzuweisen. Je höher die Reinigungsanzahl desto mehr Mikroalgen gelangten ins Filtrat. Bei 1800 Reinigungszyklen findet sich ein Trockenmassenanteil von 0,01 Gew.-% im Filtrat wieder. Bei den Membranen mit einem Reinigungsdruck von 30 bar und 80 bar waren nach 1800 Zyklen noch keine Mikroalgen im Filtrat nachzuweisen.



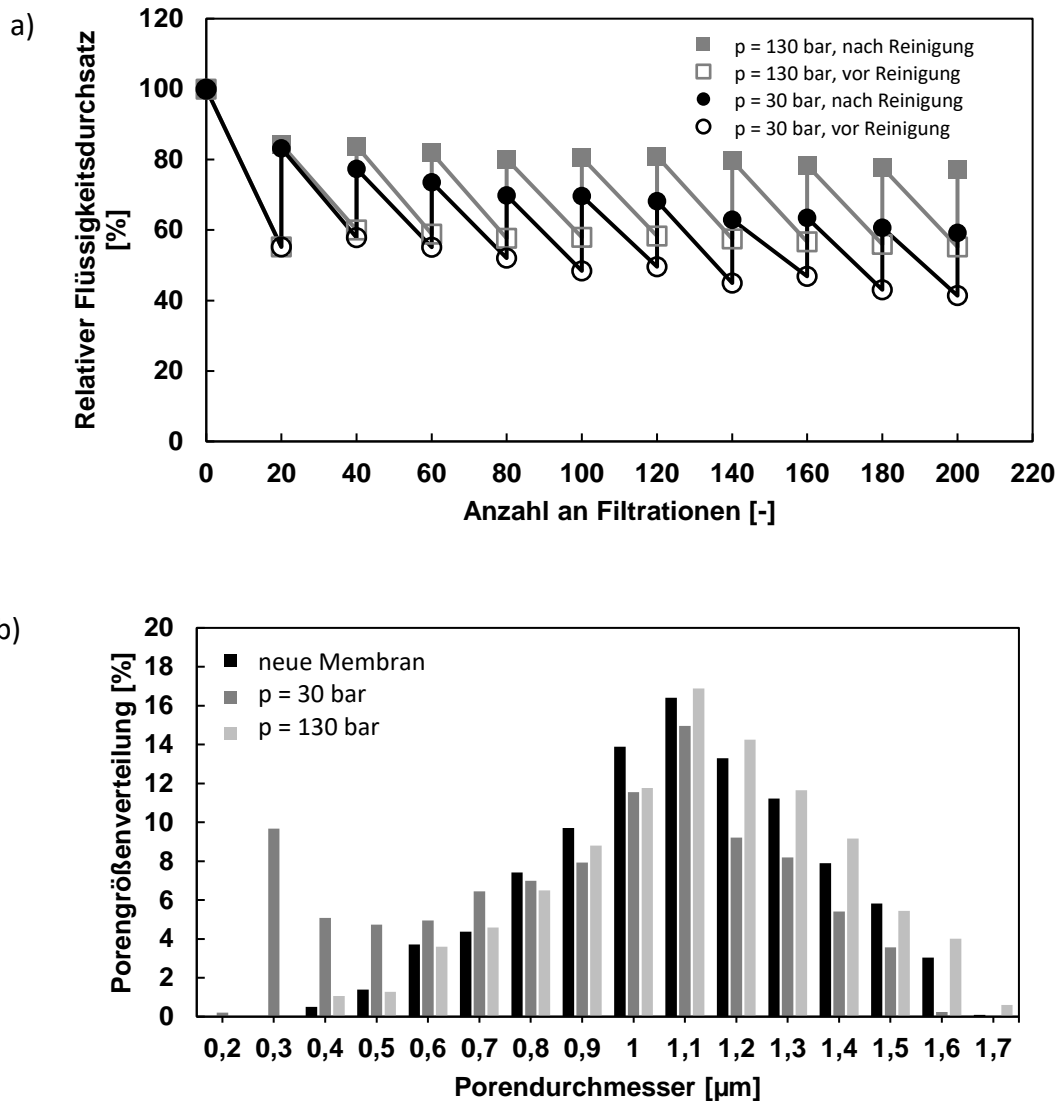
**Abbildung 6-5:** UV-vis-Spektrometrie des Filtrats bei einer Wellenlänge von 550 nm. Eine Konzentration von 0,01 Gew.-% war nach 1800 Reinigungszyklen im Filtrat nachzuweisen.

### Einfluss des Reinigungsdrucks

Nach dem Fouling in der Drucknutsche erfolgt die Reinigung bei einem Druck von  $p = 30$  bar bzw. 130 bar. Die gewählten Parameter für die Versuche sind ein Reinigungswinkel von  $\alpha = 90^\circ$ , eine Reinigungsdauer von  $t = 5$  s und ein Abstand von 50 cm. Die Abbildung 6-6a) vergleicht die unterschiedlichen Flüssigkeitsdurchsätze bei einem Reinigungsdruck von 30 bar und 130 bar. Der Flüssigkeitsdurchsatz bei einem Reinigungsdruck von 30 bar konnte nur

60 % des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes wiederherstellen. Nach jedem Reinigungs- und Foulingzyklus bei 30 bar nimmt der Flüssigkeitsdurchsatz stetig ab. Die Foulingsubstanz konnte nicht vollständig durch die Hochdruckreinigung entfernt werden und staut sich weiter durch die Filtration auf. Es sammelt sich in der Pore, verkleinert den Porendurchmesser und reduziert auf diese Weise den Flüssigkeitsdurchsatz. Die in den Porenkanälen angesammelte Foulingsubstanz ist das irreversible Fouling und kann durch mechanische Reinigungsmethoden nicht mehr beseitigt werden.

Abbildung 6-6 a) zeigt einen typischen abnehmenden Verlauf des Flüssigkeitsdurchsatzes aufgrund von Akkumulation von Foulingsubstanz in der Membran. Burdick et al. [91] untersuchte das Ablöseverhalten von Partikel auf einer Quarzoberfläche bei einer laminaren Strömung und entwickelte ein Ablösekriterium für Partikel von einer Oberfläche. Basierend auf dieses Ablösekriterium kann eine minimale Reynoldszahl für die Ablösung eines Partikels definiert werden. Ein höherer Reinigungsdruck führt zu in einer höheren Geschwindigkeit, einen höheren Schergradienten und folglich einer höheren Reynoldszahl. Wie aus Abbildung 6-6 a) ersichtlich ist, zeigt die Reinigung bei 130 bar einen geringeren Abfall als der Verlauf bei einem Reinigungsdruck von 30 bar. 80% des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes der Membran können bei einer Reinigung mit 130 bar wiederhergestellt werden. Die Reinigung bei 130 bar resultiert in einer besseren Ablösung von Partikeln in den Poren als bei einer Reinigung bei 30 bar aufgrund des höheren Schergradienten entlang der Porenwand.



**Abbildung 6-6:** a) Einfluss des Reinigungsdrucks auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran ( $TP_{rel}$  bei  $p = 130$  bar nach Reinigung: 77%;  $TP_{rel}$  bei  $p = 30$  bar nach Reinigung: 59%), b) Einfluss des Reinigungsdrucks auf die Porengrößenverteilung der Membran (Einstellung: Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungswinkel  $\alpha = 90^\circ$ , Reinigungsdauer  $t = 5$  s).

Die Verkleinerung des Porendurchmessers aufgrund der Anhaftung von Foulingsubstanz zeigt sich auch bei der Untersuchung der Porengrößenverteilung (Abbildung 6-6b)). Die

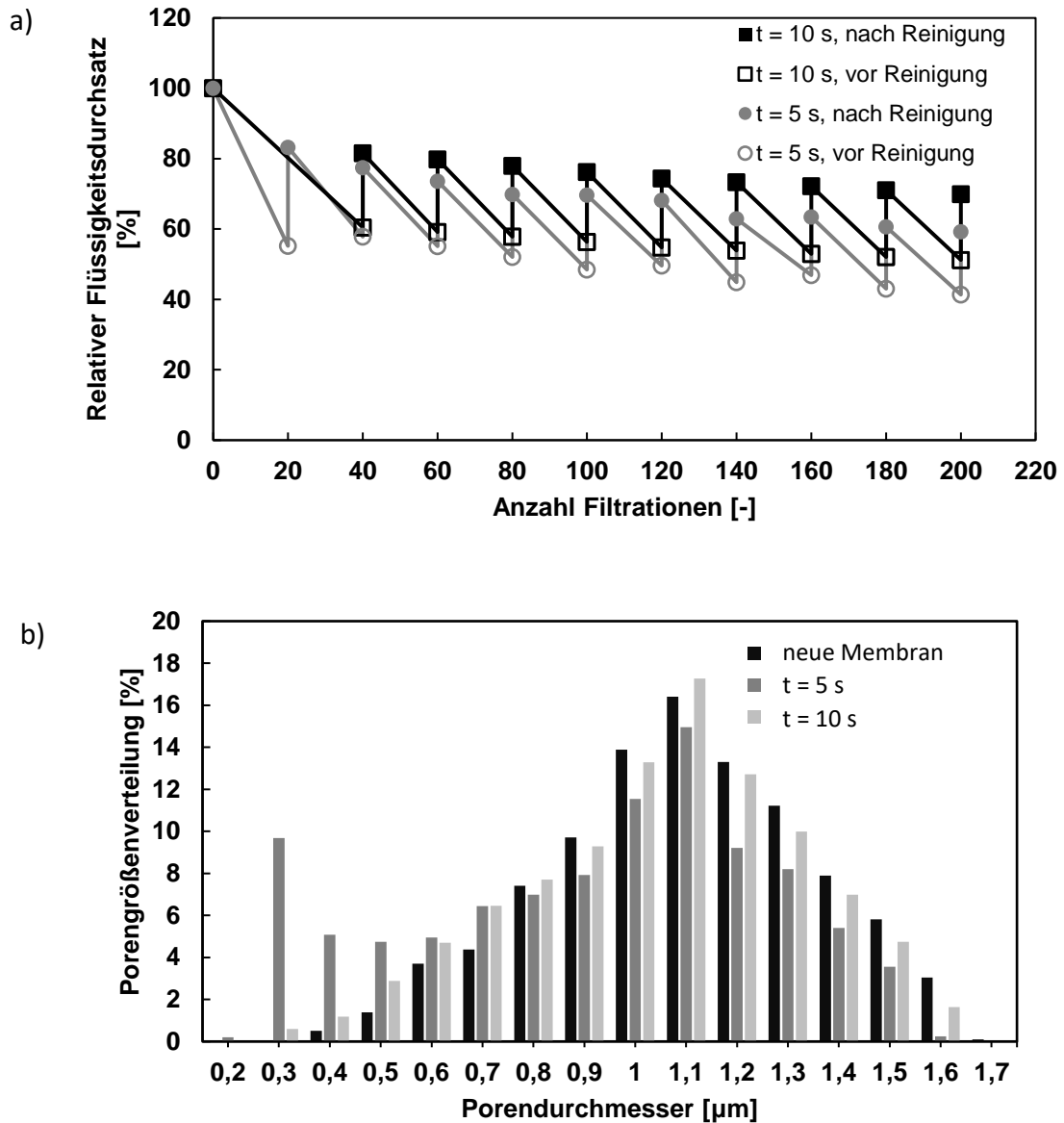


Porengrößenverteilung der bei 30 bar gereinigten Membran veranschaulicht, dass der Anteil an kleineren Poren angestiegen ist. Die Untersuchungen zur Porengrößenverteilung stimmen mit den Ergebnissen aus den Flüssigkeitsdurchsätzen bei 30 bar und 130 bar überein. Die Membran mit dem höheren Anteil an kleineren Poren besitzt auch einen geringeren Flüssigkeitsdurchsatz. Bei der Membran mit dem höheren Anteil an größeren Poren ist auch der Flüssigkeitsdurchsatz dementsprechend höher.

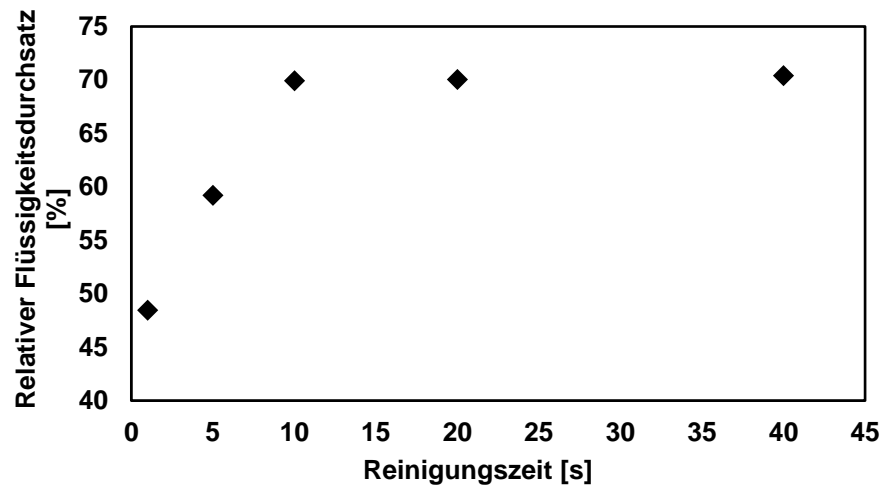
Der maximale Reinigungsdruck in dieser Untersuchung beträgt 130 bar. Reinigungsdrücke höher als 130 bar wurden nicht mehr untersucht, da der mechanischen Stabilität der Membran Grenzen gesetzt sind.

### Einfluss der Reinigungsdauer

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse des Parameters Reinigungszeit präsentiert. Die Versuche wurden bei 30 bar, einem Reinigungswinkel von  $\alpha = 90^\circ$  und einem Abstand von 50 cm bei einer Reinigungszeit von  $t = 5$  s bzw.  $t = 10$  s durchgeführt. Wie in Abbildung 6-7 a) zu sehen ist, führt eine längere Reinigungszeit zu einer Erhöhung des Flüssigkeitsdurchsatzes nach der Reinigung. Der relative Flüssigkeitsdurchsatz liegt bei 60 % bei einer Reinigungsdauer  $t = 5$  s und erhöht sich auf 70% wenn sich die Reinigungszeit auf  $t = 10$  s erhöht. Eine kürzere Reinigungszeit hat zwar einen geringeren Wasserverbrauch zur Folge, aber das Fouling erhöht sich und die in den Poren verbliebenen Foulingsubstanzen beeinflussen die nachfolgenden Filtrationsschritte und Reinigungszyklen. Das irreversible Fouling erhöht sich und der relative Flüssigkeitsdurchsatz nimmt stetig ab. Dies zeigt sich ebenso in der Porengrößenverteilung in Abbildung 6-7 b).



