

Mechanische Entfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen durch Vibrationsverdichtung

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)

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

DISSERTATION

von

M.Sc. Tolga Yildiz
aus Northeim

Tag der mündlichen Prüfung:

Erstgutachter:

Zweitgutachter:

06.06.2025

Prof. Dr.-Ing. habil. Hermann Nirschl

Prof. Dr.-Ing. Matthias Kind

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter von Juli 2019 bis August 2024 am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT). Im Folgenden möchte ich die Gelegenheit nutzen, den Menschen, die mich durch ihre Unterstützung auf diesem Weg begleitet haben, meinen Dank auszusprechen.

Zuallererst gilt mein besonderer Dank Prof. Dr.-Ing. habil. Hermann Nirschl, der mir überhaupt erst die Möglichkeit gegeben hat, diese Arbeit zu beginnen und letztlich fertigzustellen. Besonders hervorheben möchte ich das Vertrauen, dass mir von Beginn an entgegengebracht wurde, um diese Arbeit mit großen Freiheiten anzufertigen. Auch die fachlichen Impulse in stets angenehmen persönlichen Gesprächen haben zum Gelingen dieser Arbeit beitragen. Darüber hinaus bin ich für die zahlreichen Gelegenheiten, meine Arbeit auf nationalen als auch internationalen Konferenzen präsentieren zu dürfen, sehr dankbar.

Ebenso bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Matthias Kind, der sich trotz seines wohlverdienten Ruhestands Zeit genommen hat, die Rolle als Zweitgutachter zu übernehmen und sich fachlich über meine Arbeit mit mir auszutauschen.

Mein Dank gilt zudem allen Mitarbeitenden des Instituts für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM), die mich im Laufe meiner Zeit unterstützt und begleitet haben. Dazu gehören einerseits die Personen rund um die Verwaltung, Elektrowerkstatt, mechanische Werkstatt, Technik, PMT und IT. Besonders hervorheben möchte ich Hans Guigas, der mir gemeinsam mit Thomas Reutter bei der Entwicklung, Konstruktion, Fertigung und Montage meiner Anlage voller Tatendrang trotz seines Ruhestands enorm geholfen hat und von dem ich viel lernen konnte. Des Weiteren danke ich meinem direkten Büronachbar Dr.-Ing. Marco Gleiß sowohl für die fachlichen Denkanstöße als auch für den außerfachlichen Austausch. Dr.-Ing. Harald Anlauf sei für die erfolgreiche Antragsstellung meines Projekts, die fachlichen Diskussionen und seine Begeisterung für die Fest-Flüssig-Trennung, die mich letztlich an das Institut geführt hat, gedankt. Ich bin außerdem froh, mir mit Kirsten Ullmann, Bernd Fränkle, Volker Bächle und Melanie Fuhrmann das Büro geteilt zu haben, die stets meine Launen toleriert haben und für einen Plausch fachlicher oder überfachlicher Natur bereit waren.

Meinen Doktorandenkollegen und -kolleginnen am Institut danke ich für das angenehme und unterhaltsame Miteinander, dass zu einer schönen Zeit am Institut beitragen hat. Allen Menschen, die meine Ablehnung zur Mittagspause in der Mensa mitgetragen haben und sich auf kulinarische Köstlichkeiten außerhalb des Uni-Campus mit mir eingelassen haben, gebührt ebenso mein Dank. Ein besonderes Privileg war es ebenso, mit meinen großartigen Freunden Felix Reinke, Timo Dobler und Christian Straube auch über das Studium hinaus als Arbeitskollegen am Institut Zeit zu verbringen. Auch über die neu entstandenen Freundschaften, mit denen ich viel Zeit außerhalb der Arbeitszeit verbringen durfte, bin ich sehr dankbar. In diesem Zusammenhang möchte ich vor allem Lukas Poggemann, Lucas Jakob, Amadeus Wolf, Anshuman Chauhan, Benjamin Radel und Nicolas Hafen erwähnen.

Eine erfolgreiche Zeit am Institut wäre nicht möglich gewesen ohne die Hilfe von fleißigen, zuverlässigen Studierenden wie Sven Klein, Julius Zolg, Joel Gegenheimer, Jana Christoph, Patrick Wiechers, Lucas Schmid, Una Stankovic, Mona Schmidbauer, Mark Röck, Noah Memis, Phillip Lereuil, Mirnes Nakicevic, Ivan Salvatierra, Alisa Pfau, Khorshed Hamed, Arda Özger, Bassam Ali, Kai Zhang und Alexander Kessler, denen ich meinen Dank ausspreche.

Meinen Freunden außerhalb der Institutsbubble danke ich ebenfalls für die nötige Ablenkung vom Promotionsstress und das aufgebrachte Verständnis für diesen Wahnsinn.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meinen Eltern Margrit und Süleyman sowie bei meiner Schwester Esra herzlich für ihren unendlichen Rückhalt und ihre bedingungslose Unterstützung danken. Ich bin unendlich froh, euch an meiner Seite zu haben!

Zusammenfassung

Die Kuchenfiltration ist ein bewährtes Verfahren zur Fest-Flüssig-Trennung von hochkonzentrierten Suspensionen. Nach der Kuchenbildung liegt ein sogenannter Filterkuchen als Partikelnetzwerk mit Flüssigkeit gefüllten Poren vor. Da zur weiteren Reduzierung der Filterkuchenrestfeuchte mechanische Methoden gegenüber der thermischen Trocknung signifikant weniger Energie erfordern, gilt es, Filterkuchen so weit wie möglich mechanisch zu entfeuchten. Vorzugsweise erfolgt die Kuchenfiltration auf einem einfachen kontinuierlichen Vakuumfilterapparat, der sich durch geringe Investitionskosten und hohe erreichbare Durchsätze auszeichnet.

Für feinpartikuläre Suspensionen stößt die gängige Gasdifferenzdruckentfeuchtung zur mechanischen Entfeuchtung auf einem Vakuumfilterapparat an seine Grenzen. Die Anwendung eines Gasdifferenzdrucks von maximal 80 kPa, um Flüssigkeit aus dem Filterkuchen zu treiben, führt aufgrund des hohen kapillaren Eintrittsdrucks zu einer unzureichenden Entfeuchtung. Auch erhöhte Betriebskosten und schlimmstenfalls ein Druckdifferenzabfall durch unerwünschte Rissbildung sind für feine Filterkuchen denkbar. Für eine adäquate Entfeuchtung solcher Filterkuchen ist die Pressverdichtung bei einem hohen Druck eine bekannte Methode. Dies ist jedoch nur in einfachen Filterpressen mit einer diskontinuierlichen Betriebsweise oder unter aufwendiger Auslegung der Apparatkomponenten für die hohe Druckbelastung auf kontinuierlichen Vakuumfiltern umsetzbar.

Ein alternatives Entfeuchtungsverfahren für feine Filterkuchen ist die Verdichtung durch oszillierende Scherung bei geringem Pressdruck. Der niedrige Pressdruck und die kurze Prozesszeit zur deutlichen Entfeuchtung machen die Methode für die Umsetzung auf einem einfachen kontinuierlichen Vakuumfilterapparat vielversprechend. Nach der grundsätzlichen Machbarkeitsstudie der Methode sind nun noch wichtige Punkte zu deren industriellen Eignung zu behandeln. Dazu zählt die Vertiefung des Prozessverständnisses, die die Analyse des Einflusses von Partikel- und Haufwerkseigenschaften auf die Methode, deren Tiefenwirkung, die Charakterisierung des Verdichtungsmechanismus und den Vergleich mit üblichen Verfahren umfasst. Zudem ist die Anwendbarkeit der Vibrationsverdichtung auf einem bestehenden kontinuierlichen Vakuumfilterapparat zu überprüfen. Beide Aspekte sind im Fokus dieser Arbeit, um zu ergründen, ob die Methode eine reale Alternative zur Entfeuchtung von feinen, kompressiblen Filterkuchen ist.

Es zeigt sich, dass die Methode für mineralische Partikel mit einer mittleren Partikelgröße unter 30 µm infrage kommt. Das Entfeuchtungspotential nimmt dabei mit zunehmender Partikelfeinheit

und Partikelagglomeration aufgrund des ausgeprägten Porenanteils nach der Kuchenbildung zu. Da kleine Partikel die Hohlräume zwischen großen Partikeln füllen, ist das Entfeuchtungspotential von breiter verteilten Partikelsystemen bei gleichem Feinanteil durch die Methode ausgeprägter. Zeitliche Feststoffkonzentrationsschwankungen der Suspension können zu einer Voruntersättigung, einem Filterkuchenaufbau mit heterogener Partikelgrößenverteilung oder einer variierenden Filterkuchenhöhe nach der Kuchenbildung führen. Bei maximaler Scherfestigkeit des Filterkuchens durch die Voruntersättigung ist kein Entfeuchtungserfolg durch den Schwingungseintrag nachweisbar. Da die Partikelumlagerung als entscheidender Verdichtungsmechanismus nur lokal im Mikrometerbereich stattfindet, schränkt ein heterogener Filterkuchen den Entfeuchtungseffekt durch den Vibrationseintrag im Vergleich zum homogenen Filterkuchen ein. Daher ist eine hohe Feststoffkonzentration der Suspension für eine effiziente Vibrationsentfeuchtung sicherzustellen. Eine Variation der Filterkuchenhöhe hat keinen Einfluss auf die Vibrationsverdichtung infolge deren tiefgehenden Wirkung. Auch der Erhalt der Partikelgrößenverteilung und der Feststoffmasse auf dem Filtermedium nach der Vibrationsverdichtung hebt deren industrielle Realisierbarkeit hervor.

Die Vibrationsverdichtung hält mit der konventionellen Pressverdichtung hinsichtlich der Entfeuchtung mit, bis bei sehr hohen Pressdrücken bis 1000 kPa die Pressverdichtung wirksamer ist. Dies ist nur gültig, wenn eine Bypass-Luftströmung durch das Filtermedium unter erhöhten Betriebskosten die dort gespeicherte Flüssigkeit ersetzt und so die Wiederbefeuchtung des Filterkuchens durch dessen elastisches Rückdehnungsverhalten nach der Druckentlastung verhindert. Bei einer Wiederbefeuchtung des Filterkuchens wie bei der Pressverdichtung in Filterpressen erzielt die Vibrationsverdichtung eine höhere Entfeuchtung. Verglichen mit der Gasdifferenzdruckentfeuchtung erwirkt die Vibrationsverdichtung für feine Filterkuchen, die ein maximaler Gasdifferenzdruck von 80 kPa bei der Vakuumfiltration nicht untersättigt, eine effektvollere Entfeuchtung. Aber auch für kompressible Filterkuchen, deren kapillarer Eintrittsdruck bei 80 kPa überwindbar ist, gelangt die Vibrationsentfeuchtung zu vergleichbaren Entfeuchtungsergebnissen. Dies gelingt gegensätzlich zur Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei einer deutlich geringeren Druckdifferenz, bei vollständiger Filterkuchensättigung und ohne Betriebskostenanstieg infolge eines hohen Gasdurchsatzes durch bereits entleerte Porenkanäle oder auftretende Risse.