**Abbildung 6-7:** a) Einfluss der Reinigungsdauer auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran ( $TP_{rel}$  bei  $t = 10$  s nach Reinigung: 69% ;  $TP_{rel}$  bei  $t = 5$  s nach Reinigung: 59%), b) Einfluss der Reinigungsdauer auf die Porengrößenverteilung der Membran (Einstellungen: Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungsdruck  $p = 30$  bar, Reinigungswinkel  $\alpha = 90^\circ$ ).



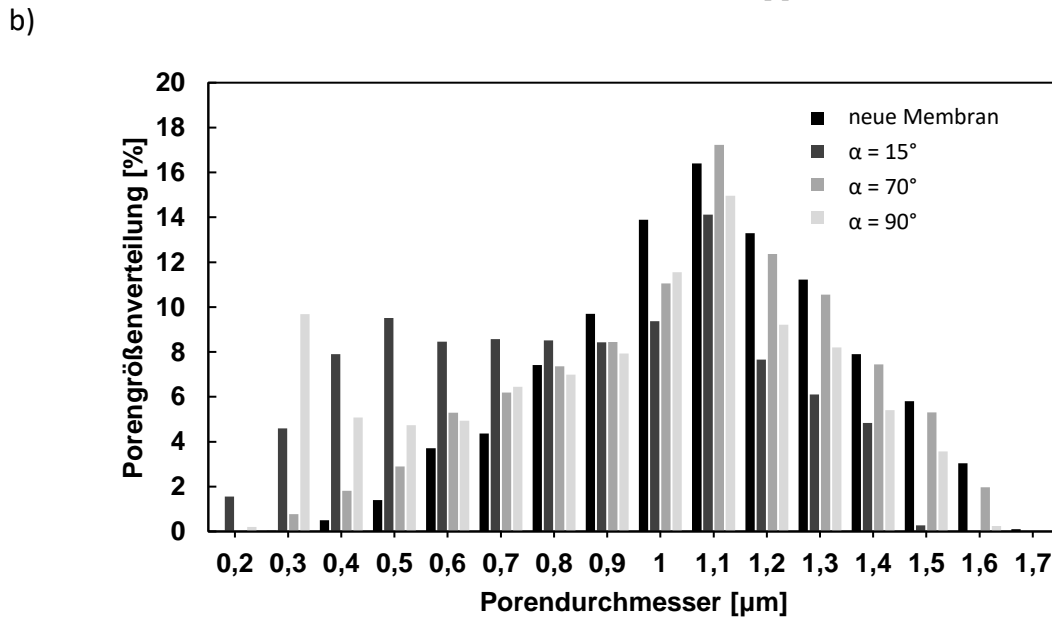
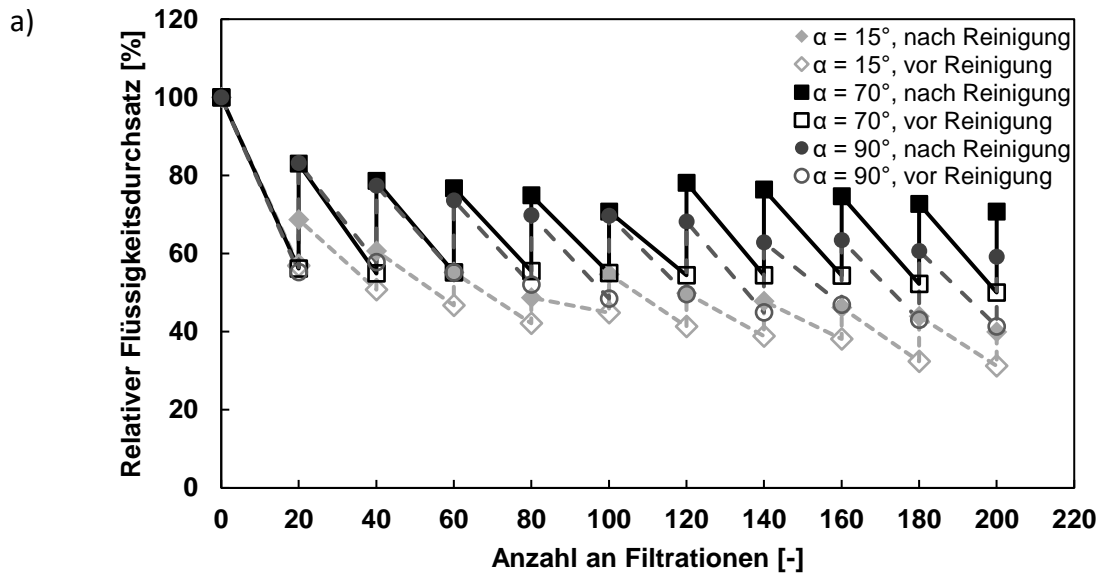
**Abbildung 6-8:** Nach einer Reinigungszeit von  $t = 10$  s erreicht der relative Flüssigkeitsdurchsatz ein Plateau. Eine optimale Reinigungszeit ist  $t = 10$  s (Einstellungen: Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungsdruck  $p = 30$  bar, Reinigungswinkel  $\alpha = 90^\circ$ ).

Eine Erhöhung der Reinigungszeit auf  $t = 20$  s und  $t = 40$  s zeigt, dass sich der relative Flüssigkeitsdurchsatz nicht mehr verändert und konstant bleibt (Abbildung 6-8). Daher ist eine Reinigungszeit von  $t = 10$  s als optimal anzusehen. Der ökonomische Aspekt des höheren Wasserverbrauchs wird hierbei nicht berücksichtigt.

### Einfluss des Reinigungswinkels

Die Versuchsreihe in diesem Abschnitt erfolgte bei einem Druck von  $p = 30$  bar, einer Reinigungszeit von  $t = 5$  s, einem Abstand von  $d = 50$  cm und den verschiedenen Reinigungswinkeln  $\alpha = 15^\circ, 70^\circ, 90^\circ$ . Abbildung 6-9 vergleicht den relativen Flüssigkeitsdurchsatz der Membranen bei verschiedenen Reinigungswinkeln. Hierbei stellt sich heraus, dass ein Reinigungswinkel von  $70^\circ$  die beste Reinigungseffizienz erzielte, so dass 70% des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes wiederhergestellt wurden. Der Reinigungswinkel bei  $15^\circ$  hingegen konnte nur 40% des ursprünglichen

Flüssigkeitsdurchsatzes widerherstellen. Der Grund für diesen Effekt lässt sich mit der Morphologie der Kernspurmembran erklären.

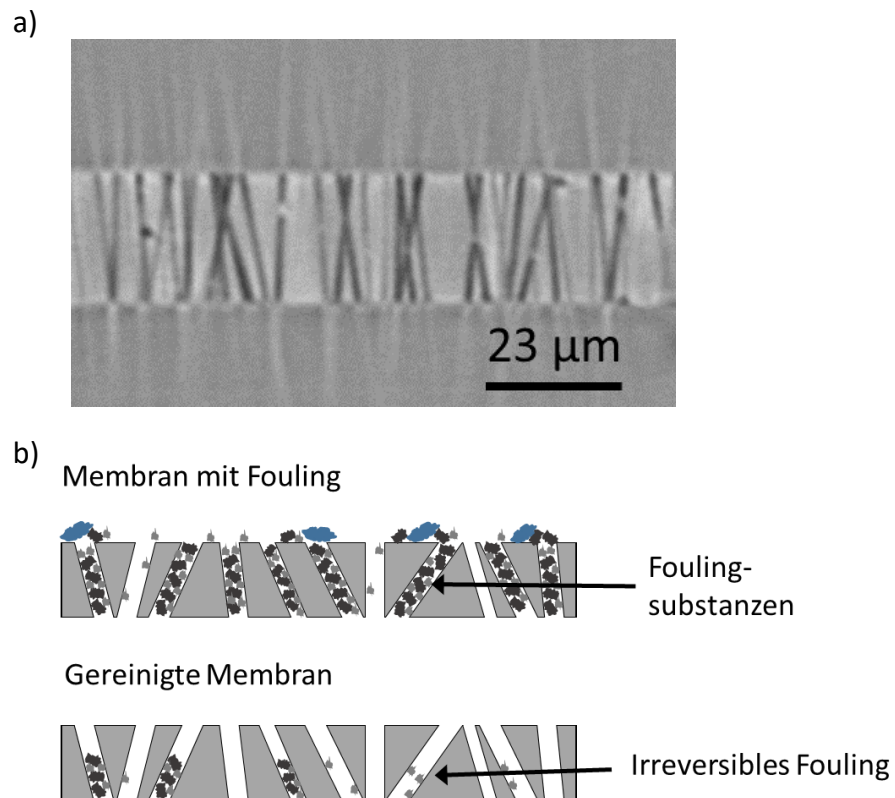


**Abbildung 6-9:** a) Einfluss des Reinigungswinkels auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran ( $TP_{rel}$ ) bei  $\alpha = 15^\circ$  nach Reinigung: 39%;  $TP_{rel}$  bei  $\alpha = 70^\circ$  nach Reinigung: 70%;  $TP_{rel}$  bei  $\alpha = 90^\circ$  nach

Reinigung: 59%), b) Einfluss des Reinigungswinkels auf die Porengrößenverteilung der Membran (Einstellung: Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungsdruck  $p = 30$  bar, Reinigungsdauer  $t = 5$  s).

Die Foulingsubstanz befindet sich auf der Oberfläche und in den Porenkanälen der Membran. Um die Oberfläche von Foulingsubstanz zu befreien, würde sich ein flacher Winkel eignen. Jedoch befindet sich der wesentliche Anteil der Foulingsubstanzen in den Porenkanälen (Abbildung 6-2). In diesem Fall ist ein Reinigungswinkel in Richtung des Porenkanals vorteilhafter, da der Strahl nicht abgelenkt wird und dadurch eine höhere Scherrate entlang der Porenwand wirkt. Nach dem Ablöse Kriterium von Burdick et al. [91] kann ein anhaftendes Partikel entfernt werden sobald eine minimale Reynoldszahl erreicht wird. Dieser Effekt erklärt die unterschiedlichen Porengrößenverteilungen und relativen Flüssigkeitsdurchsätze bei den verschiedenen Reinigungswinkeln (Abbildung 6-9).

Zusätzlich zeigt eine CT-Aufnahme einen Querschnitt der Kernspurmembraan (Abbildung 6-10 a)). Die Aufnahme zeigt, dass die Poren von der Oberseite der Membran bis hin zur Unterseite der Membran durchgängig sind. Jedoch weisen die Porenkanäle keine parallele Struktur auf. Die Kanäle haben Neigungen von  $70^\circ$  bis zu  $90^\circ$ . Der größte Teil der Porenkanäle weist eine Neigung von  $70^\circ$  bis  $80^\circ$  auf. Das kann erklären, weshalb der Reinigungswinkel von  $70^\circ$  eine höhere Reinigungseffizienz besitzt als ein Reinigungswinkel von  $15^\circ$  bzw.  $90^\circ$ . Ein zur Membran senkrechter Strahl wird in eine Pore mit einem Neigungswinkel von  $70^\circ$  abgelenkt und hat demnach eine geringere Geschwindigkeit und eine niedrigere Scherrate entlang der Porenwand. Dadurch können weniger Partikel von der Porenwand gelöst werden und reduzieren den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran.

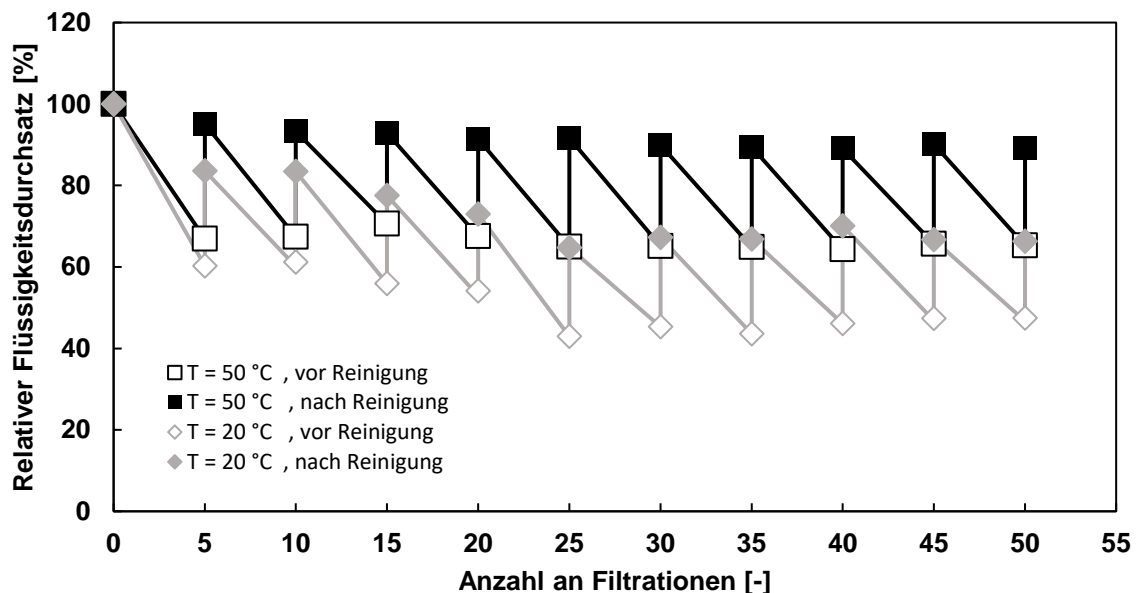


**Abbildung 6-10:** a) Computertomographie-Aufnahme einer Membran, b) Schematische Darstellung einer verunreinigten Membran. Nach der Reinigung befinden sich noch Verunreinigungen in den tieferen Bereichen des Porenkanals, die zu einer Verringerung des Flüssigkeitsdurchsatzes führen.

Wie in Abbildung 6-10 b) schematisch dargestellt, blockieren Foulingsubstanzen die Porenkanäle und haften an der Oberfläche der Membran. Nach der Hochdruckreinigung ist der Großteil der Porenkanäle frei. Jedoch befinden sich noch Foulingsubstanzen in den Porenkanälen, die mit der Hochdruckreinigung nicht mehr entfernt werden können. Diese Verunreinigungen sitzen höchstwahrscheinlich noch tiefer in der Pore und sind der Grund für die stetig abnehmenden Flüssigkeitsdurchsätze. Bei niedrigen Drücken ist es durchaus möglich, dass die Verunreinigungen tiefer in die Poren gedrückt werden. Daher empfiehlt es sich einen hohen Reinigungsdruck einzusetzen und einen optimalen Reinigungswinkel zu wählen, um das Fouling aus den Poren zu entfernen und eine Anhäufung der Verschmutzungen zu vermeiden.

## 6.2 Einfluss der Walzenabnahme und der Reinigungstemperatur

Die Dünnschichtfiltration auf dem Vakuumtrommelfilter kann nur mit einer Walzenabnahme betrieben werden, daher ist auch der Einfluss des Anpressens der Walze auf die Reinigungswirkung zu analysieren. Die Filtration mit Mikroalgen erfolgte hierfür nicht, wie in den vorherigen Abschnitten in der Drucknutsche, sondern auf dem Vakuumtrommelfilter. Der Filterkuchen wurde von einer Walze mit entgegengesetzter Bewegungsrichtung bei einer Walzenpresskraft von  $q_p = 332 \text{ N/m}$  abgenommen. Verunreinigungen können daher durch die Pressung der Walze in die Membran gedrückt werden. Die Ergebnisse bei einem Reinigungsdruck von  $p = 130 \text{ bar}$ , Reinigungswinkel  $\alpha = 70^\circ$ , Reinigungsdauer  $t = 10 \text{ s}$  und einer Temperatur von  $20^\circ\text{C}$  in Abbildung 6-11 zeigen, dass bei einer Abnahme mit einer Walze nur noch 66% des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes erreicht werden konnten. Im Vergleich dazu liegt der relative Flüssigkeitsdurchsatz ohne Einflussnahme der Walze bei vergleichbaren Einstellungen bei etwa 80 % (Abbildung 6-9a)). Daraus lässt sich schließen, dass die Walzenabnahme die Partikel bzw. die Foulingsubstanz in die Porenkanäle drückt.



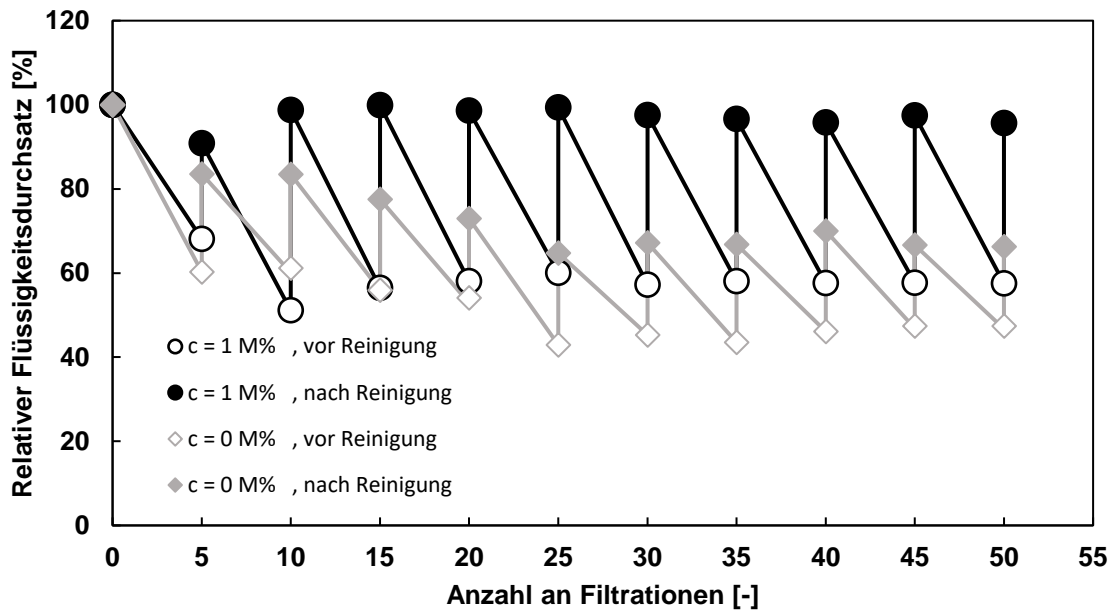
**Abbildung 6-11:** Einfluss der Temperatur auf die Reinigung. Versuche sind hier mit dem Einfluss der Walzenabnahme auf einem Trommelfilter durchgeführt worden. (Reinigungsdruck  $p = 130 \text{ bar}$ , Reinigungswinkel  $\alpha = 70^\circ$ , Reinigungsdauer  $t = 10 \text{ s}$ ).

Als ein weiterer Parameter wird hier die Reinigungstemperatur präsentiert. Bei einem Vergleich der Reinigungstemperatur bei 50°C und 20°C sieht man, dass bei 50°C ein besserer Reinigungseffekt erzielt wurde (Abbildung 6-11). Es konnten 89% des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes erzielt werden. Bei den Foulingsubstanzen, die die Membran verunreinigen, handelt es sich größtenteils um extrazelluläre polymere Substanzen der Mikroalgen. Da durch eine Temperaturerhöhung ein besserer Effekt erzielt wurde, kann dies so interpretiert werden, dass die Viskosität dieser extrazellulären polymeren Substanz herabgesetzt wurde. Durch die geringere Viskosität stellt sich eine höhere Reynoldszahl im Porenkanal ein und eine bessere Ablösung der Partikel von der Porenwand kann erreicht werden.

### 6.3 Einfluss von Tensiden

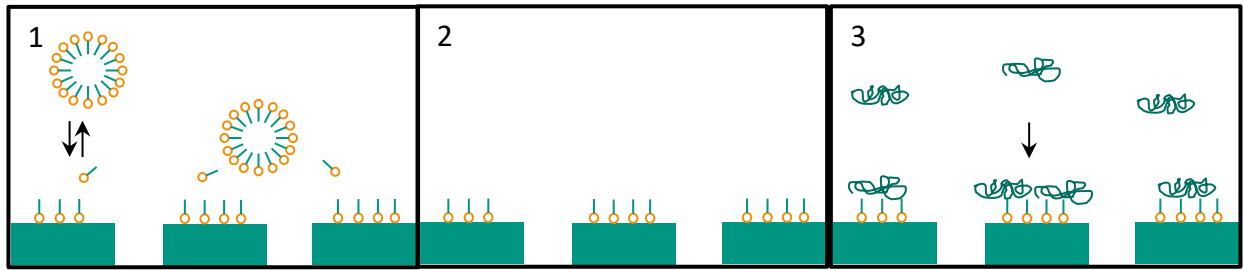
In diesem Abschnitt wird der Einfluss der Tenside auf die Reinigung untersucht. Durch Zugabe von Tensiden wird die Reinigung als eine chemisch-physikalische Reinigungsmethode gesehen, die stark anhaftendes Fouling in den Membranen entfernen soll. Die Abbildung 6-12 vergleicht eine Hochdruckreinigung der Membran mit 1 Gew.-% SDS und ohne SDS. Die Reinigung mit 1 Gew.-% SDS kann etwa 96% des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes der Membran wiederherstellen.





**Abbildung 6-12:** Einfluss von Tensiden auf die Reinigung (Reinigungsdruck  $p = 130$  bar, Reinigungswinkel  $\alpha = 70^\circ$ , Reinigungsdauer  $t = 10$  s, Temperatur  $T = 20^\circ\text{C}$ ).

Zwar konnte mit dem Einsatz von Tensiden 96% des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes wiederhergestellt werden, aber man sieht, dass sich das Fouling verstärkt hat. Die relativen Flüssigkeitsdurchsätze vor der Reinigung sind angestiegen. Das SDS hat daher ein vermehrtes Fouling auf der Membran verursacht. Naim et al. [80] untersuchte die Wechselwirkung zwischen den Mizellen und der Membranoberfläche. Aus den Mizellen wandern einzelne SDS-Moleküle an die Membran und konditionieren diese. Da PET 1.0 Membran hydrophil ist, zeigt der hydrophile Teil des Moleküls zur Membran hin. Der hydrophobe Teil des SDS-Moleküls kann dann die polymeren Substanzen aus der Suspension besser anbinden (Abbildung 6-13). Dies führt zu einem erhöhten Fouling und einer Verringerung des relativen Flüssigkeitsdurchsatzes. Der Einsatz von Tensiden ist mit einer sehr guten Reinigungsleistung verbunden, das auch Nachteile mit sich bringt.



**Abbildung 6-13:** Hydrophobe Gruppen des SDS-Moleküls binden das Fouling an die Membran.



## 7 Vergleich der Filtrationseigenschaften zwischen Filtergewebe und Polymermembran

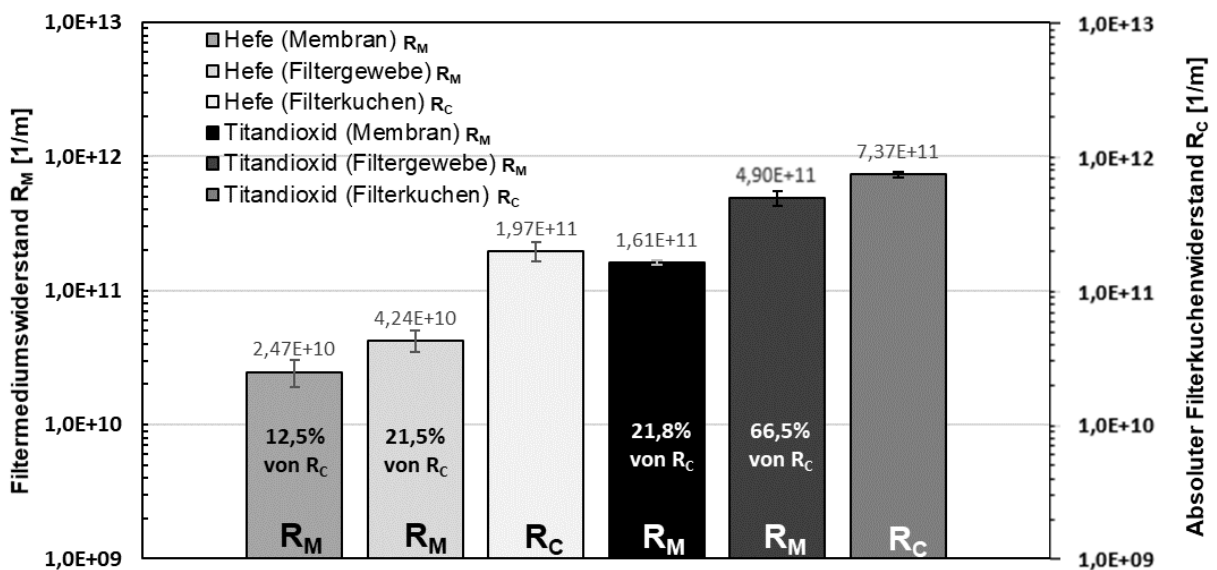
Konventionelle Filtrationsprozesse auf dem Vakuumtrommelfilter werden mit Filtergeweben durchgeführt. Für die Evaluation der Durchführbarkeit der Dünnschichtfiltration mit Polymermembranen ist es wichtig, dass die Filtrationseffizienz der Polymermembran mit einem Filtergewebe verglichen wird. Demnach sind der Flüssigkeitsdurchsatz, der Filtermediumswiderstand und der spezifische Feststoffmassendurchsatz zu untersuchen. Die vorherigen Analysen der mechanischen Stabilität in Kapitel 4 ergeben, dass die PET 1.0 Membran die höchste mechanische Stabilität der hier untersuchten Membranen aufweist. Daher wird diese Membran für weitere Untersuchungen zur Effizienz in diesem Kapitel verwendet und mit dem Filtergewebe Sefar NITEX verglichen.

Die Messungen in der Drucknutsche haben ergeben, dass die PET 1.0 Membran einen Flüssigkeitsdurchsatz von  $1,33 \cdot 10^5$  L/m<sup>2</sup>h und das Filtergewebe Sefar NITEX einen Flüssigkeitsdurchsatz von  $3,96 \cdot 10^5$  L/m<sup>2</sup>h hat. Somit ist der Flüssigkeitsdurchsatz des Filtergewebes wesentlich höher als der Flüssigkeitsdurchsatz der PET 1.0 Membran. Jedoch ist ein höherer Flüssigkeitsdurchsatz des Filtermediums nicht zwangsläufig mit einer höheren Filtereffizienz gleichzusetzen. Dies wird in den nachfolgenden Abschnitten erläutert.

---

Die in Kapitel 7 dargestellten Ergebnisse wurden im Rahmen von [93] publiziert und für diese Dissertation angepasst.

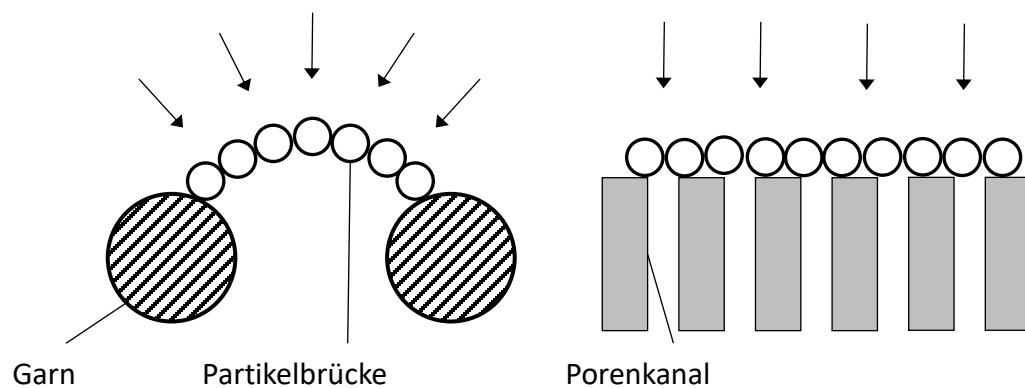
Ein hoher Flüssigkeitsdurchsatz ist zwar eine vorteilhafte Eigenschaft eines Filtermediums, aber der Filtermediumswiderstand und der Filterkuchenwiderstand sind die ausschlaggebenden Parameter für die Filtrationseffizienz. Der Filtermediumswiderstand  $R_M$  setzt sich bei der Kuchenfiltration aus der ersten Schicht der Partikel über dem Filtermedium und dem Widerstand des eigentlichen Filtermediums zusammen. Zwei verschiedene Partikelsysteme mit vergleichsweise hohen spezifischen Filterkuchenwiderständen wurden ausgewählt, um den Filtermediumswiderstand in einer Drucknutsche bei einer Gasdruckdifferenz von  $\Delta p = 0,8$  bar zu untersuchen. Das Partikelsystem aus Hefezellen hat einen spezifischen Filterkuchenwiderstand von  $r_c = 2.14 \cdot 10^{14}$  [1/m<sup>2</sup>]. Die Titandioxidpartikel erreichen einen spezifischen Filterkuchenwiderstand von  $r_c = 3.35 \cdot 10^{15}$  [1/m<sup>2</sup>].