Die Entwicklung eines Vibrationsmoduls und dessen Implementierung auf einem bestehenden kontinuierlichen Taktbandfilter ermöglicht eine erhebliche Entfeuchtung eines feinen, kompressiblen Filterkuchens um bis zu 26 % durch den Vibrationseintrag bei geringem Druck in kurzer Zeit. Dieser Umstand und die gezeigte Konkurrenzfähigkeit des Verfahrens mit üblichen Methoden bezüglich des Entfeuchtungseffekts weiten das Anwendungsspektrum von bevorzugten kontinuierlichen Vakuumfilterapparaten aus. Insgesamt verdeutlichen die Ergebnisse dieser Arbeit, dass die Vibrationsverdichtung eine reale Alternative zur mechanischen Entfeuchtung von feinen, kompressiblen Filterkuchen ist.

Abstract

Cake filtration is an established process for the solid-liquid separation of highly concentrated slurries. After cake formation, a so-called filter cake forms as a particle network with pores filled with liquid. As mechanical methods require significantly less energy than thermal drying to further reduce residual filter cake moisture, it is important to deliquor filter cakes mechanically as far as possible. Cake filtration is preferably carried out on a simple continuous vacuum filter apparatus, which is characterized by low investment costs and high achievable throughputs.

For fine particulate slurries, the conventional application of a gas pressure difference for mechanical cake deliquoring on a vacuum filter apparatus reaches its limits. Using a maximum gas pressure difference of 80 kPa to remove liquid from the filter cake leads to an insufficient deliquoring due to the high capillary entry pressure. Increased operating costs and, in the worst case, a pressure difference drop due to undesirable filter cake cracking are also possible for fine filter cakes. For an appropriate deliquoring of such filter cakes, compaction at high pressures is a familiar method. However, this can only be realized in simple filter presses with a discontinuous mode of operation or with a costly design of the apparatus components for the high pressure load on continuous vacuum filters.

An alternative deliquoring process for fine filter cakes is compaction by an oscillatory shear at low pressure. The low pressure and the short process time for significant deliquoring make the method promising for implementation on a simple continuous vacuum filter apparatus. After a fundamental proof of concept, important questions regarding the industrial applicability of the method still need to be addressed. These include a deeper process understanding, which involves analyzing the influence of particle and filter cake properties on the method, its depth effect, characterizing the compaction mechanism, and comparing it with conventional methods. Furthermore, the applicability of vibration compaction on an existing continuous vacuum filter apparatus needs to be evaluated. Both aspects are the focus of this work to find out if the method is a viable alternative for deliquoring fine, compressible filter cakes.

It turns out that the method is suitable for mineral particles with an mean particle size smaller than 30 μm . The deliquoring potential rises with increasing particle fineness and particle agglomeration due to the distinct pore fraction after cake formation. Since small particles fill the voids between large particles, the deliquoring potential of the method for more broadly distributed particle systems

with the same fine content is more significant. Fluctuations of the slurry solids concentration over time can lead to desaturation, filter cake formation with heterogeneous particle size distribution or varying filter cake height after cake formation. At the maximum shear strength of the filter cake due to desaturation, no deliquoring success can be detected by the vibration input. As the particle rearrangement, as the decisive compaction mechanism, only takes place locally in the micrometer range, a heterogeneous filter cake limits the deliquoring effect by vibration input compared to a homogeneous filter cake. Therefore, a high solids concentration of the slurry must be ensured for an efficient vibration deliquoring. A variation of the filter cake height has no influence on the vibration compaction due to its depth effect. Also, the preservation of the particle size distribution and the solids mass on the filter medium after vibration compaction highlights its industrial feasibility.

Vibration compaction keeps up with conventional compaction by squeezing at high pressures in terms of deliquoring, until at very high pressures up to 1000 kPa squeezing is more effective. This is only valid if a bypass air flow through the filter medium under increased operating costs replaces the liquid stored there and thus prevents rewetting of the filter cake by its elastic recovery behavior after pressure relief. Vibration compaction achieves a more efficient deliquoring of fine filter cakes as compaction by squeezing in filter presses, where filter cake rewetting occurs. Compared to deliquoring by a gas pressure difference, where desaturation is not possible due to a maximum pressure difference of 80 kPa during vacuum filtration, vibration compaction achieves a more successful deliquoring of fine filter cakes. Vibration dewatering also provides comparable dewatering results for compressible filter cakes whose capillary entry pressure can be exceeded at 80 kPa. In contrast to a deliquoring by a gas pressure difference, this is accomplished at a significantly lower pressure difference, at a complete filter cake saturation and without an increase of operating costs due to high gas throughput through already emptied pore channels or occurring cracks.

The development of a vibration module and its implementation on an existing continuous indexing belt filter enables a significant deliquoring of a fine, compressible filter cake by up to 26 % by oscillatory shear at low pressure in a short time. This fact, combined with the demonstrated competitiveness of the process with conventional methods in terms of deliquoring efficiency, expands the range of applications for preferred continuous vacuum filter apparatus. Overall, the results of this work show that vibration compaction is a viable alternative for mechanical deliquoring of fine, compressible filter cakes.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|------------|
| Danksagung | i |
| Zusammenfassung | iii |
| Abstract | v |
| Abkürzungen und Symbole | ix |
| 1 Einleitung | 1 |
| 1.1 Motivation | 1 |
| 1.2 Zielsetzung | 4 |
| 2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik | 7 |
| 2.1 Kuchenfiltration | 7 |
| 2.2 Filterkuchenbildung | 9 |
| 2.3 Entfeuchtung von Filterkuchen | 14 |
| 2.3.1 Gasdifferenzdruckentfeuchtung | 14 |
| 2.3.2 Verdichtung durch mechanischen Druck | 21 |
| 2.3.3 Verdichtung durch mechanischen Druck und stetige Scherung | 24 |
| 2.3.4 Verdichtung durch Vibrationseintrag | 25 |
| 2.4 Apparative Umsetzung der Kuchenfiltration | 30 |
| 3 Experimentelle Vorrichtungen und Methoden | 35 |
| 3.1 Vibrationsverdichtung im diskontinuierlichen Labormaßstab | 35 |
| 3.2 Pressverdichtung in der Kompressions-Permeabilitätszelle (CP-Zelle) | 38 |
| 3.3 Apparatur zum Schneiden von Filterkuchen | 40 |
| 3.4 Charakterisierung von Filterkucheneigenschaften | 42 |
| 3.4.1 Porosität | 42 |
| 3.4.2 Sättigung | 42 |
| 3.4.3 Restfeuchte | 43 |
| 3.4.4 Elastische Filterkuchenrückdehnung | 43 |
| 3.4.5 Partikelgrößenverteilung | 44 |
| 3.4.6 Feststoffmassenerhalt | 44 |
| 3.4.7 Rissbildung | 45 |

| | | |
|----------|---|------------|
| 4 | Verwendete Materialsysteme | 47 |
| 4.1 | Partikel- und Suspensionseigenschaften | 47 |
| 4.2 | Filtrations- und Kompressionsverhalten | 51 |
| 5 | Vertiefung des Prozessverständnisses der Vibrationsverdichtung | 57 |
| 5.1 | Einfluss von Partikel- und Haufwerkseigenschaften auf die Entfeuchtungswirkung der Vibrationsverdichtung | 58 |
| 5.1.1 | Mittlere Partikelgröße | 58 |
| 5.1.2 | Partikelgrößenverteilungsbreite | 66 |
| 5.1.3 | Agglomerationszustand | 70 |
| 5.1.4 | Sättigungszustand | 71 |
| 5.1.5 | Partikelsegregation | 78 |
| 5.2 | Partikelgrößenverteilung und Feststoffmasse nach dem Vibrationseintrag | 86 |
| 5.3 | Tiefenwirkung | 88 |
| 5.4 | Modellierungsansatz zur Beschreibung der Filterkuchenkompressibilität durch die Vibrationsverdichtung | 93 |
| 5.5 | Schlussfolgerungen | 95 |
| 6 | Übertragung der Vibrationsverdichtung auf einen kontinuierlichen Filterapparat | 101 |
| 6.1 | Apparative Umsetzung | 102 |
| 6.1.1 | Aufbau des Bandfilters | 102 |
| 6.1.2 | Anforderungen | 104 |
| 6.1.3 | Konstruktive Umsetzung des Vibrationsmoduls | 106 |
| 6.1.4 | Betriebsablauf und -bedingungen des Taktbandfilters mit Vibrationsmodul | 109 |
| 6.2 | Entfeuchtungswirkung des Vibrationsmoduls auf dem Bandfilter | 113 |
| 6.3 | Übertragbarkeit der Verdichtungsergebnisse aus dem Labormaßstab | 117 |
| 6.4 | Vergleich mit konventionellen Entfeuchtungsmethoden | 122 |
| 6.5 | Beeinflussbarkeit der Rissbildung mittels Vibrationsverdichtung | 126 |
| 6.6 | Schlussfolgerungen | 130 |
| 7 | Abschließendes Fazit und Ausblick | 133 |
| A | Anhang | 137 |
| | Abbildungsverzeichnis | 141 |
| | Tabellenverzeichnis | 147 |
| | Eigene Veröffentlichungen | 151 |
| | Literaturverzeichnis | 153 |

Abkürzungen und Symbole

Abkürzungen

| | |
|-----------------|---|
| CP-Zelle | Kompressions-Permeabilitäts-Zelle (von engl. compression-permeability-cell) |
| GCC | Gemahlenes Calciumcarbonat (von engl. ground calcium carbonate) |
| PCC | Gefälltes Calciumcarbonat (von engl. precipitated calcium carbonate) |

Lateinische Symbole und Variablen

| | | |
|--------------|--|----------------|
| Δh_c | Relative Kuchenhöhenzunahme | % |
| Δp | Druckdifferenz | kPa |
| A | Fläche | m ² |
| A_{Riss} | Rissfläche | m ² |
| A_{tot} | Gesamtfläche | m ² |
| B | Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential (Restfeuchte) | % |
| B_e | Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential (Porenziffer) | — |
| b | Relatives Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential | % |
| C | Partikelcharakteristischer Faktor | — |
| c_v | Feststoffvolumenkonzentration | — oder % |
| E_{kin} | Kinetische Energie | J |
| E_{osz} | Energie zur Schwingungserzeugung | J |
| e | Porenziffer | — |
| e_{min} | Minimal erreichbare Porenziffer | — |
| e_e | Exzentrizität | m |
| F_{ad} | Haftkraft | N |
| h_c | Filterkuchenhöhe | m |
| $h_{c,0}$ | Filterkuchenhöhe nach Kuchenbildung | m |
| $h_{c,load}$ | Filterkuchenhöhe während Druckbelastung | m |
| h_p | Plattenabstand | m |
| l_s | Scherlänge | m |
| m_l | Flüssigkeitsmasse | kg |
| m_s | Feststoffmasse | kg |
| m_{tot} | Gesamtmasse | kg |

| | | |
|-------------|--|--------------------|
| n | Kompressibilitätskoeffizient | — |
| P_{osz} | Massenspezifische Leistung pro Schwingung | W kg^{-1} |
| p_g | Gasdruck | kPa |
| p_k | Kapillardruck | kPa |
| $p_{k,e}$ | Kapillarer Eintrittsdruck | kPa |
| p_l | Flüssigkeitsdruck | kPa |
| p_p | Pressdruck | kPa |
| Q_3 | Kumulative, volumenbezogene Partikelgrößenverteilung | — |
| R | Gesamtströmungswiderstand | m^{-1} |
| r | Radius | m |
| R_c | Filterkuchenwiderstand | m^{-1} |
| r_c | Höhenspezifischer Filterkuchenwiderstand | m^{-2} |
| R_m | Filtermediumwiderstand | m^{-1} |
| R^2 | Korrigiertes Bestimmtheitsmaß | — |
| RF | Restfeuchte | % |
| RF_∞ | Minimal erreichbare Restfeuchte | % |
| RFA | Rissflächenanteil | % |
| S | Sättigung | — oder % |
| S_r | Remanente Sättigung | — oder % |
| $span$ | Maß für die Breite einer Partikelgrößenverteilung | — |
| s | Anzahl eingetragener Schwingungen | — |
| T | Schwingungsdauer | s |
| t | Zeit | s |
| V | Volumen | m^3 |
| V_l | Flüssigkeitsvolumen | m^3 |
| V_p | Porenvolumen | m^3 |

| | | |
|----------------------|---|--|
| V_s | Feststoffvolumen | m^3 |
| V_{tot} | Gesamtvolumen | m^3 |
| v | Geschwindigkeit | m s^{-1} |
| \dot{V}_g | Gasfluss | $\text{m}^3 \text{m}^{-2} \text{s}^{-1}$ |
| $w_{s,c}$ | Flächenspezifische Kuchenfeststoffmasse | kg m^2 |
| x | Partikeldurchmesser | m |
| $x_{1,2}$ | Sauterdurchmesser | m |
| $x_{90,3}, x_{10,3}$ | Charakteristische Partikeldurchmesser | m |
| $x_{50,3}$ | Mediandurchmesser | m |