**Abbildung 7-1:** Vergleich der absoluten Filterkuchenwiderstände und Filtermediumswiderstände mit den Filtermedien Sefar NITEX und der PET 1.0 Membran mit Titandioxid und Hefe.

Die Abbildung 7-1 vergleicht die Filtermediumswiderstände des Filtergewebes und der Membran mit zwei verschiedenen Partikelsystemen. Die Membran als auch das Filtergewebe zeigen bei Titandioxidpartikeln einen erhöhten Filtermediumswiderstand. Der Filtermediumswiderstand wird daher durch das Partikelsystem beeinflusst. Beim

Filtergewebe ist bei beiden Partikelsystemen ein höherer Filtermediumswiderstand als bei der Membran zu beobachten. Dieses Phänomen ist damit zu erklären, dass beim Filtergewebe längere Partikelbrücken gebildet werden, die stärker konsolidiert werden und dadurch eine geringere Porosität aufweisen. Die Partikelbrücken auf der Membran sind hingegen kürzer und sind weniger konsolidiert. Die schematische Zeichnung in Abbildung 7-2 veranschaulicht die Partikelbrücken auf der Membran und dem Filtergewebe. Die stark konsolidierten Partikelbrücken auf dem Filtergewebe besitzen eine geringere Porosität, die den Filtermediumswiderstand erhöhen. Demnach erhöht sich der Filtermediumswiderstand wenn die Partikelbrücken konsolidierter und dichter sind. Dies erklärt den Anstieg des Filtermediumswiderstands auf dem Filtergewebe.



**Abbildung 7-2:** Schematische Darstellung einer Partikelbrücke über einem Filtergewebe und über einer Membran.

Im nächsten Abschnitt sind die Filtermediumswiderstände und die absoluten Filterkuchenwiderstände zu vergleichen. Nach Ehrfeld [92] kann der Filtermediumswiderstand vernachlässigt werden, wenn der Filtermediumswiderstand weniger als etwa 20% des absoluten Filterkuchenwiderstands  $R_C$  ist. Der absolute Filterkuchenwiderstand wurde für diese Untersuchungen nach einer Filterkuchenbildungszeit von 5 Sekunden nach Gleichung (2-3) ermittelt. Die Filterkuchenhöhe beträgt nach dieser Filterkuchenbildungszeit für Hefezellen 0,92 mm und für Titandioxidpartikel 0,22 mm. Abbildung 7-1 zeigt die in der Drucknutsche ermittelten

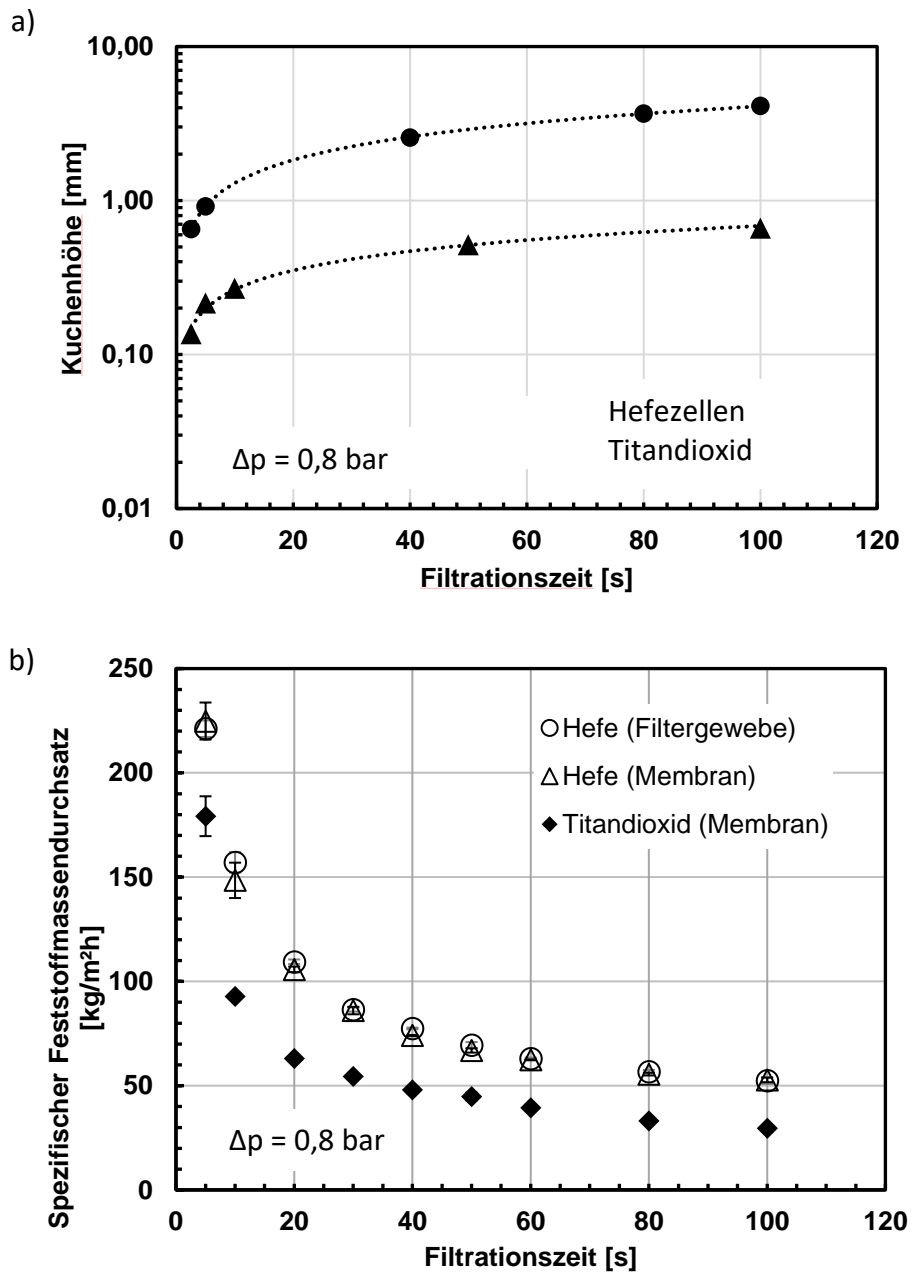
Filtermediums- und Filterkuchenwiderstände von Titandioxid- und Hefepartikeln sowie die prozentuellen Anteile der Filtermediumswiderstände  $R_M$  von den absoluten Filterkuchenwiderständen  $R_C$ .

Im Vergleich zu den Hefezellen besitzt der Filterkuchen aus Titandioxidpartikeln, trotz der geringeren Filterkuchenhöhe, einen viel höheren absolute Filterkuchenwiderstand  $R_C$ . Dies ist auf den viel höheren spezifischen Filterkuchenwiderstand von Titandioxid zurückzuführen.

Die Analyse zeigt außerdem, dass der Anteil des Filtermediumswiderstand vom absoluten Filterkuchenwiderstand der Membran bei Hefezellen unter 20% und bei Titandioxidpartikeln bei etwa 20% liegt. Somit ist der Filtermediumswiderstand bei Membranen für beide Partikelsysteme vernachlässigbar. Bei der Filtration mit dem Filtergewebe hingegen liegt der Anteil des Filtermediumswiderstands bei etwa 20 % für Hefezellen und bei etwa 66 % für Titandioxidpartikel. Der starke Anstieg des Filtermediumswiderstands bei Titandioxidpartikeln ist auf die stark verdichtete Grundsicht zurückzuführen, die im vorherigen Abschnitt beschrieben wurde. Beim Einsatz vom Filtergewebe kann der Filtermediumswiderstand bei Titandioxid nicht vernachlässigt werden. Folglich bedeutet dies, dass im vorliegenden Fall die PET 1.0 Membran hinsichtlich des Filtermediumswiderstands bessere Ergebnisse aufweist als das Filtergewebe Sefar NITEX.

Zwar weist die Membran einen viel geringeren Flüssigkeitsdurchsatz als das Filtergewebe auf, aber bei Partikelsystemen mit hohen spezifischen Filterkuchenwiderständen liegt der hauptsächliche Filtrationswiderstand im Filterkuchen selbst. Jedoch darf auch der Flüssigkeitsdurchsatz bei Membranen nicht zu niedrig sein, das sich sonst der Flaschenhals der Filtration in der Membran selbst befinden würde.

Im nächsten Abschnitt wird der spezifische Feststoffmassendurchsatz der PET 1.0 und des Filtergewebes Sefar NITEX auf einer Handfilterplatte mit den beiden zuvor ausgewählten Partikelsystemen untersucht.



**Abbildung 7-3:** a) Filterkuchenhöhen von Hefezellen und Titandioxidpartikeln; b) Vergleich der spezifischen Feststoffmassendurchsätze mit einem Filtergewebe und einer Membran auf einer Handfilterplatte bei einem Gasdifferenzdruck von  $\Delta p = 0,8$  bar.

Die Handfilterplatte ist eine geeignete Filtriervorrichtung für den Upscale eines Vakuumtrommelfilters und repräsentiert eine Filterzelle der Filtertrommel. Die Verringerung



der Filtrationszeit auf der Handfilterplatte entspricht einer Erhöhung der Drehzahl auf dem Vakuumtrommelfilter. Die Messung der Filterkuchenhöhe bei Hefezellen auf der Handfilterplatte ergab nach einer Filterkuchenbildungszeit von  $t_1 = 20$  s und einem Gasdifferenzdruck von  $\Delta p = 0,8$  bar eine Kuchenhöhe von  $h_k = 1,8$  mm (Abbildung 7-3 a)). Der damit einhergehende spezifische Feststoffmassenstrom berechnet sich aus Gleichung 3-4 und beträgt  $106 \text{ kg/m}^2\text{h}$  (Abbildung 7-3 b)). Wird nun die Filterkuchenbildungszeit auf  $t_1 = 5$  s verringert, besitzt der Filterkuchen eine Höhe von  $h_k = 0,92$  mm und es stellt sich ein spezifischer Feststoffmassenstrom von  $225 \text{ kg/m}^2\text{h}$  ein. Daraus ist ersichtlich, dass eine Verkürzung der Filterkuchenbildungszeit eine signifikante Erhöhung des Feststoffmassendurchsatzes mit sich bringt. Sowohl das Filtergewebe als auch die Polymermembran zeigen einen vergleichbaren spezifischen Feststoffmassenstrom bei Hefezellen. Deshalb kann man daraus schließen, dass die Polymermembran ebenso effizient wie ein Filtergewebe filtriert, obwohl das Filtergewebe einen wesentlich höheren Flüssigkeitsdurchsatz aufweist. Zwar haben die Versuche gezeigt, dass das Filtergewebe und die Membran einen ähnlichen spezifischen Feststoffmassendurchsatz haben, aber der wesentliche Vorteil der Membran liegt in der Möglichkeit einer vollständigen Abnahme des Filterkuchens mit einer Walze. Solch dünne Filterkuchen könnten im industriellen Einsatz nicht vom Filtergewebe entfernt werden. Zwecks des Vergleichs der Effizienz der Membran und des Filtergewebes wurde die Abnahme des Filterkuchens für diese Versuchsreihen manuell durchgeführt. Außerdem konnten für das Filtergewebe und die Polymermembran hinsichtlich des Trockenmassenanteils keine Unterschiede festgestellt werden. Beide weisen die gleichen Trockenmassenanteile von etwa 30 Gew.-% auf. Der geringe Trockenmassenanteil ist auf die intrazelluläre Flüssigkeit in den Hefezellen zurückzuführen.

Beim Partikelsystem Titandioxid bildet sich eine Filterkuchenhöhe von weniger als 1 mm nach einer Filterkuchenbildungszeit von  $t_1 = 100$  s. Der spezifische Feststoffmassendurchsatz beträgt hierbei  $29 \text{ kg/m}^2\text{h}$ . Eine Verkürzung der Filterkuchenbildungszeit auf  $t_1 = 5$  s kann den spezifischen Feststoffmassendurchsatz auf mehr als  $180 \text{ kg/m}^2\text{h}$  steigern. Für das Partikelsystem Titandioxid konnten für das Filtergewebe keine vergleichbaren Ergebnisse auf der Handfilterplatte ermittelt werden, da ein Teil des Filterkuchens im Filtertuch verblieb und

trotz der manuellen Abnahme nicht entfernt werden konnte. Deshalb zeigt Abbildung 7-3b) nur den spezifischen Feststoffmassenstrom der Polymermembran.

Die Ergebnisse auf einer Handfilterplatte verdeutlichen, dass vor allem für kompressible Partikelsysteme mit einer stark konsolidierten Grundsicht, die eine nachfolgende Filtration erschweren, effizient mit der Dünnschichtfiltration abgetrennt werden können.

Ein weiterer Vorteil bei der Anwendung von Polymermembranen ist das klare Filtrat für die untersuchten Partikelsysteme. Das Filtrat beim Filtergewebe hingegen war für Hefezellen und Titandioxid trüb. Die Dünnschichtfiltration mit Polymermembranen kann daher zusätzlich einen Produktverlust und eine kostenintensive Nachklärung des Filtrats verhindern.



## 8 Schlussfolgerung und weiterführende Arbeiten

Die Abtrennung fein disperser Partikeln ist eine anspruchsvolle Aufgabe. Zahlreiche Techniken sind verfügbar, jedoch weisen sie eine ganze Reihe von Unzulänglichkeiten auf. Die Filtration dieser feinstkörnigen Partikeln hat das Problem der Bildung einer stark verdichteten Grundschicht „Skin-Effekt“ über dem Filtermedium, so dass dieser die nachfolgende Filtration beträchtlich behindert. Durch eine Dünnschichtfiltration auf einem Vakuumtrommelfilter mittels Polymermembranen soll eine effiziente Kuchenfiltration ermöglicht werden.

Gegenstand dieser Arbeit ist die Untersuchung der Dünnschichtfiltration mit Polymermembranen in Hinblick auf die Abnahme sehr dünner Filterkuchen, die mechanische Stabilität dieser Membranen unter Walzenbeanspruchung, die mechanische Reinigung dieser Membranen mit einem Hochdruckstrahl auf einem Trommelfilter und letztlich die Filtrationseffizienz zwischen Polymermembranen und den konventionell eingesetzten Filterwegeben. Im Folgenden sind die erreichten Ziele und ein weiteres Vorgehen zusammengefasst.

- Walzenabnahme

Zusammenfassend ist zu sagen, dass die Abnahme in entgegengesetzter Richtung eine sehr effektive Methode ist, um pastöse Filterkuchen von weniger als 1 mm komplett abzunehmen. Die geringere Restfeuchte des Filterkuchens, der durch die Scherung und die anschließende die Freisetzung der Porenflüssigkeit des Filterkuchens entstanden ist, stellt sich als einen

weiteren Vorteil dieser Abnahmemethode dar. Eine Walzenabnahme in gleicher Bewegungsrichtung hat zwar hinsichtlich der Beanspruchung der Membran Vorteile, ist jedoch hinsichtlich der Abnahme nur bedingt geeignet für pastöse Filterkuchen. Die Abnahme in entgegengesetzter Bewegungsrichtung wird auf einer Filterplatte nur wenig von den Walzenparametern, wie etwa dem Walzendurchmesser, der Linienpresskraft oder der Shore-A Härte der Walze beeinflusst, da sie keine Krümmung aufweist und dadurch einen großen Kontaktwinkel zwischen Walze und Filterplatte bildet. Bei der Abnahme auf dem Trommelfilter hingegen wird aufgrund der Krümmung ein kleinerer Kontaktwinkel gebildet. Der Einfluss der Walzenparameter auf die Filterkuchenabnahme ist daher hier signifikanter. Um einen möglichst großen Kontaktwinkel zu bilden und dadurch eine vollständige Abnahme des Filterkuchens zu gewährleisten, sind kleinere Walzendurchmesser, ein weicherer Walzenmaterial und eine höhere Linienpresskraft zu wählen.

Die Walzenabnahmen dünner Filterkuchen von weniger als 1 mm auf dem Trommelfilter als auch auf der Filterplatte zeigen, dass sie in entgegengesetzter Bewegungsrichtung eine vollständige Abnahme ermöglichen.

- Mechanische Stabilität

Bei der Untersuchung der mechanischen Stabilität der Polymermembran gegenüber einer Walzenbeanspruchung zeigt sich, dass die Flächenporosität der Membran der entscheidende Faktor ist für die prozentuale Veränderung der durchschnittlichen Porengröße und somit der mechanischen Stabilität ist. Die erhöhte Flächenporosität der Membran führte zu einer größeren prozentualen Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers nach der Walzenbeanspruchung und somit einer geringeren mechanischen Stabilität. Die Membran mit der geringsten Flächenporosität wies gegenüber der Walzenbeanspruchung die geringsten Veränderungen auf. Der Grund hierfür ist die Druckverteilung der Walze. Bei einer Membran mit einer niedrigen Flächenporosität kann sich die aufgebene Kraft der Walze auf eine größere Stützfläche verteilen und die Beanspruchung auf die Membran verringern.

Es konnte weiterhin gezeigt werden, dass die Größe des Porendurchmessers keinen Einfluss auf die mechanische Stabilität der Membran hat. Die Porengrößenverteilung der

Membranen wurden in diesen Experimenten hier mittels der Kapillarflussporometrie gemessen.

- Mechanische Hochdruckreinigung von Polymermembranen

Für die erfolgreiche und komplette Abnahme des dünnen Filterkuchens ist eine Polymermembran erforderlich. Der Einsatz ist jedoch mit dem Problem des Fouling verbunden, das die nachfolgenden Filtrationszyklen stark beeinträchtigt. Da ein Ausbau der Membran und eine chemische Reinigung mit einer langen Ausfallzeit verbunden wären, ist im Rahmen dieser Arbeit eine mechanische Reinigungsmethode mit einem Hochdruckstrahl entwickelt worden.

Die mechanische Reinigung der Membranen mit einem Hochdruckstrahl erwies sich als sehr effizient und konnte mehr als 80 % des ursprünglichen Flüssigkeitsdurchsatzes der Membran wiederherstellen. Für die Hochdruckreinigung wurden die verschiedenen Einstellparameter Reinigungsdruck, Reinigungsdauer und Reinigungswinkel untereinander verglichen. Ein höherer Reinigungsdruck sowie eine längere Reinigungsdauer führte zu einem höheren Flüssigkeitsdurchsatz der Membran. Der höhere Reinigungsdruck erzeugte einen höheren Schergradienten entlang der Porenwand und konnte dadurch die anhaftenden Partikel besser entfernen. Die Reinigung bei einem Winkel von 15° und 90° lieferten schlechtere Ergebnisse als die Reinigung bei einem Winkel von 70°. Der Grund hierfür liegt in der Struktur der Membran. Eine CT Aufnahme der Membran zeigt, dass die Poren nicht vertikal angeordnet sind. Der größte Teil der Porenkanäle besitzt einen Neigungswinkel zwischen 70° und 80°. Ein direkter Strahl parallel zu den Porenkanälen führt zu einer höheren Geschwindigkeit und demnach einem höheren Schergradienten.

Des Weiteren wurde der Einfluss des Hochdruckstrahls auf die Morphologie der Membran untersucht. Der Vergleich einer neuen Membran und einer gereinigten Membran ergab hinsichtlich des durchschnittlichen Porendurchmessers nur geringe Veränderungen bis 1800 Reinigungszyklen. Nach 1800 Reinigungszyklen bei einem Reinigungsdruck von 130 bar zeigten sich jedoch größere Poren mit einem Durchmesser von 13 µm. Zudem konnten nach 1800 Reinigungszyklen mit einer UV-vis Analyse des Filtrats eine Konzentration von 0,01

Gew.-% an Mikroalgen nachgewiesen werden. Bei einem Reinigungsdruck von 30 bar und 80 bar konnten weder morphologische Veränderungen noch Mikroalgen im Filtrat gemessen werden. Die Standzeit der Membran ist abhängig von den Anforderungen an die Qualität des Filtrats sowie die Partikelgröße des Partikelsystems, da kleinere Partikel bereits früher einen Durchbruch ins Filtrat erreichen können. Insgesamt ist die Hochdruckreinigung von Membranen eine effiziente, schnelle und einfache Methode, um die auf dem Vakuumtrommelfilter fest montierten Membranen zu reinigen.

- Vergleich der Filtrationseigenschaften zwischen Polymermembranen und Filtergewebe

Der Vergleich der Filtrationseigenschaften zwischen der Polymermembran und dem Filtergewebe verdeutlicht, dass trotz des höheren Flüssigkeitsdurchsatzes des Filtergewebes die spezifischen Feststoffmassendurchsätze zwischen Membran und Filtergewebe ähnlich sind. Der Filtermediumswiderstand vom Filtergewebe liegt sogar über dem Filtermediumswiderstand der Polymermembran, da die längeren Partikelbrücken über dem Filtergewebe stärker verdichtet werden und daher eine weniger poröse Grundsicht besitzen. Jedoch ist der Filtermediumswiderstand für schwer filtrierbare Partikelsysteme vernachlässigbar wenn der Anteil des Filtermediumswiderstands nicht mehr als 20% des absoluten Filterkuchenwiderstands übersteigt. Dies war bei der Filtration von Hefezellen und Titandioxid mit einer Polymermembran zu beobachten. Der Filtermediumswiderstand konnte als vernachlässigbar klein angenommen werden. Für das Filtergewebe konnte nur der Filtermediumswiderstand bei den Hefezellen als vernachlässigbar klein angenommen werden. Die Bestimmung des spezifischen Feststoffmassendurchsatzes auf der Handfilterplatte ergaben, dass das Filtergewebe und die Membran bei Hefezellen einen ähnlichen Verlauf besitzen.

Beim Einsatz eines Filtergewebes auf einem Vakuumtrommelfilter ist die Drehzahl aufgrund der erforderlichen Mindestkuchenhöhe beschränkt. Durch die Dünnschichtfiltration und dem dem Einsatz von Membranen konnte die Drehzahl stark erhöht werden. Die Auswirkung der Drehzahlerhöhung wurde anhand einer Handfilterplatte gezeigt. Die Verringerung der Kuchenbildungszeit auf einer Filterplatte von  $t_1 = 100$  s, mit einer korrelierenden Kuchenhöhe

von weniger als 1 mm, auf  $t_1 = 5$  s konnte den spezifischen Feststoffmassendurchsatz bei Titandioxidpartikeln von etwa 30 kg/m<sup>2</sup>h auf 180 kg/m<sup>2</sup>h erhöhen. Bei Hefezellen führte die Verkürzung der Kuchenbildungszeit von  $t_1 = 20$  s auf  $t_1 = 5$  zu einer Erhöhung des Feststoffmassendurchsatzes von 106 kg/m<sup>2</sup>h auf 225 kg/m<sup>2</sup>h.

Die Dünnschichtfiltration erlaubt eine Erhöhung der Drehzahl durch den Einsatz von einer Membran und einer Walzenabnahme. Damit kann sich der spezifische Feststoffmassendurchsatz signifikant erhöhen. Zudem trat beim Einsatz der Membran kein Trübstoß bei allen Versuchen auf. Dadurch kann ein Produktverlust im Filtrat vermieden werden. Demnach ist die Dünnschichtfiltration vor allem bei schwer filtrierbaren und feinkörnigen Partikelsystemen, die eine verdichtete Grundschicht aufweisen, eine effiziente Methode.

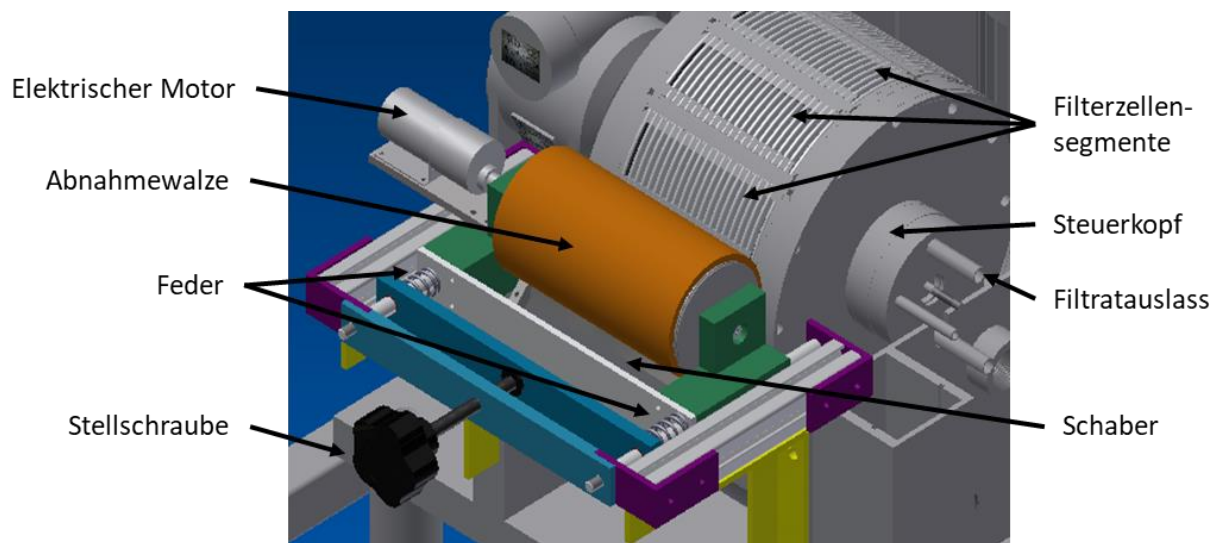
- Weiterführende Arbeiten:

Die Realisierung der Dünnschichtfiltration mit Membranen ebnet den Weg für eine kontinuierliche hydrostatische Filtration. Mit dieser gasdurchsatzlosen Filtrationsmethode ist eine äußerst energieeffiziente Abtrennung von feinen sowie groben Partikelsystemen möglich. Beispielsweise wäre für einen Filtrationsdruck von 0,4 bar eine Wassersäule von 4 m erforderlich. Jedoch sind für diesen kontinuierlichen Prozess der hydrostatischen Filtration auf dem Trommelfilter weitere Herausforderungen zu bewältigen, wie zum Beispiel die Vermeidung einer Reduzierung der Wassersäule durch einen Gaseintrag auf der Permeatseite der Membran. Ein erster konstruktiver Lösungsansatz mittels eines zellenlosen Trommelfilters ohne Steuerkopf ist im Anhang A-5 gezeigt.