Griechische Symbole und Variablen

| | | |
|------------------|---|--------------------|
| α_m | Massenspezifischer Filterkuchenwiderstand | m kg^{-1} |
| $\alpha_{m,0}$ | Massenspezifischer Filterkuchenwiderstand im unbelasteten Zustand | m kg^{-1} |
| β | Kompressibilitätskoeffizient | — |
| δ | Benetzungswinkel | rad |
| ε | Porosität | — |
| ε_0 | Porosität im unbelasteten Zustand | — |
| $\gamma_{l,g}$ | Oberflächenspannung zwischen Flüssigkeit und Gas | N m^{-1} |
| $\dot{\gamma}_m$ | Mittlere Scherrate | s^{-1} |
| η | Dynamische Viskosität | Pa s |
| θ | Volumenbeladung | — |
| ϑ | Charakteristische Schwingungsanzahl (Restfeuchte) | — |
| ϑ_e | Charakteristische Schwingungsanzahl (Porenziffer) | — |
| ϑ_t | Charakteristische Schwingungszeit (Restfeuchte) | s |
| ρ_l | Flüssigkeitsdichte | kg m^{-3} |
| ρ_s | Feststoffdichte | kg m^{-3} |
| σ_t | Zugfestigkeit | N m^{-2} |
| τ | Vibrationskompressibilitätsindex | — |
| ϕ_s | Feststoffmassenerhalt | % |

1 Einleitung

1.1 Motivation

Um Feststoffpartikel, die hochkonzentriert in einer Flüssigkeit dispergiert sind, von der flüssigen Phase zu trennen, ist die Kuchenfiltration in zahlreichen Anwendungsgebieten wie der Bergbauindustrie [1, 2], der Lebensmittelindustrie [3, 4] oder der Abwasseraufbereitung [5, 6] ein gängiges Verfahren. Durch die Suspensionsaufgabe auf ein Filtermedium entsteht unter Anwendung einer Druckdifferenz auf dem Filtermedium ein poröses Haufwerk aus den zurückgehaltenen Partikeln, während die Flüssigkeit durch das Filtermedium fließt. Das Hohlraumvolumen des porösen Haufwerks auf dem Filtermedium, das als Filterkuchen bezeichnet wird, ist nach der sogenannten Kuchenbildung vollständig mit Flüssigkeit gefüllt. Für die Entfernung der verbliebenen Flüssigkeit im Filterkuchen existieren sowohl thermische als auch mechanische Verfahren. Zwar ist eine vollständige mechanische Filterkuchenentfeuchtung nicht realisierbar, allerdings erfordern mechanische Verfahren um den Faktor 100 bis 1000 weniger Energie als die thermische Trocknung [7, 8]. Daher ist es erstrebenswert, Filterkuchen weitestgehend mechanisch zu entfeuchten, bevor eine nachfolgende thermische Trocknung die übrig gebliebene Flüssigkeit im Filterkuchen entfernt [9, 10]. Die Auswahl der mechanischen Methode hängt vor allem von dessen Entfeuchtungswirkung, die wesentlich von der Beschaffenheit der zu separierenden Suspension bestimmt ist, und dessen apparativen Umsetzbarkeit ab. Vorzugsweise kommen Vakuumfilterapparate mit kontinuierlicher Betriebsweise wie beispielsweise horizontale Bandfilter für die Kuchenfiltration aufgrund deren hohen erreichbaren Durchsätze und einfachen Bauweise zum Einsatz [11–14].

Eine übliche Nachentfeuchtungsmethode ist die Untersättigung des Filterkuchens durch einen Gasdifferenzdruck, der weitere Flüssigkeit aus den Kuchenporen verdrängt. Die Methode ist auf den bevorzugten kontinuierlichen Vakuumfilterapparaten leicht umsetzbar, indem über die Kuchenbildung hinaus weiterhin ein Gasdifferenzdruck über den Filterkuchen durch einen Unterdruck anliegt. Eine signifikante Entfeuchtung erfordert jedoch eine Überschreitung des kapillaren Eintrittsdrucks, der von Suspensionseigenschaften wie z.B. der Partikelgrößenverteilung abhängt [15]. Für feinpartikuläre Suspensionen, die in den letzten Jahrzehnten einen zunehmenden Stellenwert einnehmen, ist allerdings die maximale Druckdifferenz von 80 kPa von Vakuumfilterapparaten

aufgrund des Atmosphärendrucks für eine Entfeuchtung mit dieser Methode unzureichend [11–14, 16, 17]. Zudem neigen Filterkuchen aus feinen Partikeln bei dem Verfahren zur Schrumpfung und damit zur Bildung von Rissen, die aufgrund des gesteigerten Gasdurchsatzes höhere Betriebskosten der Vakuumpumpe verursachen und sogar zu einer verminderten Entfeuchtungseffizienz führen können [18–24].

Bei solchen Suspensionen mit feinen Partikeln, bei der eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung auf einem einfachen, kontinuierlichen Vakuumfilterapparat bezüglich des Entfeuchtungseffekts an seine Grenzen stößt, kommt ein anderes Verfahren infrage. Für feinpartikuläre Filterkuchen, die nach der Kuchenbildung hochporös mit einem Porositätsgradienten über die Filterkuchenhöhe vorliegen, stellt die Filterkuchenverdichtung eine weitere Entfeuchtungsmethode dar [25]. Ein äußerer Pressdruck induziert dabei Partikelumlagerungen im Filterkuchen durch Zerstörung von Partikelbrücken und elastische oder plastische Partikelverformungen, die das Hohlraumvolumen reduzieren und damit Porenflüssigkeit verdrängen [26–31]. Ebenso bestimmen hierbei Materialeigenschaften die Filterkuchenkompressibilität durch die Methode entscheidend. Die Kompressibilität der Filterkuchen nimmt prinzipiell mit abnehmender Partikelgröße, ansteigender Partikelgrößenverteilungsbreite, zunehmender Unregelmäßigkeit der Partikelform und anwachsender Partikelverformbarkeit zu [25–29, 31–35]. Neben der mechanischen Entfeuchtungswirkung ist die Filterkuchenverdichtung eine bekannte Maßnahme vor der Gasdifferenzdruckentfeuchtung, um die unerwünschte Rissbildung vorzubeugen [23, 36, 37]. Eine Herausforderung bei der Pressverdichtung ist allerdings, dass die notwendigen Pressdrücke für eine deutliche Filterkuchenentfeuchtung oder für eine Vermeidung der Rissbildung je nach Material sehr hoch ausfallen [23, 30]. Das Aufbringen der Pressbelastung ist zum einen durch weitere Suspensionszufuhr unter hohem Druck wie in einer Filterpresse, die oftmals zur adäquaten mechanischen Entfeuchtung von feinen Filterkuchen unter Hinnahme der diskontinuierlichen Betriebsweise gegenüber einfachen Vakuumfilterapparaten dient, möglich [12, 14, 38]. Zum anderen ist die Pressverdichtung von Filterkuchen genauso durch mechanische Pressvorrichtungen wie Pressbänder, Pressmembranen oder aufblasbare Druckkissen auf kontinuierlichen Vakuumfilterapparaten umsetzbar [11, 39, 40]. Derartige Entwicklungen verbinden die hohe Entfeuchtungswirkung für feine, kompressible Filterkuchen durch die Pressverdichtung wie bei Filterpressen und die favorisierte kontinuierliche Betriebsweise von typischen Vakuumfilterapparaten. Problematisch ist hingegen, dass die enorme Belastung durch die hohen Pressdrücke eine aufwendige Dimensionierung des Vakuumfilterapparats bedingt. Dies widerspricht dem simplen Design, das kontinuierliche Vakuumfilterapparate wie z.B. Bandfilter ebenso ausmacht. Daher sind neuartige Methoden zur mechanischen Entfeuchtung von feinen Filterkuchen erforderlich.

Eine alternative Methode ist die zusätzliche Anwendung einer stetigen Scherung bei der Filterkuchenverdichtung bzw. -entfeuchtung, um den erforderlichen Pressdruck zu minimieren oder bei gleichbleibenden Pressdruck wirksamere Resultate zu erzielen. Mittels Labor-Press-Scher-Zellen

zeigen zahlreiche Autoren für verschiedene Materialklassen einen Nutzen der überlagerten stetigen Scherung, dessen Ausmaß genauso materialspezifisch ist [41–47]. Die Kombination aus stetiger Scherung und Pressdruck kommt längst in der Abwasseraufbereitung [48] und Lebensmittelindustrie [4] durch Bandfilterpressen als kontinuierliche Pressfilterapparate zur Anwendung. Ferner existieren die von Höfgen [49] entwickelten High Pressure Dewatering Rolls als kontinuierlicher Pressfilterapparat, der mit dem gleichen Ansatz eine vergleichbare oder gar bessere Entfeuchtung für diverse Materialien als übliche Apparate erzielt. Bei beiden Apparaten handelt es sich hingegen um spezielle Apparate mit aufwendiger Sonderbauweise. Als modulare Vorrichtung ist zudem der sogenannte Add-On-Flapper-Roller nach Bickert und Vince [50] bekannt, der auf einen bestehenden einfachen Bandfilter die mechanische Entfeuchtung von Kohlefilterkuchen leicht verbessert.

Die Anwendung von Vibrationen repräsentiert darüber hinaus einen Ansatz zur Filterkuchenentfeuchtung durch Verdichtung, der bereits für die Verdichtung von Böden [51] und Pulvern [52] etabliert ist. Im Bereich der Filterkuchenentfeuchtung dokumentiert Pearce [53] für einen Press- und Vakuumfilter im Labormaßstab eine gesteigerte Entwässerung von Kohlefilterkuchen und mineralischen Filterkuchen durch einen Vibrationseintrag senkrecht zur Filterkuchenoberfläche. Whatnall et al. [54] beschreiben den Einsatz von nachgerüsteten Walzen auf einem bereits existierenden kontinuierlichen Bandfilter, die senkrecht zur Filterkuchenoberfläche Vibrationen in Goldtailings-Filterkuchen eintragen und so deren Entfeuchtung verbessern.