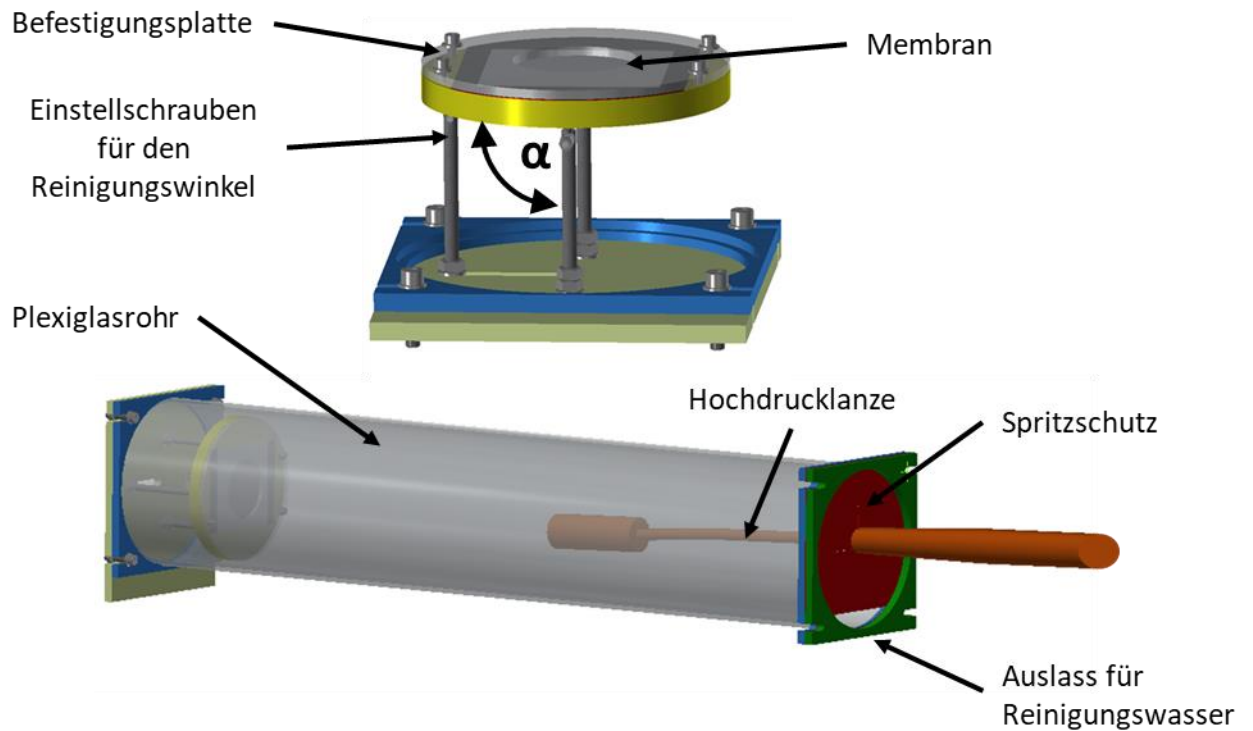




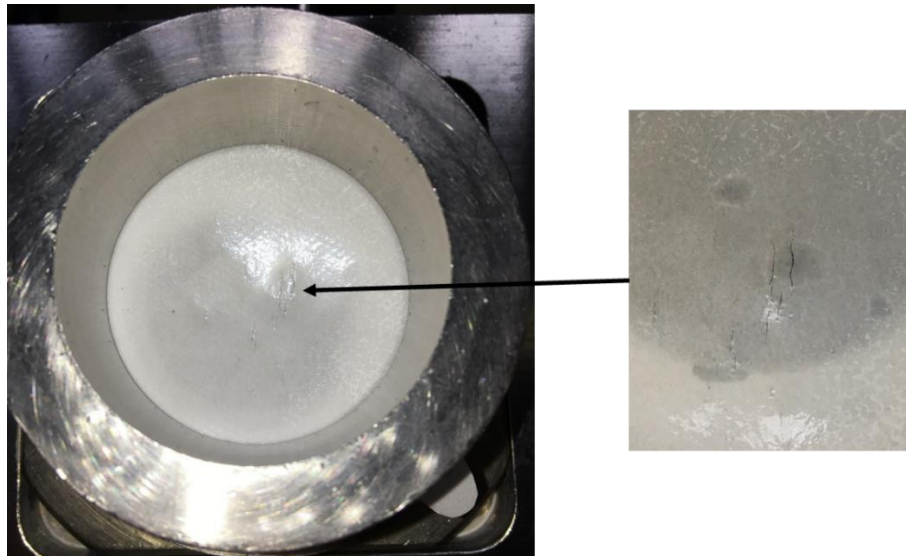
## 9 Anhang



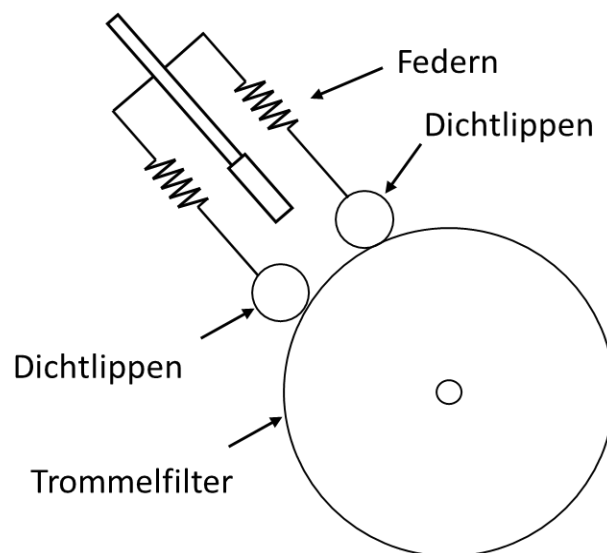
**Abbildung A-1:** Walzenabnahmeapparat auf dem Trommelfilter. Mittels zweier Federn wird die Linienpresskraft über eine Stellschraube eingestellt mit der die Walze an den Trommelfilter gedrückt wird. Ein elektrischer Motor kann die Richtung und die Geschwindigkeit der Walze einstellen.



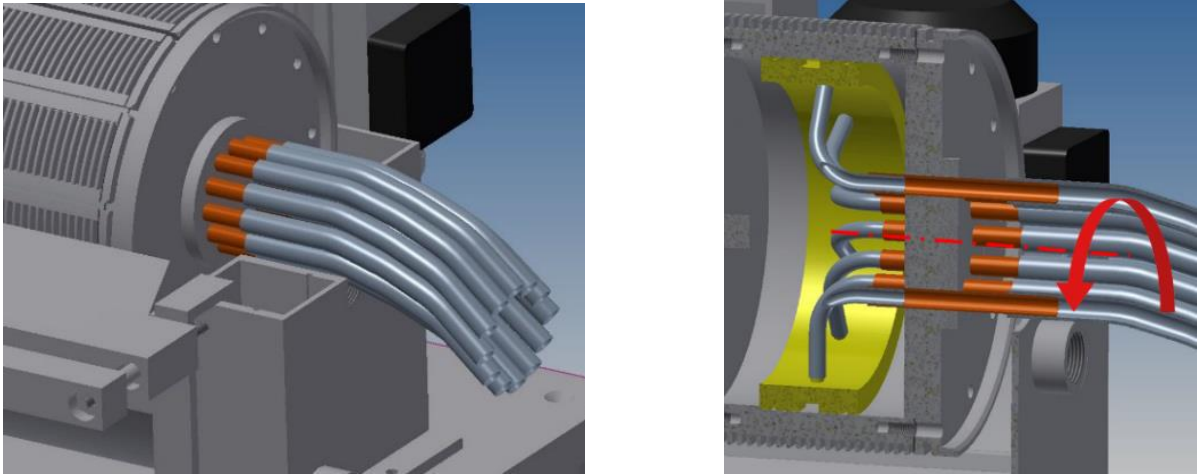
**Abbildung A-2:** Hochdruckreinigungsapparatur für Membranen. Der Reinigungswinkel kann im Gestell variiert werden. Die Membran wird durch eine Befestigungsplatte fixiert. Das Reinigungswasser mit den Verunreinigungen fließt durch eine leichte Neigung des Plexiglasrohrs in den Auslass.



**Anhang A-3:** Draufsicht auf eine PET Membran mit Rissen in der Mitte, die durch einen impulsiven Druckluftrückstoß entstanden sind.



**Anhang A-4:** Durch die Dichtlippen, die mit Federn an den Trommelfilter gepresst werden, soll verhindert werden, dass die Waschflüssigkeit in den Suspensionstrog läuft. Die Waschflüssigkeit soll seitlich an den Rändern abfließen. Dadurch kann ein Austausch oder eine Kontamination des Suspensionstrog verhindert werden.



**Abbildung A-5:** Lösungsansatz für die kontinuierliche hydrostatische Vakuumfiltration. Die Dünnschichtfiltration mit Polymermembranen ermöglicht eine kontinuierliche und hydrostatische Filtration auf einem Vakuumtrommelfilter. Die Abbildung A-9 zeigt ein Konstruktionsbeispiel eines Trommelfilters für eine hydrostatische Filtration. Die Filtratschläuche aus den Filterzellen sind mit dem Filtratablauf verbunden. Durch die Höhe dieser Wassersäule bildet sich ein Unterdruck im Filtrat, das den Filtrationsdruck vorgibt. Diese Konstruktionsweise kann die Möglichkeit eines Gaseintrags durch den Steuerkopf und somit einer Reduzierung der Höhe der Wassersäule unterbinden.



## Abbildungsverzeichnis

<b>Abbildung 2-1:</b> Ursachen für das kompressible Verhalten von Filterkuchen (nach [22])	10
<b>Abbildung 2-2:</b> Inkompressibles Verhalten von Filterkuchen (nach [22])	11
<b>Abbildung 2-3:</b> Kompressibles Verhalten von Filterkuchen (nach [22])	12
<b>Abbildung 2-4:</b> Einteilung der Filtertrommel in verschiedene Zonen durch den Steuerkopf	13
<b>Abbildung 2-5:</b> Schematischer Verlauf des spezifischen Feststoffmassendurchsatzes $\dot{m}_s$ bei Erhöhung der Filterdrehzahl $n$ (nach [31,32])	14
<b>Abbildung 2-6:</b> Qualitativer Verlauf der Filterkuchenhöhe in Abhängigkeit von der Filterdrehzahl. Die maximale Filterdrehzahl $n_{max}$ ist durch die erforderliche Mindestkuchenhöhe $h_{c,min}$ begrenzt. [nach 32]	15
<b>Abbildung 2-7:</b> Unterschiedliche Abnahmemethoden des Filterkuchens vom Vakuumtrommelfilter (nach [14])	16
<b>Abbildung 2-8:</b> Einteilung der Foulingarten: reversibles Fouling, irreversibles Fouling, verbleibendes Fouling und permanentes Fouling (nach [43])	19
<b>Abbildung 2-9:</b> Schematische Darstellung der Foulingmechanismen: Porenverblockung, Biofouling, Deckschichtbildung und innere Adsorption (nach [68])	20
<b>Abbildung 2-10:</b> Einteilung der Tensidmoleküle in vier Hauptgruppen: nichtionische, anionische, kationische und amphoterische Tenside	24
<b>Abbildung 2-11:</b> Hydrophobe Bereiche der Tensidmoleküle adsorbieren an die Membranoberfläche und führen zu einer hydrophileren Membranoberfläche. Durch die hydrophile Membranoberfläche können Mizellen anhaften und die Permeabilität der Membran beeinflussen. (nach [80])	25
<b>Abbildung 3-1:</b> Kapillarflussporometer mit Edelstahlschraubverschluss	29
<b>Abbildung 3-2:</b> Schematische Darstellung einer Kapillare	30
<b>Abbildung 3-3:</b> Schematische Darstellung der Drucknutsche (links) mit einer Filtratwaage	34
<b>Abbildung 3-4:</b> Schematische Darstellung der Filterplattenanlage mit Vakuumabscheider, Suspensionsbehälter und einer schwenkbaren Filterplatte. Die Vakuumfilterplatte entspricht einem Filterzellensegment des Trommelfilters. Sie eignet sich für den Upscale des Vakuumtrommelfilters	35

<b>Abbildung 3-5:</b> Vakuumfilterplatte mit Filterraahmen zur Kuchenbildung	37
<b>Abbildung 3-6:</b> Darstellung der Walzenabnahmeeinheit mit Seilzugsystem und Filterplatte	37
<b>Abbildung 3-7:</b> Schematische Darstellung des Vakuumtrommelfilters mit einer Walzenabnahme	40
<b>Abbildung 3-8:</b> Abgeklebte Filterfläche des Vakuumtrommelfilters mit einer Klappe vor dem Fenster um das Aufrollen der Membran durch die Walze zu verhindern	41
<b>Abbildung 3-9:</b> Schematische Darstellung der verwendeten Hochdruckreinigungsapparatur	42
<b>Abbildung 4-1:</b> REM Aufnahmen der PET Membran mit einem Stützvlies: a) Die obere Aufnahme zeigt die PET Membran von der Seite, b) Die untere Aufnahme ist eine Ansicht von unten	46
<b>Abbildung 4-2:</b> Porengrößenverteilungen der PET 0.2, PET 0.4, PET 0.8 und PET 1.0 Membran mit zunehmender Flächenporosität von a) bis d)	48
<b>Abbildung 4-3:</b> Prozentuale Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers	50
<b>Abbildung 4-4:</b> Die PET 1.0 Membran weist nur geringfügige Veränderung der Struktur nach 1600 Walzyklen auf	51
<b>Abbildung 5-1:</b> Einfluss des anliegenden Gasdifferenzdrucks während der Abnahme auf die Restfeuchte des Filterkuchens	54
<b>Abbildung 5-2:</b> Einfluss der entgegengesetzten Abnahmerichtung der Walze auf die Restfeuchte	55
<b>Abbildung 5-3:</b> Abnahme in gleicher Bewegungsrichtung der Walze (links) und Abnahme in entgegengesetzter Bewegungsrichtung der Walze (rechts) bei einem anliegenden Unterdruck	56
<b>Abbildung 5-4:</b> Einfluss des anliegenden Gasdifferenzdrucks auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens	57
<b>Abbildung 5-5:</b> Ein größerer Walzendurchmesser verursacht einen kleineren Kontaktwinkel auf der Filterplatte als eine Walze mit einem geringeren Durchmesser	58
<b>Abbildung 5-6:</b> Einfluss der Walzenparameter auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens in gleicher Bewegungsrichtung der Walze auf der Filterplatte. a) Unterschiedliche Walzendurchmesser, b) Unterschiedliche Linienpresskräfte, c) Unterschiedliche Shore-A Härten	59
<b>Abbildung 5-7:</b> Einfluss der Walzenparameter auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens in entgegengesetzter Bewegungsrichtung der Walze auf der Filterplatte. a) Unterschiedliche Walzendurchmesser, b) Unterschiedliche Linienpresskräfte, c) Unterschiedliche Shore-A Härten	61



- Abbildung 5-8:** Cluster bilden sich vor der Walze aus und werden durch die Drehbewegung auf die Walze übertragen 62
- Abbildung 5-9:** Im abgenommenen Filterkuchenanteil auf der Walze bilden sich Streifenmuster aus, die durch die Clusterbildung des Filterkuchens entstanden sind 63
- Abbildung 5-10:** Einfluss der Relativgeschwindigkeit auf den abgenommenen Filterkuchenanteil bei entgegengesetzter Bewegungsrichtung 64
- Abbildung 5-11:** Vergleich des Einflusses der verschiedenen Walzenabnahmeparameter auf den Anteil des abgenommenen Filterkuchens auf dem Trommelfilter: a) Walzendurchmesser, b) Shore-A Härte, c) Linienpresskraft 65
- Abbildung 5-12:** a) Ein größerer Durchmesser der Walze führt zu einem geringeren Kontaktwinkel zwischen der Walze und dem Filterkuchen, b) Nach Anlegen einer Linienpresskraft verformt sich eine weichere Walze mehr als eine harte Walze und besitzt dadurch einen größeren Kontaktwinkel zwischen der Walze und dem Filterkuchen. 67
- Abbildung 5-13:** Darstellung des abgenommenen Filterkuchenanteils auf dem Vakuumtrommelfilter in gegensinniger Abnahmerichtung. Die Linienpresskraft nimmt von a) nach c) zu 68
- Abbildung 5-14:** Vergleich des Einflusses unterschiedlicher Durchmesser auf den abgenommenen Filterkuchenanteil. Hier zeigt sich die Linienpresskraft als wichtiger Einflussfaktor für die komplette Filterkuchenabnahme. Bei geringeren Linienpresskräften sieht man, dass ein größerer Walzendurchmesser eine schlechtere Abnahme verursacht. Mit Zunahme der Linienpresskraft nimmt der Einfluss des Walzendurchmessers auf den abgenommenen Filterkuchenanteil ab 71
- Abbildung 6-1:** Einfluss des Foulings auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran bei einem Gasdifferenzdruck von  $\Delta p = 0,8$  bar 75
- Abbildung 6-2:** REM-Aufnahme der Kernspurmembranen; a) neue Membran ohne Fouling, b) Membran nach 200 Filtrationsschritten mit einer Mikroalgensuspension. Es zeigen sich deutliche Anzeichen von Fouling in den Porenkanälen 76
- Abbildung 6-3:** a) Porengrößenverteilung der Membran vor und nach 10 Reinigungszyklen; b) Porengrößenverteilung der Membran nach 1800 Reinigungszyklen (Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungswinkel  $\alpha = 90^\circ$ , Reinigungsdruck  $p = 30$  bar, Reinigungsdauer  $t = 5$  s). Messungen mittels eines Kapillarflussporometers 77
- Abbildung 6-4:** REM-Aufnahme einer Membran nach 10 Reinigungszyklen. Die Pfeile zeigen auf die dünnen Wände zwischen den Porenkanälen, die durch die Hochdruckreinigung beeinflusst wurden 78
- 115

- Abbildung 6-5:** UV-vis-Spektrometrie des Filtrats bei einer Wellenlänge von 550 nm. Eine Konzentration von 0,01 Gew.-% war nach 1800 Reinigungszyklen im Filtrat nachzuweisen 79
- Abbildung 6-6:** a) Einfluss des Reinigungsdrucks auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran ( $TP_{rel}$  bei  $p = 130$  bar nach Reinigung: 77%;  $TP_{rel}$  bei  $p = 30$  bar nach Reinigung: 59%), b) Einfluss des Reinigungsdrucks auf die Porengrößenverteilung der Membran (Einstellung: Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungswinkel  $\alpha = 90^\circ$ , Reinigungsdauer  $t = 5$  s) 81
- Abbildung 6-7:** a) Einfluss der Reinigungsdauer auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran ( $TP_{rel}$  bei  $t = 10$  s nach Reinigung: 69% ;  $TP_{rel}$  bei  $t = 5$  s nach Reinigung: 59%), b) Einfluss der Reinigungsdauer auf die Porengrößenverteilung der Membran (Einstellungen: Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungsdruck  $p = 30$  bar, Reinigungswinkel  $\alpha = 90^\circ$ ) 83
- Abbildung 6-8:** Nach einer Reinigungszeit von  $t = 10$ s erreicht der relative Flüssigkeitsdurchsatz ein Plateau. Eine optimale Reinigungszeit ist  $t = 10$  s (Einstellungen: Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungsdruck  $p = 30$  bar, Reinigungswinkel  $\alpha = 90^\circ$ ) 84
- Abbildung 6-9:** a) Einfluss des Reinigungswinkels auf den Flüssigkeitsdurchsatz der Membran ( $TP_{rel}$  bei  $\alpha = 15^\circ$  nach Reinigung: 39%;  $TP_{rel}$  bei  $\alpha = 70^\circ$  nach Reinigung: 70%;  $TP_{rel}$  bei  $\alpha = 90^\circ$  nach Reinigung: 59%), b) Einfluss des Reinigungswinkels auf die Porengrößenverteilung der Membran (Einstellung: Distanz  $d = 50$  cm, Reinigungsdruck  $p = 30$  bar, Reinigungsdauer  $t = 5$  s) 85
- Abbildung 6-10:** a) Computertomographie-Aufnahme einer Membran, b) Schematische Darstellung einer verunreinigten Membran. Nach der Reinigung befinden sich noch Verunreinigungen in den tieferen Bereichen des Porenkanals, die zu einer Verringerung des Flüssigkeitsdurchsatzes führen 87
- Abbildung 6-11:** Einfluss der Temperatur auf die Reinigung. Versuche sind hier mit dem Einfluss der Walzenabnahme auf einem Trommelfilter durchgeführt worden. (Reinigungsdruck  $p = 130$  bar, Reinigungswinkel  $\alpha = 70^\circ$ , Reinigungsdauer  $t = 10$  s) 88
- Abbildung 6-12:** Einfluss von Tensiden auf die Reinigung (Reinigungsdruck  $p = 130$  bar, Reinigungswinkel  $\alpha = 70^\circ$ , Reinigungsdauer  $t = 10$  s, Temperatur  $T = 20^\circ\text{C}$ ) 90
- Abbildung 6-13:** Hydrophobe Gruppen des SDS-Moleküls binden das Fouling an die Membran 91
- Abbildung 7-1:** Vergleich der absoluten Filterkuchenwiderstände und Filtermediumswiderstände mit den Filtermedien Sefar NITEX und der PET 1.0 Membran mit Titandioxid und Hefe 94
- Abbildung 7-2:** Schematische Darstellung einer Partikelbrücke über einem Filtergewebe und über einer Membran 95

**Abbildung 7-3:** a) Filterkuchenhöhen von Hefezellen und Titandioxidpartikeln; b) Vergleich der spezifischen Feststoffmassendurchsätze mit einem Filtergewebe und einer Membran auf einer Handfilterplatte bei einem Gasdifferenzdruck von  $\Delta p = 0.8$  bar 97

**Abbildung A-1:** Walzenabnahmeapparat auf dem Trommelfilter. Mittels zweier Federn wird die Linienpresskraft über eine Stellschraube eingestellt mit der die Walze an den Trommelfilter gedrückt wird. Ein elektrischer Motor kann die Richtung und die Geschwindigkeit der Walze einstellen 107

**Abbildung A-2:** Hochdruckreinigungsapparat für Membranen. Der Reinigungswinkel kann im Gestell variiert werden. Die Membran wird durch eine Befestigungsplatte fixiert. Das Reinigungswasser mit den Verunreinigungen fließt durch eine leichte Neigung des Plexiglasrohrs in den Auslass 108

**Anhang A-3:** Draufsicht auf eine PET Membran mit Rissen in der Mitte, die durch einen impulsiven Druckluftrückstoß entstanden sind 109

**Anhang A-4:** Durch die Dichtlippen, die mit Federn an den Trommelfilter gepresst werden, soll verhindert werden, dass die Waschflüssigkeit in den Suspensionstrog läuft. Die Waschflüssigkeit soll seitlich an den Rändern abfließen. Dadurch kann ein Austausch oder eine Kontamination des Suspensionstrog verhindert werden 109

**Abbildung A-5:** Lösungsansatz für die kontinuierliche hydrostatische Vakuumfiltration. Die Dünnschichtfiltration mit Polymermembranen ermöglicht eine kontinuierliche und hydrostatische Filtration auf einem Vakuumtrommelfilter. Die Abbildung A-9 zeigt ein Konstruktionsbeispiel eines Trommelfilters für eine hydrostatische Filtration. Die Filtratschläuche aus den Filterzellen sind mit dem Filtratablauf verbunden. Durch die Höhe dieser Wassersäule bildet sich ein Unterdruck im Filtrat, das den Filtrationsdruck vorgibt. Diese Konstruktionsweise kann die Möglichkeit eines Gaseintrags durch den Steuerkopf und somit einer Reduzierung der Höhe der Wassersäule unterbinden 110

## Symbolverzeichnis

### Lateinische Symbole

$A$	Filterfläche	$m^2$
$c_V$	Volumenkonzentration	%
$D$	Porendurchmesser	$m$
$d_{\text{prozent}}$	Prozentuale Veränderung des durchschnittlichen Porendurchmessers	%
$d_{\text{nach}}$	Durchschnittlicher Porendurchmesser nach Beanspruchung	$m$
$d_{\text{vor}}$	Durchschnittlicher Porendurchmesser vor Beanspruchung	$m$
$g$	Erdschwerefeld	$m/s^2$
$h_c$	Filterkuchenhöhe	$m$
$h_{c,\text{min}}$	Mindestkuchenhöhe	$m$
$L_p$	Länge Filterplatte	$m$
$m$	Feststoffmasse	$kg$
$m_{\text{tot}}$	Gesamtmasse Filterkuchen	$kg$
$m_{\text{tot,feucht}}$	Gesamtmasse feuchter Filterkuchen	$kg$
$m_M$	Filterkuchen auf Membran	$kg$
$\dot{m}_S$	Spezifischer Feststoffmassendurchsatz	$kg/m^2s$
$n$	Drehzahl	$1/min$
$n_{\text{max}}$	Maximale Drehzahl	$1/min$
$\Delta p$	Gasdruckdifferenz	$bar$
$P$	Porendichte	$1/cm^2$
$Q$	Anteil des abgenommenen Filterkuchens	%
$q_p$	Linienpresskraft	$N/m$
$r_c$	Spezifischer Filterkuchenwiderstand	$1/m^2$
$R$	Gesamtwiderstand	$1/m$
$R_c$	Absoluter Filterkuchenwiderstand	$1/m$

## Symbolverzeichnis

---

$R_M$	Filtermediumswiderstand	1/m
RF	Restfeuchte	%
ShA	Shore-A Härte	°
t	Reinigungsdauer	s
$t_1$	Filterkuchenbildungszeit	s
$t_2$	Entfeuchtungszeit	s
T	Temperatur	°C
TM	Trockenmassenanteil	%
TP	Spezifischer Flüssigkeitsdurchsatz	$m^3/sm^2bar$
$TP_0$	Spezifischer Flüssigkeitsdurchsatz neue Membran	$m^3/sm^2bar$
$TP_{rel}$	Relativer Flüssigkeitsdurchsatz	%
V	Volumen	$m^3$
$v_{rel}$	Relativgeschwindigkeit	m/s
$v_{Platte}$	Geschwindigkeit der Filterplatte	m/s
$X_{10}, X_{50}, X_{90}$	Partikelgröße	m

### Griechische Symbole

$\alpha$	Reinigungswinkel	°
$\beta_{TF}$	Kontaktwinkel Trommelfilter	°
$\gamma$	Oberflächenspannung	N/m
$\epsilon$	Porosität	-
$\omega$	Winkelgeschwindigkeit	°/s
$\eta$	Dynamische Viskosität	Pa s
$\theta$	Kontaktwinkel	°
$\kappa$	Konzentrationsbeiwert	-
$\rho_s$	Feststoffdichte	$kg/m^3$
$\phi_s$	Flächenporosität	%

## Literaturverzeichnis

- [1] J. Hermeler, L. Horstkötter, T. Hartmann, Neue Dekantergeneration mit verbessertem energetischen Wirkungsgrad, F&S Filtrieren und Separieren 26 (2012) S.158-166.
- [2] M. Blesl, A. Kessler, Energieeffizienz in der Industrie, Springer Verlag Berlin Heidelberg (2013).
- [3] J. Heuser, Filterkuchenwaschprozesse unter besonderer Berücksichtigung physikalisch-chemischer Einflüsse, Universität Karlsruhe (TH), (2003).
- [4] H. Anlauf, Abscheiden von Feststoffen aus Flüssigkeiten, Mechanische Verfahrenstechnik, Wiley-VCH Weinheim (2004).
- [5] F. Braun, W. Back, T. Becker, M. Krottenthaler, Entwicklung eines regenerierbaren Filterhilfsmittels auf Zellulosebasis, Abschlußbericht Az 24962, Deutsche Bundesstiftung Umwelt (2010).
- [6] T. Jung, Kieselgurfreie Anschwemmfiltration, Forschungsbericht, Der Deutsche Weinbau (2013).
- [7] O. Shevchenko, S. Tynyna, Fest-Flüssig-Trennung von feindispersen Suspensionen durch Pressfiltration bei pulsierendem Überdruck, Chemie Ingenieur Technik 89 (2017) 823-830.
- [8] A. Dresel, U. Teipel, Druckfiltration von Kohlenstoffnanoröhrensuspensionen, Chemie Ingenieur Technik 86 (2014) 295-301.
- [9] F. M. Tiller, W. P. Li, J.B. Lee, Determination of the critical pressure drop for filtration of super-compactible cakes, Water Science and Technology 44 (2001) 171-176.
- [10] F. Tiller, T. Green, Role of porosity in filtration IX skin effect with highly compressible materials, AIChE Journal 19 (1973) 1266.
- [11] H. Anlauf, A. Erk, Kontinuierliche Dünnschichtfiltration schwerfiltrierbarer Suspensionen, Aufbereitungstechnik 47 (2006) 22-29.
- [12] H. Anlauf, Evolution in der Trenntechnik –technische Entwicklung durch Mutation und Selektion, F&S Filtrieren und Separieren 26 (2012) 150-157.

- [13] R. Bott, Mikroporöse Filtermedien für die Kuchenfiltration, *Chemie Ingenieur Technik* 62 (1990) 718-724.
- [14] T. Wiedemann, Das Schrumpfungs- und Reißbildungsverhalten von Filterkuchen, Universität Karlsruhe (TH), (1996).
- [15] H. Anlauf, Funktionalisierte Filtermedien zur kontinuierlichen Vakuumfiltration ohne Vakuum- und Filtratpumpen, *F&S Filtrieren und Separieren* 29 (2015) 6-11.
- [16] H. Anlauf, *Wet Cake Filtration: Fundamentals, Equipment and Strategies*, Wiley-VCH, (2019).
- [17] H. Anlauf, Recent Developments in Research and Machinery of Solid–Liquid Separation Processes, *Drying Technology* 24 (2006) 1235-1241.
- [18] D.J. Lee, C.H. Wang, Theories of cake filtration and consolidation and implications to sludge dewatering, *Water Research* 34 (2000) 1–20.
- [19] J. Olivier, J. Vaxelaire, E. Vorobiev, Modelling of Cake Filtration: An Overview, *Separation Science and Technology* 42 (2007) 1667–1700.
- [20] H. Anlauf, *Entfeuchtung von Filterkuchen bei der Vakuum-, Druck- und Druckvakuumfiltration*, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1986.
- [21] I. Nicolaou, *Fortschritte in Theorie und Praxis der Filterkuchenbildung und -entfeuchtung durch Gasdruckdifferenz*, Universität Karlsruhe (TH), 1996.
- [22] R. J. Wakeman, The prediction and calculation of cake dewatering characteristics, *Filtration and Separation* (1979) 655-669.
- [23] 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.
- [24] C. M. Alles, *Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen*, Universität Karlsruhe (TH), 2000.
- [25] F. M. Tiller, H. Cooper, Role of porosity infiltration: Part V. Porosity variation in filter cakes, *AIChE Journal*, 33 (1962) 445.