In Gegensatz dazu verfolgen Illies et al. [55–57] in einer grundlegenden Machbarkeitsstudie im Labormaßstab erstmals den Vibrationseintrag parallel zur Filterkuchenoberfläche als neuartiges Mittel zur Entfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen durch Verdichtung. Für Kaolin- und Calciumcarbonat-Filterkuchen auf einer diskontinuierlichen Vakuumfilterplatte ergibt sich nach kurzer Prozesszeit eine wirksame Entfeuchtung durch die Anwendung der oszillierenden Scherung bei einem geringen Pressdruck. Die Wirksamkeit des Verfahrens ist wie bei den anderen Methoden stark materialabhängig und für die Calciumcarbonat-Filterkuchen sogar höher als eine äquivalente Pressverdichtung. Außerdem zeigt die Vibrationsverdichtung die Fähigkeit, kompressible Filterkuchen in dem Maße zu kompaktieren, dass sich das Rissbildungspotential während der anschließenden Gasdifferenzdruckentfeuchtung verringert.

Die Untersuchungen von Illies et al. [55–57] stellen eine grundsätzliche Materialabhängigkeit des Verdichtungsverhaltens unter oszillierender Scherung wie bei anderen Verfahren fest. Allerdings ist zur Aufklärung der industriellen Anwendbarkeit des Verfahrens eine systematische Analyse notwendig, die den Einfluss von Suspensionseigenschaften auf den Entfeuchtungserfolg durch die Methode fokussiert. Weiterhin geht die bisherige Betrachtung von einer idealen Filterkuchenbildung vor der Vibrationsverdichtung aus. In der industriellen Realität ist jedoch eine zeitlich schwankende Feststoffvolumenkonzentration der Suspension möglich [58]. Dies

kann zu einer Partikelsegregation während der Kuchenbildung führen, woraus ein heterogener Filterkuchenaufbau mit feinen Partikeln an der Oberfläche und gröberen Partikeln am Filtermedium entsteht [59–63]. Neben einer abweichenden Filterkuchenhöhe ist auch eine ungewollte Voruntersättigung des Filterkuchens vor der Vibrationsverdichtung denkbar, die einen Scherfestigkeitsanstieg des Haufwerks nach Ozcan et al. [64, 65] zur Folge hat. Illies et al. [55–57] vergleichen des Weiteren die Vibrationsverdichtung lediglich mit der reinen Pressverdichtung, ohne dabei elastische Rückdehnungseffekte von kompressiblen Filterkuchen [23, 31, 66] und andere Entfeuchtungsmethoden zu berücksichtigen. Insgesamt verspricht die oszillierende Scherung durch den geringen Pressdruck und die kurzer Prozesszeit, die für die erhebliche Entfeuchtung kompressibler Filterkuchen nötig sind, gegenüber konventionellen Verdichtungsmethoden eine Umsetzung auf einem einfachen kontinuierlichen Vakuumfilterapparat im nächsten Schritt.

1.2 Zielsetzung

Nachdem Illies et al. [55–57] erstmalig die grundsätzliche Durchführbarkeit des neuartigen Konzepts der Vibrationsverdichtung zur Entfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen präsentieren, sind noch Punkte, die die industrielle Anwendbarkeit des Verfahrens betreffen, offen. Aus diesem Grund beschäftigt sich die vorliegende Arbeit mit der Fragestellung, ob die Anwendung der oszillierenden Scherung bei einem geringen Pressdruck eine reale Alternative zur Entfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen dargestellt. Hierfür stehen die folgenden zwei wesentlichen Zielsetzungen im Hauptaugenmerk der Arbeit.

Vertiefung des Prozessverständnisses der Vibrationsverdichtung

Eine fortführende Aufklärung des Verdichtungsprozesses durch die oszillierende Scherung bei einem geringen Pressdruck ist entscheidend, um die industrielle Eignung des Verfahrens zu überprüfen und insbesondere deren Anwendungsbereich herauszufinden. Zu diesem Zweck ist von Interesse, für welche Suspensionen das Verfahren infrage kommt. Ein Merkmal von Suspensionen, das allgemein für Fest-Flüssig-Trennprozesse und auch Entfeuchtungsmethoden bedeutend ist, ist die Partikelgrößenverteilung. Daher gilt es, den Einfluss der mittleren Partikelgröße, der Partikelgrößenverteilungsbreite und eines erhöhten Partikelagglomerationsgrads, der eine bekannte Maßnahme zur gesteigerten Filtrierbarkeit von sehr feinpartikulären Suspensionen ist, auf die Vibrationsverdichtung zu betrachten.

Es ist außerdem für die Zielsetzung nützlich zu untersuchen, für welche Filterkuchenzustände, die sich oftmals im industriellen Umfeld vom Idealzustand des vollständig gesättigten und homogen aufgebauten Filterkuchens mit konstant eingestellter Kuchenhöhe abgrenzen, die Methode wirkt.

Darum sind die Auswirkung einer unregelmäßig verteilten Partikelgrößenverteilung im Filterkuchen durch eine Partikelsegregation und einer Filterkuchenverfestigung infolge einer Voruntersättigung auf den Verdichtungseffekt der Methode sowie deren Tiefenwirkung Gegenstand weiterer Untersuchungen. Im Zuge dessen findet auch eine Charakterisierung der Partikelumlagerung innerhalb des Filterkuchens statt, bei der es sich um den entscheidenden Verdichtungsmechanismus des Verfahrens handelt. Ein zusätzlicher Aspekt spiegelt dabei die Analyse wider, ob die Partikelgrößenverteilung und die Feststoffmasse auf dem Filtermedium nach dem Vibrationseintrag bestehen bleibt. Dies ist für die industrielle Verfahrenstauglichkeit essenziell, da die Produkteigenschaften zu erhalten sind und ein möglicher Feststoffdurchschlag durch das Filtermedium während des Verfahrens den Feststoffmassendurchsatz nicht limitieren sollte.

Die konventionelle Pressverdichtung ist der Maßstab für die alternative Vibrationsverdichtung. Insofern steht stets die Gegenüberstellung der Entfeuchtungsergebnisse der beiden Methoden unter Beachtung der elastische Rückdehnungseffekte der kompressiblen Filterkuchen nach der Pressverdichtung im Mittelpunkt. Hinzukommend soll ein Vergleich der Vibrationsverdichtung mit weiteren üblichen Entfeuchtungsmethoden stattfinden.

Übertragung der Vibrationsverdichtung auf einen kontinuierlichen Filterapparat

Die Kuchenfiltration ist auf einfachen kontinuierlichen Vakuumfilterapparaten wünschenswert. Deswegen ist es von hoher Bedeutung, die Anwendbarkeit der Methode zur mechanischen Entfeuchtung kompressibler Filterkuchen auf einem solchen bestehenden Apparat zu überprüfen. Die Arbeit adressiert folglich die Entwicklung einer modularen Vorrichtung zur Erzeugung einer oszillierenden Scherung von kompressiblen Filterkuchen bei einem geringen Pressdruck und die Implementierung des Moduls auf einem Vakuumfilterapparat im Pilotmaßstab. Die erfolgreiche Integration des Moduls erlaubt schließlich eine Beurteilung dessen Entfeuchtungswirkung im Vergleich zu üblichen Methoden und Potential zur Rissbildungsvermeidung auf einem klassischen Kuchenfiltrationsapparat.

2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik

Die folgenden Kapitel vermitteln die theoretischen Grundlagen und den Stand der Technik der Kuchenfiltration. Nach einem groben Überblick über die Kuchenfiltration und den einzelnen Prozessschritten betrachten weitere Kapitel die Kuchenbildung, die verschiedenen mechanischen Entfeuchtungsmethoden und die apparative Umsetzung der Kuchenfiltration im industriellen Maßstab im Detail.

2.1 Kuchenfiltration

Die Kuchenfiltration ist eine Methode, um Feststoffpartikel von einer flüssigen Phase mechanisch zu trennen. Die Abbildung 2.1 illustriert schematisch die verschiedenen Prozessschritte der Kuchenfiltration. Zunächst erfolgt die Zufuhr der zu trennenden Suspension, bestehend aus Feststoffpartikeln als disperse Phase und einem Fluid als kontinuierliche Phase, in einen Filterapparat mit einem Filtermedium. Durch eine angelegte Druckdifferenz zwischen der oberen und unteren Seite des Filtermediums fließt das Fluid durch das Filtermedium, während das Filtermedium die Feststoffpartikel zurückhält. Die Druckdifferenz kann durch einen Gasdifferenzdruck, erzeugt mittels Unterdruck unterhalb des Filtermediums oder Überdruck oberhalb der Suspension, durch den Druck einer Flüssigkeitssäule im Erdschwere- oder Zentrifugalfeld oder durch einen mechanischen Druck z.B. in Form eines Stempels auf die Suspension aufgebracht werden. Die Folge ist die Abscheidung von Feststoffpartikeln auf der Filtermediumsoberfläche, weshalb die Kuchenfiltration der Oberflächenfiltration zugeordnet ist. Die Poren des Filtermediums sind meist weiter als das kleinste Partikel der zu trennenden Suspension, um eine Partikelverblockung im Inneren des Filtermediums zu vermeiden. Daher kommt es zunächst kurzzeitig zu einem sogenannten Trübstoß, bei dem feine Partikel durch das Filtermedium penetrieren, bis sich Brücken aus abgeschiedenen Partikeln über den Poren des Filtermediums bilden. Mit der Zeit entsteht ein anwachsendes poröses Haufwerk aus abgeschiedenen Partikeln auf der Filtermediumsoberfläche, das als eigentliches Trennmedium angeströmter Partikeln fungiert. Dieses poröse Haufwerk wird als Filterkuchen bezeichnet. Nach Abschluss der Kuchenbildung liegt eine Haufwerksstruktur aus

abgeschiedenen Partikeln vor, dessen Porenvolumen vollständig mit Flüssigkeit gefüllt sind. Falls Stoffe, die in der Suspensionsflüssigkeit und damit auch in der Porenflüssigkeit des Kuchens gelöst sind, zur Erhöhung der Feststoffreinheit oder zur Stoffrückgewinnung aus dem Kuchen entfernt werden sollen, schließt sich die Waschung als nächster Prozessschritt an. Dabei verdrängt eine Waschflüssigkeit die Porenflüssigkeit im Filterkuchen.