- [26] B.F. Ruth, Studies in Filtration II. Fundamental Axiom of Constant-Pressure Filtration, *Industrial & Engineering Chemistry* 25 (1933) 153–161.
- [27] B.F. Ruth, Studies in filtration III. Derivation of general filtration equations, *Industrial and Engineering Chemistry* 27 (1935) 708–723.
- [28] H. Anlauf, Entstehung und Entfeuchtung des Filterkuchens, Hrsg. W. Hess, Vulkan-Verlag (1991).
- [29] W. Gösele, Grenzflächeneffekte und Fest-Flüssig-Trennung – was der Praktiker davon wissen sollte, *F&S Filtrieren und Separieren* 9 (1995) 14-22.
- [30] J.-E. Roth, Grenzflächeneffekte bei der Fest/Flüssig-Trennung, *chemie-Ingenieur-Technik* 63 (1991) 104-115.
- [31] B.F. Ruth, G. Montillon, R. Montonna, Studies in filtration I. Critical analysis of filtration theory, *Industrial & Engineering Chemistry* 25 (1933) 76–82.
- [32] F.M. Tiller, W.-F. Leu, Basic Data Fitting in Filtration, *Journal of The Chinese Institute of Chemical Engineers* 11 (1980) 61–70.
- [33] R. A. Bott, Kontinuierliche Filter in der Fest/Flüssig-Trennung, *Chemie Ingenieur Technik* 79 (2007) 1743-1746.
- [34] K. Luckert, *Handbuch der mechanischen Fest-Flüssig-Trennung*, Vulkan-Verlag (2004).
- [35] H. Anlauf, Kuchenfiltration jenseits der Möglichkeiten heutiger Pressfilter – kontinuierliche Dünnschichtfiltration, *Welt-Handbuch der Filtrations- u. Separationsindustrie*, VDL-Verlag (2010) 142-148.
- [36] E. Ehrfeld, Grundformeln der kuchenbildenden Filtration, *Chemie Ingenieur Technik plus* 11 (2003) 20-22.
- [37] R. A. Bott, *Zur Kontinuierlichen Druckfiltration*, Universität Karlsruhe (TH) (1985).
- [38] C. Boittelle, C. Poupot, V. Milisic, M. Mietton-Peuchot, Advances in the Precoat Filtration Process, *Separation Science and Technology* 43 (2008) 1701-1712.
- [39] W. Höflinger, A. Hackl, Evaluation of optimal knife advances for precoat filtration on rotary vacuum filters, *Filtration & Separation*, 27 (1990) 110-113.



- [40] Z. Wang, J. Ma, C. Y. Tang, Katsuki Kimura, Q. Wang, X. Han, Membrane cleaning in membrane bioreactors: A review, *Journal of Membrane Science* 468 (2014) 276-307.
- [41] S. Judd, *The MBR Book: Principles and Applications of Membrane Bioreactors for water and Wastewater Treatment*, Elsevier (2011).
- [42] C. Huyskens, S. Lenaerts, E. Brauns, L. Diels, H. De Wever, Study of (ir)reversible fouling in MBRs under various operating conditions using new online fouling sensor, *Separation and Purification Technology* 81 (2011) 208–215.
- [43] M. Kraume, D. Wedi, J. Schaller, V. Iversen, A. Drews, Fouling in MBR: what use are lab investigations for full scale operation?, *Desalination* 236 (2009) 94–103.
- [44] L. Malaeb, P. Le-Clech, J. S. Vrouwenvelder, G. M. Ayoub, P. E. Saikaly, Do biological-based strategies hold promise to biofouling control in MBRs? *Water Research* 47 (2013) 5447–5463.
- [45] Z. Wang, Z. Wu, X. Yin, L. Tian, Membrane fouling in a submerged membrane bioreactor (MBR) under sub-critical flux operation: membrane foulant and gel layer characterization, *Journal of Membrane Science*, 325 (2008) 238–244.
- [46] A. R. Costa, M. N. de Pinho, M. Elimelech, Mechanisms of colloidal natural organic matter fouling in ultrafiltration, *Journal of Membrane Science*, 281 (2006) 716–725.
- [47] E. Cornelissen, *E. Membrane fouling in waste water filtration*, Universität Twente, Enschede (1997).
- [48] J. H. Hanemaaijer, T. Robbertsen, T. Van den Boomgaard, J. W. Gunnink, (1989) Fouling of ultrafiltration membranes - The role of protein adsorption and salt precipitation, *Journal of Membrane Science* 40 (1989) 199-217.
- [49] G. Jonsson, P. Pradanos, A. Hernandez, Fouling Phenomena in Microporous Membranes - Flux Decline Kinetics and Structural Modifications, *Journal of Membrane Science*, 112 (1996) 171-183.
- [50] H.-C. Flemming *Biofouling bei Membranprozessen*. Springer Verlag (1995).
- [51] X. Shi, G. Tal, N. R. Hankins, V. Gitis, Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: A review, *Journal of Water Process Engineering*, 1 (2014) 121-138.

- [52] Z. Wang, J. Ma, C. Y. Tang, K. Kimura, Q. Wang, X. Han, Membrane cleaning in membrane bioreactors: A review, *Journal of Membrane Science*, 468 (2014), 276-307.
- [53] L. Xia, A. W.-K. Law, A. g. Fane, Hydrodynamic effects of air sparging on hollow fiber membranes in a bubble column reactor, *Water Research*, 47 (2013) 3762-3772.
- [54] M. Raffin, E. Germain, S. J. Judd, Influence of backwashing, flux and temperature on microfiltration for wastewater reuse, *Separation and Purification Technology*, 96 (2012), 147–153.
- [55] P. vanden Brink, F. Vergeldt, H. Van As, A. Zwijnenburg, H. Temmink, M. C. M. van Loosdrecht, Potential of mechanical cleaning of membranes from a membrane bioreactor, *Journal of Membrane Science*, 429 (2013) 259–267.
- [56] M. Xu, X. Wen, X. Huang, Z. Yu, M. Zhu, Mechanisms of Membrane Fouling Controlled by Online Ultrasound in an Anaerobic Membrane Bioreactor for Digestion of Waste Activated Sludge, *Journal Membrane Science*, 445 (2013) 119–126.
- [57] A. L. Ahmad, N. F. C. Lah, S. Ismail, B. S. Ooi, Membrane Antifouling Methods and Alternatives: Ultrasound Approach, *Separation and Purification Review*, 41 (2012) 318–346.
- [58] K.-K. Ng, C.-J. Wu, H.-L. Yang, C. Panchangam, Y.-C. Lin, P.-K. A. Hong, C.-H. Wu, C. F. Lin, Effect of Ultrasound on Membrane Filtration and Cleaning Operations, *Separation Science and Technology*, 48 (2012) 215–222.
- [59] Y. Gao, D. Chen, L. K. Weavers, H. W. Walker, Ultrasonic Control of UF Membrane Fouling by Natural Waters: Effects of Calcium, pH, and Fractionated Natural Organic Matter, *Journal of Membrane Science*, 401–402 (2012) 232–240.
- [60] J. Wang, X. Gao, Y. Xu, Q. Wang, Y. Zhang, X. Wang, C. Gao, Ultrasonic-Assisted Acid Cleaning of Nanofiltration Membranes Fouled by Inorganic Scales in Arsenic-Rich Brackish Water, *Desalination* 377 (2016) 172–177.
- [61] T. G. Leighton, *The Acoustic Bubble*, 1st ed., Academic Press, San Diego, CA 1994.
- [62] A. Maskooki, S. A. Mortazavi, A. Maskooki, Cleaning of spiralwound ultrafiltration membranes using ultrasound and alkaline solution of EDTA, *Desalination* 264 (2010) 63-69.

- [63] I. Masselin, X. Chasseray, L. Durand-Bourlier, J.-M. Lain, P.-Y. Syzarefand, D. Laemordant, Effect of Sonication on Polymeric Membranes, *Journal Membrane Science*, 181 (2001) 213-220.
- [64] Z. Zhou, F. Meng, H. Liu, X. Jia, X. He, Simultaneous alkali supplementation and fouling mitigation in membrane bioreactors by on-line NaOH backwashing, *Journal of Membrane Science*, 457 (2014) 120-127.
- [65] L. Liu, Z. Ding, L. Chang, M. Runyu, Z. Yang, Ultrasonic Enhancement of Membrane based Deoxygenation and Simultaneous Influence on Polymeric Hollow Fiber Membrane, *Separation and Purification Technology*, 56 (2007) 133-142.
- [66] M. Kallioinen, M. Mänttari, Influence of Ultrasonic Treatment on Various Membrane Materials: A Review, *Separation and Purification Technology*, 46 (2011) 1388–1395.
- [67] R.-S. Juang, K.-H. Lin, Flux Recovery in the Ultrafiltration of Suspended Solutions with Ultrasound, *Journal Membrane Science*, 243 (2004) 115–124.
- [68] T. Melin, R. Rautenbach, *Membranverfahren: Grundlagen der Modul- und Anlagenauslegung*, Springer Berlin Heidelberg (2013).
- [69] L. Z. Zeman, A. L. Zydney, *Microfiltration and Ultrafiltration: Principles and Applications*, Marcel Dekker Inc. (1996).
- [70] S. Strugholtz, K. Sundaramoorthy, S. Panglisch, A. Lerch, A. Brügger, R. Gimbel, Evaluation of the performance of different chemicals for cleaning capillary membranes, *Desalination* 179 (2005) 191-202.
- [71] G. Tragardh, Membrane cleaning, *Desalination* 71 (1989) 325–335.
- [72] E.M. Thurman, *Organic Geochemistry of Natural Waters*, Springer New York (1985).
- [73] S. S. Madaeni, E. Rostami, A. Rahimpour, Surfactant cleaning of ultrafiltration membranes fouled by whey, *International Journal of Dairy Technology*, 63 (2010) 273-283.
- [74] T. F. Tadros, *An Introduction to Surfactants*, De Gruyter Berlin (2014).
- [75] S. N. Blagojevic, S. M. Blagojevic, N. D. Pejic, Performance and Efficiency of Anionic Aishwashing Liquids with Amphoteric and Nonionic Surfactants, *Journal of Surfactants and Detergents*, 19 (2016) 363-372.

- [76] X. Cui, S. Mao, M. Liu, H. Yuan, Y. Du, Mechanism of Surfactant Micelle Formation, *Langmuir* 24 (2008) 10771-10775.
- [77] M. J. Blandamer, P.M. Cullis, L. G. Soldi, J. B. F. N. Engberts, A. Kacperska, N. M. Van Os, M. C. S. Subha, Thermodynamics of micellar systems: Comparison of mass action and phase equilibrium models for the calculation of standard Gibbs energies of micelle formation, *Advances in Colloid Interfaces* 58 (1995) 171–209.
- [78] S. D. Wettig, R. E. J. Verrall, Thermodynamic Studies of Aqueous m–s–m Gemini Surfactant Systems, *Colloid Interface Science* 235 (2001) 310–316.
- [79] M.J. Muñoz-Aguado, D. E. Wiley, A. G. Fane, Enzymatic and detergent cleaning of a polysulfone ultrafiltration membrane fouled with BSA and whey, *Journal of Membrane Science*, 117 (1996) 175–187.
- [80] R. Naim, I. Levitsky, V. Gitis, Surfactant cleaning of UF membranes fouled by proteins, *Separation and Purification Technology*, 94 (2012) 39-43.
- [81] M. A. Arguello, S. Alvarez, F. A. Riera, R. Alvarez, Enzymatic cleaning of inorganic ultrafiltration membranes used for whey protein fractionation, *Journal Membrane Science*, 216 (2003) 121–134.
- [82] M. A. Arguello, S. Alvarez, F. A. Riera, R. Alvarez, Utilization of enzymatic detergents to clean inorganic membranes fouled by whey proteins, *Separation and Purification Technology*, 41 (2005) 147–154.
- [83] S. T. Poele, J. van der Graaf, Enzymatic cleaning in ultrafiltration of wastewater treatment plant effluent, *Desalination*, 179 (2005) 73–81.
- [84] D. Chen, M. Columbia, Enzymatic control of alginate fouling of dead-end MF and UF ceramic membranes, *Journal Membrane Science*, 381 (2011) 118-125.
- [85] Z. Lam, H. Anlauf, H. Nirschl, Roller discharge of thin film filter cakes from membranes: A key to the thin film filtration, *Separation and Purification Technology*, 221 (2019) 38-43.
- [86] J. Vaxelaire, J. Olivier, Compression dewatering of particulate suspensions and sludge: effect of shear, *Drying Technology*, 32 (2014) 23.

- [87] M. A. Koenders, E. Liebhart, R. J. Wakeman, Dead-end filtration with torsional shear: experimental findings and theoretical analysis, *Chemical Engineering Research and Design*, 79 (2001) 249.
- [88] R. J. Wakeman, G. M. Zhang, M. A. Koenders, Effects of rotational flow induced in a rotary piston press on the formation and properties of filter cakes, in: *Proceedings of World Filtration Congress (2000)* 1121.
- [89] F. S. Lau, M. C. Mensinger, M. J. Roberts, Development and testing of the internal rotary compression press, *Drying Technology*, 8 (1990) 1–23.
- [90] Z. Lam, H. Anlauf, H. Nirschl, High-Pressure Cleaning of Polymeric Microfiltration Membranes, *Chemical Engineering and Technology*, 43 (2020) 457-464.
- [91] G. M. Burdick, N. S. Berman, S. P. Beaudoin, Hydrodynamic Particle Removal from Surfaces, *Thin Solid Films*, 488 (2005) 116–123.
- [92] E. Ehrfeld, Influence of Filter Cloth Behavior on the Layout of Cake Forming Filters, *Chemical Engineering and Technology*, 33 (2010) 1349-1357.
- [93] Z. Lam, H. Anlauf, H. Nirschl, Thin-Film Filtration of Difficult-to-Filter Suspensions Using Polymeric Membranes, *Chemical Engineering and Technology*, 44 (2021) 1479-1487.

## Tabellenverzeichnis

**Tabelle 1:** Unterschiedliche Porendurchmesser vor und nach der Walzenbeanspruchung 49