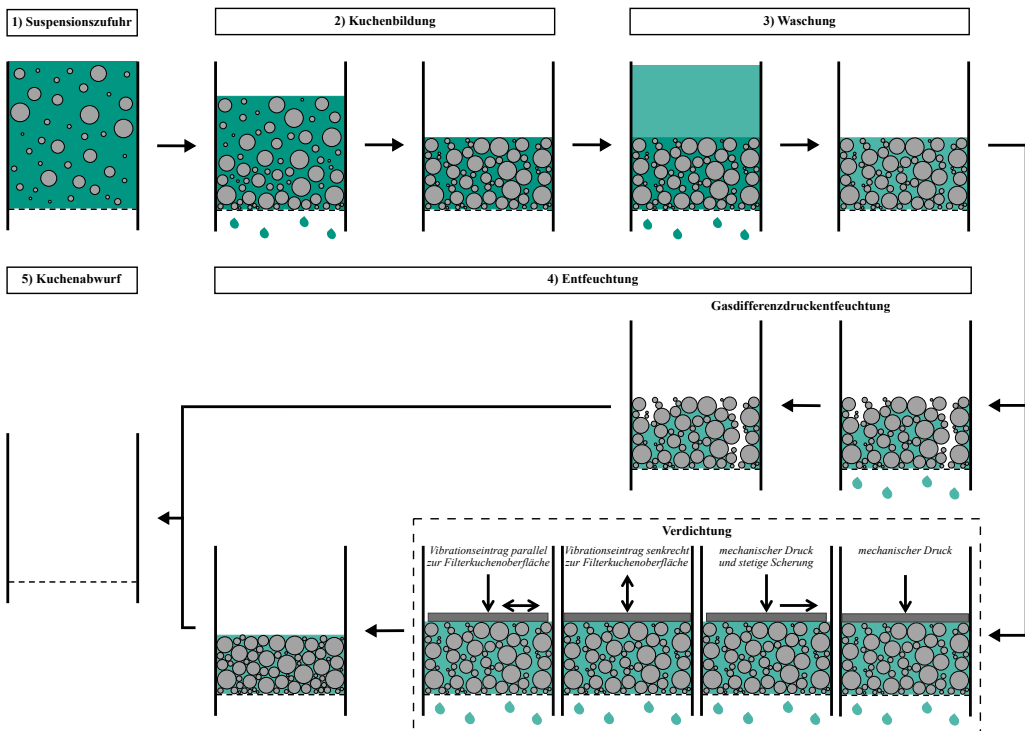


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Prozessschritte der Kuchenfiltration.

Um nun die verbliebene Porenflüssigkeit im Filterkuchen weiter zu reduzieren, stehen verschiedene mechanische Entfeuchtungsmethoden zur Verfügung. Bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung verdrängt ein äußerer Gasdifferenzdruck über dem Filterkuchen weitere Flüssigkeit aus den Kuchenporen, wodurch es zu einer Untersättigung des Filterkuchens kommt. Ein weiterer Ansatz ist die Verdichtung des Filterkuchens durch eine äußere mechanische Belastung, bei der eine Reduzierung des Porenvolumens Flüssigkeit aus dem Filterkuchen treibt. Die äußere mechanische Belastung kann durch verschiedene Methoden aufgebracht werden. Als konventionelle, industriell etablierte Methoden können die Anwendung eines mechanischen Drucks senkrecht zur Filterkuchenoberfläche und einer Kombination aus mechanischem Druck und stetiger Scherung betrachtet werden. Ein alternativer Ansatz ist der Vibrationseintrag in den Filterkuchen, der senkrecht oder

parallel zur Filterkuchenoberfläche erfolgen kann. Nach der mechanischen Entfeuchtung der Filterkuchen folgt der Kuchenabwurf vom Filtermedium. Die mechanischen Entfeuchtungsmethoden ermöglichen lediglich eine Reduzierung der Kuchenflüssigkeit zu einem begrenzten Grad, sodass im Anschluss eine thermische Trocknung des Filterkuchens im Fall einer erwünschten vollständigen Flüssigkeitsentfernung nötig ist [67]. Mechanische Entfeuchtungsmethoden sind der thermischen Trocknung grundsätzlich vorzuziehen, da sie einen erheblich geringeren Energieverbrauch aufweisen. Couturier et al. [7] geben einen Energieverbrauch von konventionellen Filterapparaten zwischen 1,8 und 36,0 MJ m⁻³ bezogen auf das Suspensionsvolumen an, was einen 10² bis 10³ mal geringeren Energieverbrauch gegenüber der thermischen Trocknung entspricht. Für die mechanische Entwässerung durch Pressfilter bei typischen Drücken von 5 bis 50 bar sind Energiebedarfswerte von 0,5 bis 5 kJ kg⁻¹ bezogen auf die Filtratmasse bekannt, die sogar um den Faktor 10³ bis 10⁴ niedriger im Gegensatz zur thermischen Trocknung sind [41, 57, 68].

Das Anwendungsgebiet der Kuchenfiltration reicht über verschiedene Industriezweige wie z.B. der Bergbauindustrie [1, 2], der Lebensmittelindustrie [3, 4] und der Abwasseraufbereitung [5, 6], wo Suspensionen mit einer hohen Feststoffvolumenkonzentration zu trennen sind. Eine hohe Feststoffvolumenkonzentration der Suspension ist notwendig, um eine rasche Kuchenbildung durch die Formierung von Partikelbrücken über den Filtermediumsporen zu ermöglichen und einen überhöhten Feststoffdurchschlag durch das Filtermedium zu vermeiden. Zudem kommt die Kuchenfiltration zum Einsatz, wenn eine Partikelwaschung oder ein möglichst hoher Entwässerungsgrad bei der Trennung der Suspension erforderlich sind. Gilt es, eine Suspension mit einem hohen Anteil von Partikeln im Nanometerbereich zu trennen, ist die Kuchenfiltration ungeeignet, da Nanopartikel Filterkuchen mit einem enorm hohen Durchströmungswiderstand formen. [24]

2.2 Filterkuchenbildung

Der entscheidende Schritt der Kuchenfiltration ist die Kuchenbildung. Der vorliegende Filterkuchen nach der Kuchenbildung ist der Ausgangszustand für die nachfolgenden Prozessschritte wie Kuchenwaschung und -entfeuchtung und bestimmt letztlich deren Prozessauslegung. Wichtige charakteristische Kenngrößen zur Beurteilung der Filtrierbarkeit von zu trennenden Suspensionen sind der Durchströmungswiderstand des Filterkuchens und des Filtermediums, um einen geeigneten Kuchenfiltrationsapparat auszuwählen und zu dimensionieren. Die Bestimmung des Filterkuchen- bzw. Filtermediumswiderstands erfolgt auf Grundlage von gängigen Filtrationsversuchen [69, 70] und einem Modell basierend auf dem Darcy-Gesetz [71] und dem Ansatz von Ruth et al. [72, 73]. Das Darcy-Gesetz als Ausgangspunkt in Gleichung 2.1 beschreibt die Durchströmung eines inkompressibles, newtonsches Fluids durch eine poröse, isotrope Packungsstruktur bei konstanter Druckdifferenz und laminarer Strömung. Übertragen auf die Kuchenfiltration gilt es, wenn man von

einer homogenen Suspensionsdurchmischung, einer vollständigen Partikelabscheidung auf dem Filtermedium und einem inkompressiblen, homogenen Filterkuchen ausgeht. Für den Fall drückt die Gleichung das anfallende Filtratvolumen V über die Zeit t in Abhängigkeit der Druckdifferenz Δp , der Querschnittsfläche A des Haufwerks, der dynamischen Viskosität η des Fluids und des Gesamtströmungswiderstands R aus.

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\Delta p A}{\eta R} \quad (2.1)$$

Der Gesamtströmungswiderstand R ist die Summe aus dem Strömungswiderstand R_c des Filterkuchens und des Filtermediums R_m .

$$R = R_c + R_m \quad (2.2)$$

Für inkompressible Filterkuchen steigt der Filterkuchenwiderstand R_c linear mit der Filterkuchenhöhe h_c an. Daher ist die Angabe des höhenspezifischen Filterkuchenwiderstands r_c oder alternativ des massenspezifischen Filterkuchenwiderstands α_m als materialcharakteristische Kennwerte üblich, um die Filtrierbarkeit von Suspensionen zu evaluieren. Der höhenspezifische Filterkuchenwiderstand r_c bezieht den Filterkuchenwiderstand R_c auf die Filterkuchenhöhe h_c , während der massenspezifische Filterkuchenwiderstand α_m den Filterkuchenwiderstand R_c relativ zur flächenspezifischen Kuchenfeststoffmasse $w_{s,c}$ repräsentiert (siehe Gleichungen 2.3 und 2.4). Höhenspezifische Filterkuchenwiderstände zwischen 10^{11} und 10^{16} m^{-2} sind im Anwendungsbe- reich der Kuchenfiltration. Suspensionen mit einem höhenspezifischen Filterkuchenwiderstand von 10^{11} m^{-2} wie z.B. Suspensionen aus groben mineralischen Partikeln werden als leicht filtrierbar bezeichnet. Schwer filtrierbare Suspensionen sind z.B. Bakterien- oder Pigmentsuspensionen mit einem höhenspezifischen Filterkuchenwiderstand von 10^{16} m^{-2} . [69, 70]

$$r_c = \frac{R_c}{h_c} \quad (2.3)$$

$$\alpha_m = \frac{R_c}{w_{s,c}} \quad (2.4)$$

Setzt man die Gleichung 2.2 und die nach dem Filterkuchenwiderstand R_c umgeformte Gleichung 2.3 in die Gleichung 2.1 ein, ergibt sich:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{\Delta p A}{\eta (h_c r_c + R_m)} \quad (2.5)$$

Aufgrund des zeitlichen Anwachsens der Filterkuchenhöhe h_c ist ein Zusammenhang zwischen der Filterkuchenhöhe h_c und dem Filtratvolumen V erforderlich, um die Gleichung 2.5 zu integrieren. Eine Massenbilanz der Feststoff- und Flüssigkeitsanteile in Suspension, Filterkuchen und Filtrat liefert den Konzentrationsparameter κ , der die Filterkuchenhöhe h_c mit dem Filtratvolumen V über die Feststoffvolumenkonzentration c_v der Suspension, die Filterkuchenporosität ε und die Kuchenquerschnittsfläche A korreliert.

$$\kappa = \frac{c_v}{1 - \varepsilon - c_v} = \frac{Ah_c}{V} \quad (2.6)$$

Nach Ersetzen der Filterkuchenhöhe h_c in Gleichung 2.5 durch den Zusammenhang in Gleichung 2.6 und anschließender Integration resultiert die Gleichung 2.7.

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \kappa}{2A^2 \Delta p} \cdot r_c \cdot V + \frac{R_m \eta}{A \Delta p} \quad (2.7)$$

Nach Erfassung des zeitlichen Filtratanfalls während der Kuchenbildung in einem standardisierten Filtrationsexperiment nach VDI-Richtlinie 2762 [70] kommt die Gleichung 2.7 zum Einsatz, um den höhenspezifischen Filterkuchenwiderstand r_c oder den massenspezifischen Filterkuchenwiderstand α_m und den Filtermediumswiderstand R_m zu ermitteln. Es ist dabei zu bedenken, dass der daraus abgeleitete Filtermediumswiderstand den Durchströmungswiderstand des sauberen Filtermediums übertrifft. Der Filtermediumswiderstand ergibt sich vielmehr aus der eigentliche Mediumsstruktur, die aus im Medium eingelagerten Partikeln und Partikelbrücken über den Poren besteht, weshalb eine individuelle Bestimmung für jedes zu filtrierende Partikelmaterial nötig ist. [74] Eine weitere Methode ist die Messung des Flüssigkeitsvolumenstroms während Durchströmungsversuchen von bereits gebildeten Filterkuchen mit einer partikelfreien Flüssigkeit, woraus die Durchströmungswiderstände auf Basis des Darcy-Gesetzes in Gleichung 2.1 berechenbar sind [69].

Eine erschwerte Filtrierbarkeit von Suspensionen tritt insbesondere bei feinpartikulären Suspensionen auf, da mit abnehmender Partikelgröße der Filterkuchenwiderstand zunimmt. Eine Erhöhung anziehender interpartikulären Kräfte durch gezielte pH-Werteinstellung oder durch zunehmende Ionenstärke infolge der Zugabe von Salzen begünstigt die Partikelagglomeration. Größere Partikelagglomerate erhöhen die Haufwerksporosität und verringern den Durchströmungswiderstand während der Kuchenbildung. Dadurch ist eine Verbesserung der Filtrierbarkeit von feinpartikulären Suspensionen möglich. [75]

Das vorgestellte Modell der Kuchenbildung geht von dem Idealfall eines inkompressiblen Filterkuchenverhaltens aus, das die Bildung eines homogenen, starren Haufwerks unabhängig von der Beanspruchung durch die angelegte Druckdifferenz bewirkt. In der Realität weisen

Filterkuchen jedoch meist ein kompressibles Verhalten auf. Dies zeichnet sich dadurch aus, dass eine Abhängigkeit der Filterkucheneigenschaften von der Druckbeanspruchung während der Kuchenfiltration besteht. Eine zunehmende Druckbeanspruchung kompressibler Filterkuchen geht mit einer Kompaktierung der Haufwerksstruktur einher. Zur Beschreibung der Bildung und Verdichtung von kompressiblen Filterkuchen existiert die gängige Modellvorstellung nach Tiller et al. [25, 76–78]. Beim Durchströmen des Filterkuchens kommt es zu einer Übertragung von Spannungen der Flüssigkeit auf die Partikel im Haufwerk. Die Partikel nehmen die Spannungen auf und leiten sie an unmittelbare Partikel über Kontaktstellen weiter. Dadurch ergeben sich in Strömungsrichtung ein hydraulischer Druckverlust in der Flüssigkeit und gleichzeitig ein zunehmender Druck in der partikulären Struktur, der als Feststoffgerüstdruck bezeichnet wird. Die Abbildung 2.2 illustriert die Struktur inkompressibler und kompressibler Filterkuchen. Direkt im unteren Bereich des Filterkuchens am Filtermedium erreicht der Feststoffgerüstdruck sein Maximum. Für inkompressible Filterkuchen bleibt dabei die Porosität und der Durchströmungswiderstand konstant. Für kompressible Filterkuchen bedeutet dies eine Änderung der Porosität und des Durchströmungswiderstands über die Filterkuchenhöhe aufgrund des Feststoffgerüstdruckgradienten. Die untersten Filterkuchenschichten nahe des Filtermediums sind am stärksten kompaktiert, weshalb die Porosität dort am niedrigsten und entsprechend der Durchströmungswiderstand am höchsten ist.

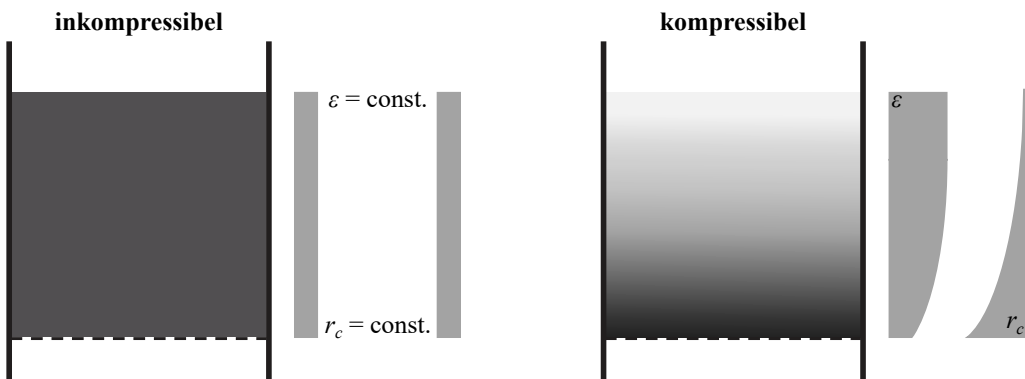


Abbildung 2.2: Porositäts- und Durchströmungswiderstandsverlauf über die Kuchenhöhe von inkompressiblen und kompressiblen Filterkuchen. Angelehnt an Alles [31].

Es existieren diverse Ursachen für kompressibles Filterkuchenverhalten, die in Abbildung 2.3 nach Alles [31] schematisch zusammengetragen sind. Da sich während der Kuchenfiltration meist lockere, poröse Haufwerke, die nicht der dichtesten Packung entsprechen, bilden, besteht im Haufwerk noch eine Bewegungsfreiheit der Partikeln, die ausgelöst durch eine mechanische Belastung zu Partikelumlagerungen und somit zu einer Kuchenkompaktion führt [23]. Entscheidend für die Bildung lockerer Filterkuchen und somit für die Kuchenkompressibilität sind

die Partikeleigenschaften wie die Partikelgrößenverteilung und Partikelform. Vor allem feine Partikel im Bereich unterhalb einer charakteristischen Partikelgröße zwischen 10 und 20 μm formen laut Tiller und Yeh [25] hochporöse Strukturen durch ausgeprägte Agglomeratbildung, da interpartikuläre Oberflächenkräfte den Gravitationskräften der Partikeln überwiegen. Breite Partikelgrößenverteilungen bewirken kompaktere Filterkuchen als eng verteilte Partikelgrößen unter mechanischer Beanspruchung, da feine Partikel infolge der Partikelumlagerung die Hohlräume zwischen groben Partikeln ausfüllen [32, 33]. Wakeman et al. [34] geben an, dass Haufwerke mit Partikeln größer als 20 μm nahezu inkompressibel sind. Partikel mit unregelmäßigen Formen bilden nach Tiller und Yeh [25] porösere Strukturen als regelmäßig geformte Partikel. Vor allem aus plättchenförmigen Partikeln entsteht eine sehr offene Kartenhausstruktur, die durch mechanische Beanspruchung zu einer dachziegelartigen, stark kompaktierten Struktur übergeht [31]. Bourcier et al. [35] zeigen, dass mit steigender Abweichung von der sphärischen Partikelform der Einfluss der Partikelform auf die Kompressibilität zunimmt und bei nadelförmigen Partikeln am höchsten ist. Neben Partikelumlagerungsprozessen durch Zerstörung von Partikelbrücken und Bewegung feiner Partikel im Hohlraumvolumen sind elastische oder plastische Partikeldeformationen weitere Gründe für kompressibles Verhalten wie z.B. bei faserigen Partikeln oder Zellen [26–29, 31]. Eine Kompression durch Partikelbruch tritt für mineralische Produkte erst bei sehr hohen Drücken außerhalb des Anwendungsbereichs der Fest-Flüssig-Trennung auf [23].

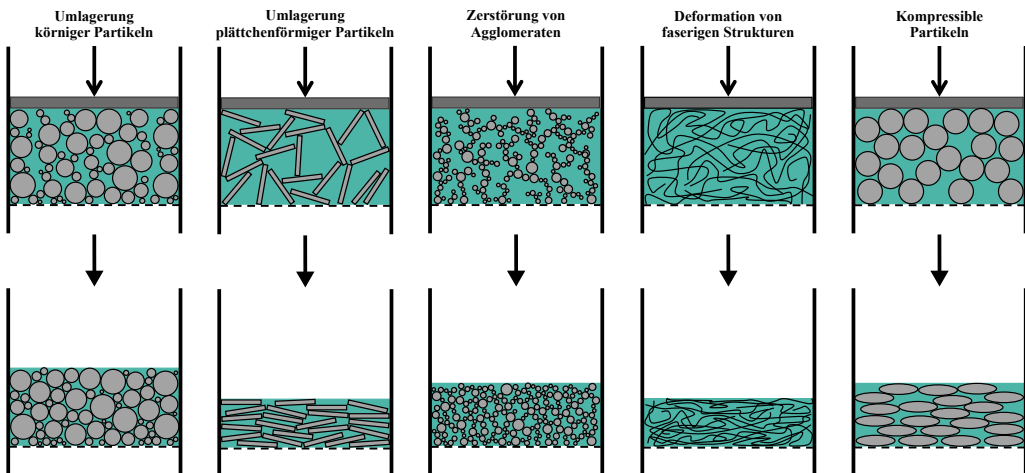


Abbildung 2.3: Ursachen von kompressiblem Filterkuchenverhalten. Angelehnt an Alles [31].

Darüber hinaus ist die anfängliche Feststoffvolumenkonzentration der Suspension eine wichtige Einflussgröße auf die Kuchenbildung. Im Allgemeinen sollte eine ausreichend hohe Feststoffvolumenkonzentration der Suspension sichergestellt sein, um überhaupt eine Kuchenbildung auf dem Filtermedium zu erreichen, eine Verstopfung des Filtermediums durch Partikeln im

Inneren zu verhindern und den Feststoffdurchschlag zu minimieren [24]. Mit zunehmender Konzentration nimmt dabei die Kuchenbildungszeit bei konstanter Kuchenhöhe ab, wodurch der Feststoffmassendurchsatz des Filterapparats steigt [60, 79]. In industriellen Filtrationsprozessen treten jedoch zeitliche Schwankungen der Feststoffvolumenkonzentration im Feed-Strom trotz Eindicker zur Sicherstellung einer ausreichend hohen Feststoffvolumenkonzentration vor dem Filterapparat auf [58]. Bei zu geringer Feststoffvolumenkonzentration der Suspension kommt es zur sogenannten Partikelsegregation, die als bekanntes Phänomen vor allem für Partikelmaterialien mit einer breiten Partikelgrößenverteilung in der Literatur [59–63] beschrieben ist. Dabei tritt während der Kuchenbildung eine überlagerte Partikelsedimentation in Erscheinung. Die Partikel sedimentieren entsprechend ihrer Partikelgröße mit unterschiedlichen Sedimentationsgeschwindigkeiten, was eine Schichtung der Partikel in Abhängigkeit ihrer Partikelgröße im Filterkuchen ergibt. Dabei befinden sich gröbere Partikel in dem unteren Bereich des gebildeten Filterkuchens nahe dem Filtermedium, während feinere Partikel in oberen Filterkuchenschichten zu finden sind. Bei einer ausreichend hohen Feststoffvolumenkonzentration findet eine gegenseitige Partikelbehinderung statt. Die gesamten Partikel sinken dann in einer scharfen Front mit einer gleichen Sedimentationsgeschwindigkeit ab, wodurch die individuelle Partikelgröße ihren Einfluss auf die Partikelsedimentationsgeschwindigkeit verliert. Dadurch entsteht ein homogener Filterkuchen, in dem die Partikel mit unterschiedlicher Partikelgröße gleichmäßig im Kuchen verteilt sind. Aus der Partikelsegregation während der Kuchenbildung resultiert ein feuchterer Filterkuchen im Vergleich zu einem homogen aufgebauten Filterkuchen, da die Lücken zwischen den groben Partikeln weniger durch kleinere Partikel gefüllt sind und somit eine höhere Porosität im segregierten Filterkuchen vorliegt.

2.3 Entfeuchtung von Filterkuchen

Die nachfolgenden Kapitel gehen näher auf die konventionellen und alternativen mechanischen Entfeuchtungsmethoden von Filterkuchen ein.

2.3.1 Gasdifferenzdruckentfeuchtung

Um Flüssigkeit aus den flüssigkeitsgesättigten Poren des Filterkuchens nach der Kuchenbildung mechanisch zu entfernen, ist die Verdrängung der Porenflüssigkeit durch Beaufschlagung des Kuchens mit einem Gasdifferenzdruck ein gängiges Entfeuchtungsverfahren. Die Folge ist eine Untersättigung des Filterkuchens. Die Beschreibung der Methode für inkompressible, homogene, isotrope Filterkuchen beruht auf den Arbeiten von Schubert [15]. Dabei betrachtet man eine Pore in einem porösen, feuchten Filterkuchen in einer Gasatmosphäre als Kapillare, die in eine

benetzbare Flüssigkeit mit dem Benetzungswinkel δ eingetaucht ist (siehe Abbildung 2.4). Die Oberflächenspannung $\gamma_{l,g}$ zwischen Flüssigkeit und Gas bewirkt eine treibende Druckdifferenz zwischen dem Gasdruck p_g und dem Flüssigkeitsdruck p_l , die als Kapillardruck p_k bezeichnet wird und zum Ansteigen der Flüssigkeit in der Kapillare führt. Die Laplace-Gleichung (siehe Gleichung 2.8) bringt auf Grundlage einer Kräftebilanz den Kapillardruck p_k mit der Oberflächenspannung $\gamma_{l,g}$, dem Porenradius r und dem Benetzungswinkel δ in einen Zusammenhang.

$$p_k = p_g - p_l = \frac{2\gamma_{l,g}\cos\delta}{r} \quad (2.8)$$

Um die flüssigkeitsgesättigte Pore zu entleeren, muss der angelegte Gasdifferenzdruck zwischen Ober- und Unterseite des Filterkuchens den Kapillardruck überwinden.

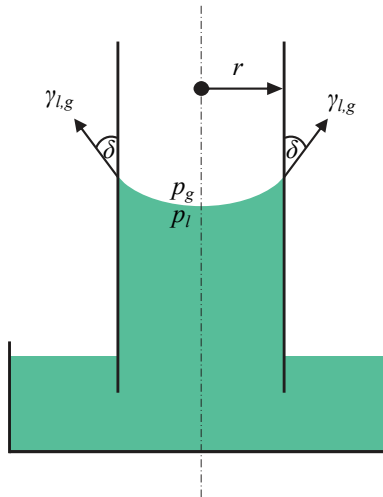


Abbildung 2.4: Modellvorstellung einer Pore als Kapillare.

In der Realität verfügen poröse Haufwerke wie Filterkuchen, selbst im Fall von monodispersen, kugelförmigen Partikeln aufgrund der zufälligen Anordnung, über eine Porengrößenverteilung. Daraus resultiert eine Kapillardruckverteilung im Haufwerk, die schematisch in Abbildung 2.5 (a) gezeigt ist. Der Kapillardruck p_k ist dabei gegen die Sättigung S , die den Flüssigkeitsanteil im Hohlraumvolumen des Haufwerks charakterisiert, aufgetragen. Für eine signifikante Verdrängung der Porenflüssigkeit ist erst das Überschreiten des kapillaren Eintrittsdrucks $p_{k,e}$, der in etwa mit dem Kapillardruck der größten Pore gleichzusetzen ist, durch den aufgebrauchten Gasdifferenzdruck notwendig. Der Schnittpunkt zwischen zwei angelegten Tangenten an den Kurvenabschnitten zu Beginn der Untersättigung liefert vereinbarungsgemäß den kapillaren Eintrittsdruck $p_{k,e}$. Die weitere Steigerung des Gasdifferenzdrucks bewirkt die Entleerung immer engerer Poren, bis keine

weitere Untersättigung mehr möglich ist und somit die mechanische Entfeuchtungsgrenze der Methode bei der remanenten Sättigung S_r erreicht ist. Eine vollständige Entfeuchtung durch die Methode ist unmöglich, da isolierte Flüssigkeitsanteile zwischen den Partikelkontaktstellen, an den Partikeloberflächen oder im Partikelinneren innerhalb des Haufwerks vorhanden sind.

Die Höhe des kapillaren Eintrittsdrucks $p_{k,e}$ eines Haufwerks hängt für inkompressible Filterkuchen neben der Oberflächenspannung $\gamma_{l,g}$ und dem Benetzungswinkel δ auch von der Partikelgrößenverteilung ab. Mit Gleichung 2.9 lässt sich nach Schubert [15] der kapillare Eintrittsdruck $p_{k,e}$ eines inkompressiblen Haufwerks in Abhängigkeit der Haufwerksporosität ε , der Oberflächenspannung $\gamma_{l,g}$, des Benetzungswinkels δ , des Sauterdurchmessers x_{12} und des partikelcharakteristischen Faktors C berechnen. Für eng verteilte Partikelsysteme ist der Faktor C im Bereich zwischen 6 und 8, wohingegen sich der Wertebereich für breit verteilte Partikelsysteme von 1,9 bis 14,5 erstreckt [80].

$$p_{k,e} = C \cdot \frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon} \cdot \frac{\gamma_{l,g} \cos \delta}{x_{12}^2} \quad (2.9)$$

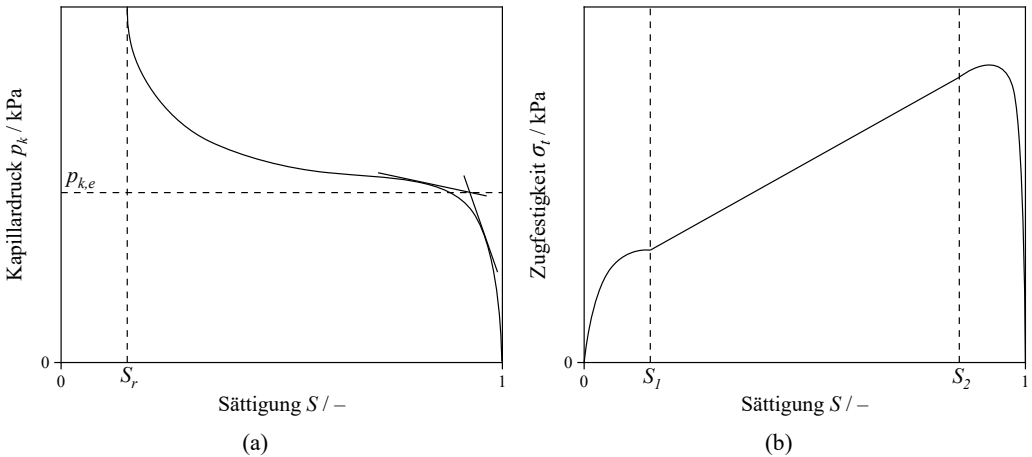


Abbildung 2.5: (a) Kapillardruckverteilung und (b) Zugfestigkeit von Filterkuchen in Abhängigkeit der Sättigung nach Schubert [15].

Mit der Verdrängung der Porenflüssigkeit im Haufwerk ändert sich auch die Zugfestigkeit σ_t des Haufwerks. Abbildung 2.5 (b) illustriert die Zugfestigkeit σ_t in Abhängigkeit der Sättigung S nach Schubert [15]. Durch Einsetzen der Untersättigung nimmt die Zugfestigkeit rapide zu und erzielt bei einer Sättigung von ca. 0,8 bis 0,9 sein Maximum. Der Bereich $S_2 < S < 1$ wird Kapillardruckbereich genannt, da flüssigkeitsgefüllte Kapillaren im Haufwerk vorliegen und somit

die Zugfestigkeit σ_t des Haufwerks durch den Kapillardruck p_k und die Sättigung S nach Gleichung 2.10 bestimmt ist.

$$\sigma_t = S \cdot p_k \quad (2.10)$$

Im Übergangsbereich zwischen S_1 und S_2 , wobei S_1 meist bei ca. 0,3 liegt, sind sowohl flüssigkeitsgefüllte Kapillaren als auch entfeuchtete Kapillaren mit Flüssigkeitsbrücken zwischen den Partikeln präsent. Bei weiterer Untersättigung gelangt man schließlich in den Brückenbereich zwischen 0 und S_1 , wo vorwiegend Flüssigkeitsbrücken zwischen den Partikeln existent sind. Der Grenzen der Bereiche unterscheiden sich je nach Partikelsystem. Im Brückenbereich ist eine Berechnung der Zugfestigkeit σ_t nach dem Modell von Rumpf [81] in Gleichung 2.11, das von einer Übertragung der Festigkeit durch Haftkräfte zwischen gleichgroßen, kugelförmigen Partikeln ausgeht, möglich. Dabei ist F_{ad} die Haftkraft, ε die Haufwerksporosität und x_{12} der Sauterdurchmesser.

$$\sigma_t = \frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon} \cdot \frac{F_{ad}}{x_{12}^2} \quad (2.11)$$

Um die Haftkraft F_{ad} zu ermitteln, geht man von einer Flüssigkeitsbrücke zwischen den Partikeln aus. Die Haftkraft F_{ad} setzt sich aus der Kraft durch den Kapillardruck in der Flüssigkeitsbrücke und der Randkraft aufgrund der Oberflächenspannung der Flüssigkeit zusammen. Schubert [15] gibt zur Abschätzung der Haftkraft F_{ad} in Abhängigkeit der Oberflächenspannung γ_{lg} und des Partikeldurchmessers x die Gleichung 2.12 an, die für zahlreiche Praxisfälle Gültigkeit hat.

$$F_{ad} \approx (2,2 - 2,8) \cdot \gamma_{lg} \cdot x \quad (2.12)$$

Die Scherfestigkeit in Abhängigkeit der Sättigung verhält sich bei Filterkuchen laut Ozcan et al. [64, 65] analog zu den Erkenntnissen von Schubert [15] betreffend der Zugfestigkeit von Haufwerken. Die Scherfestigkeit verschiedener Filterkuchen wächst sprunghaft mit eintretender Untersättigung an und erreicht ein Maximum im Sättigungsbereich von 0,8 bis 0,9, bis es mit weiterer Untersättigung zu einer Abschwächung der Scherfestigkeit kommt.

Die bereits in Kapitel 2.2 erwähnte Partikelsegregation, die bei zu geringer Feststoffvolumenkonzentration der Suspension Partikelklassiereffekte während der Kuchenbildung hervorbringt, beeinträchtigt auch die nachfolgende Kuchentfeuchtung durch einen Gasdifferenzdruck. Die Schicht aus feinen Partikeln an der Filterkuchenoberfläche bewirkt einen höheren kapillaren Eintrittsdruck gemäß Gleichung 2.9 im Vergleich zu einem homogenen Filterkuchen. Das bedeutet,

dass für die Verdrängung der Porenflüssigkeit ein höherer Gasdifferenzdruck nötig ist. Im Falle der Vakuumfiltration, bei der die anwendbare Druckdifferenz begrenzt ist, kann das sogar bedeuten, dass überhaupt keine Entfeuchtung durch die Methode stattfindet. Zudem kann es lediglich zu lokalen Überschreitungen des kapillaren Eintrittsdrucks in der feinen Schicht kommen. Dadurch verdrängt der Gasdifferenzdruck nur Flüssigkeit in weiten Poren aus groben Partikeln in den unteren Schichten, während große Teile der Deckschicht geformt aus feinen Partikeln an der Kuchenoberfläche weiterhin mit Flüssigkeit gefüllt sind und damit hydraulisch isoliert sind. Eine ungleichmäßige Entfeuchtung und eine erhöhte mechanische Entfeuchtungsgrenze, gekennzeichnet durch die remanente Sättigung S_r , als bei homogenen Filterkuchen sind die Folge. [60, 67]

In Abbildung 2.6 ist der typische exponentielle Abfall der Sättigung S während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei konstanter Druckdifferenz Δp und Kuchenhöhe h_c in Abhängigkeit der Zeit t zu sehen.

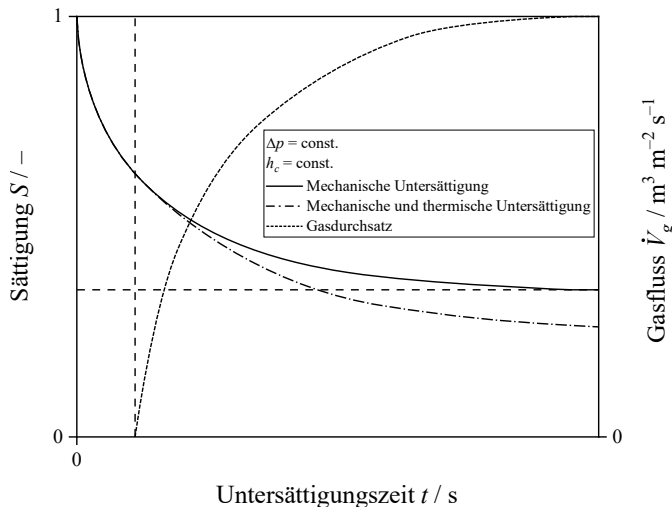


Abbildung 2.6: Untersättigungskinetik der Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Anlauf [24].

Nach der Kuchenbildung liegt der Kuchen vollständig gesättigt vor ($S = 1$), bis der angewendete Gasdifferenzdruck den kapillaren Eintrittsdruck überschreitet und es zu einer rasanten Untersättigung bereits nach wenigen Sekunden kommt. Da weite Poren eine deutlich schnellere Verdrängung der Kapillarflüssigkeit als enge Poren erfahren, kommt es bereits nach kurzer Zeit zu lokalen Gasdurchbrüchen bei größeren Poren im Filterkuchen. Die Gasdurchbrüche nehmen mit der Entleerung weiterer Poren stetig zu, wodurch der Gasfluss durch das Filtermedium ansteigt. Dadurch kommt es zu einem enormen Anstieg der Betriebskosten der Filteranlage, um die konstante Druckdifferenz durch die Vakuumpumpe oder den Kompressor aufrechtzuerhalten. Mit der Zeit flacht die Untersättigung ab, da vor allem engere Poren mit geringeren Flüssigkeitsanteilen

mechanisch untersättigt werden. Nach einer gewissen Zeit ist das Sättigungsgleichgewicht erreicht. Mit dem ersten Gasdurchbruch überlagert die thermische Entfeuchtung durch Verdunstung die mechanische Flüssigkeitsverdrängung, die mit steigenden Untersättigungszeiten an Relevanz gewinnt. [15, 24, 82, 83]

Bei der Gasdifferenzentfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen tritt neben der Untersättigung auch eine Konsolidierung des Haufwerks in Erscheinung. Der Vorgang kann anhand der Abbildung 2.7 nach Wiedemann [23] beschrieben werden. Dort ist die Porenziffer e , die das Poren- und Feststoffvolumen im Haufwerk ins Verhältnis setzt, gegen die Volumenbeladung θ , die das Verhältnis zwischen Flüssigkeits- und Feststoffvolumen im Haufwerk charakterisiert, aufgetragen.

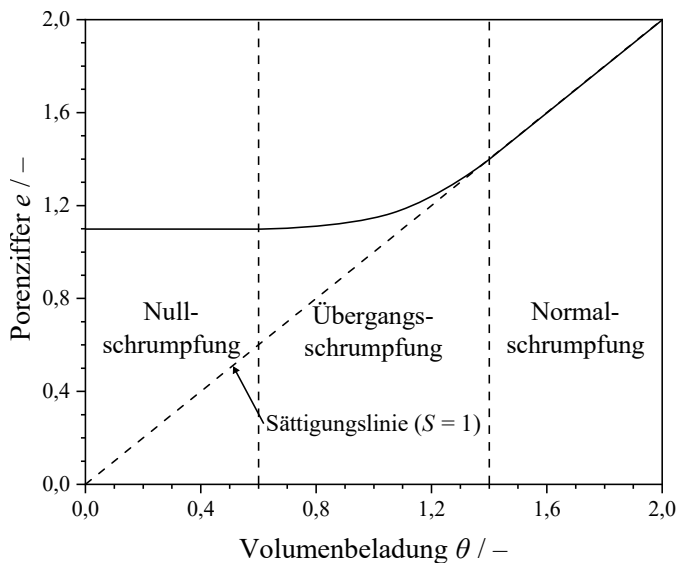


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung des Schrumpfungsverhalten von kompressiblen Filterkuchen während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Wiedemann [23].

Die Auftragung der beiden Parameter eignet sich zur Unterscheidung von Konsolidierung und Untersättigung. Stimmen beide Parameter überein, ist der Kuchen vollständig gesättigt. Ist die Porenziffer e größer als die Volumenbeladung θ , ist eine Untersättigung eingetreten. Sofern der angewendete Gasdifferenzdruck unterhalb von dem kapillaren Eintrittsdruck liegt, erfolgt eine Konsolidierung des Filterkuchens. Kapillarkräfte, die während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung im Haufwerk angreifen, lösen eine Reduzierung des Porenvolumens im Filterkuchen aufgrund des kompressiblen Kuchenverhaltens (siehe Kapitel 2.2) aus. Dieser Vorgang ist als Schrumpfung bekannt. In diesem sogenannten Normalschrumpfungsbereich verringert sich gleichermaßen das Porenvolumen als auch das Flüssigkeitsvolumen. Dabei ist der Filterkuchen weiterhin vollständig

gesättigt, weshalb der Kurvenverlauf in Abbildung 2.7 exakt der Sättigungslinie entspricht. Das Überschreiten des kapillaren Eintrittsdrucks verursacht eine Untersättigung des Haufwerks, die sich parallel zur Konsolidierung in der sogenannten Übergangsschrumpfung ereignet. Der Kurvenlauf weicht nach oben von der Sättigungslinie ab, da die Reduzierung des Flüssigkeitsvolumens durch die zusätzlich eintretende Untersättigung die Porenvolumenminderung allein durch die Schrumpfung übersteigt. Ist das Gleichgewicht zwischen interpartikulären Kräften und Kapillarkräften erreicht, ist die Schrumpfung beendet und es sorgt ausschließlich die Untersättigung für eine Entfernung des Flüssigkeitsvolumens im Haufwerk. In diesem Nullschrumpfungsbereich verringert sich lediglich die Volumenbeladung bei konstanter Porenziffer.

Die Schrumpfung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen ist problematisch, da sie eine bekannte Ursache für die Bildung von unerwünschten Rissen ist [18–21, 23]. Übersteigen dabei die inneren Spannungen durch die auftretenden Kapillarkräfte im Haufwerk die Zugfestigkeit σ_t des Haufwerks, entstehen Risse [22, 24]. Der geringe Durchströmungswiderstand der Risse verursacht einen höheren Gasverbrauch bei konstanter Druckdifferenz und somit auch ansteigende Betriebskosten. Im schlimmsten Fall fällt die Druckdifferenz rapide ab, wodurch sich ein reduziertes Entfeuchtungsergebnis ergibt. Rissbildung schränkt auch die Effizienz einer folgenden Waschung ein, da die Waschflüssigkeit durch den geringen Widerstand vor allem Risse durchströmt [84].

Im Bereich der thermischen Trocknung von dünnen, dispersen Schichten ist die Rissbildung bereits bekannt und es liegen zahlreiche Modelle zur Beschreibung und Vorhersage der Rissbildung vor [85]. Zusätzlich zur Schrumpfung sind Inhomogenitäten wie Porositätsgradienten, Gasblasen oder Partikelsegregation Gründe für Rissbildung in Filterkuchen, die eine Voraussage immens erschweren [24]. Wakeman [86] liefert ein Modell für die Rissbildung in Filterkuchen. Er korreliert das Auftreten von Rissen mit dem Sättigungsgradienten, der sich während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ergibt, wobei die Untersuchungen lediglich auf der damals weit verbreitete Vakuumfiltration basieren. Ansonsten existieren empirische Untersuchungen, die Zusammenhänge zwischen Rissbildung und Betriebsparametern bzw. Materialeigenschaften feststellen und Maßnahmen zur Minimierung und Unterdrückung der Rissbildung finden.

Lloyd und Dodds [19] führen die Rissbildung auf hohe interne Spannungen durch die Verdrängung von Porenflüssigkeit aus einer einzigen großen Pore zurück. An den Eingängen von kleinen Poren, die an der großen Pore verzweigen, wirkt ein hoher Kapillardruck, der ebenfalls zu einer hohen inneren Spannung beiträgt. Die Rissbildung nimmt demnach mit abnehmender Partikel- bzw. Porengröße zu. Anlauf et al. [20] stellen bei geringen Filterkuchenflächen eine Abnahme der Rissbildungswahrscheinlichkeit mit zunehmendem Gasdifferenzdruck und abnehmender Filterkuchenhöhe fest. Die Ursachen für die Rissbildung sehen sie in den hohen internen Spannungen, hervorgerufen durch die einsetzenden Kapillarkräfte im Zuge der Kuchenschrumpfung.

Wiedemann und Stahl [22, 23, 87] analysieren systematisch die Kuchenschrumpfung als Ursache der Rissbildung in Abhängigkeit von Partikeleigenschaften. Dabei stellen sie fest, dass erst unterhalb einer mittleren Partikelgröße von 20 bis 50 μm eine ausgeprägte Kuchenschrumpfung beginnt, die mit abnehmender mittlerer Partikelgröße zunimmt. Außerdem nimmt das Schrumpfpotential mit steigender Breite der Partikelgrößenverteilung ab, während es sich mit Erhöhung des Agglomerationszustands vergrößert. Nachdem bereits Redeker et al. [36] das Potential einer Vorverdichtung des Kuchens vor der Untersättigung zur Reduzierung der Rissbildung erkennen, untersuchen Wiedemann und Stahl [22, 23, 87] zudem umfassend die Auswirkungen des Pressdrucks während des Vorverdichtens auf die Schrumpf- und Rissbildung von Kuchen. Mit zunehmenden Pressdruck sinkt dabei das Schrumpfs- und Rissbildungspotential. Die benötigten Pressdrücke, um die Rissbildung vollständig zu vermeiden, sind jedoch äußerst hoch. Als Beispiele sind notwendige Pressdrücke für eine rissfreie Untersättigung von 1391 kPa für Kalkstein oder 1833 kPa für Rotschlamm zu nennen. Eine gefürchtete Verlangsamung der Untersättigungskinetik während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung, die sich aus einem höheren Filterkuchenwiderstand im Zuge der Kuchenverdichtung ergeben könnte, widerlegen Illies et al. [37]. Die Untersättigungskinetik eines nicht vorverdichteten Filterkuchens ist sogar langsamer im Vergleich zu einem vorverdichteten Filterkuchen, was auf die Anwesenheit von Rissen beim nicht vorverdichteten Filterkuchen zurückzuführen ist. Im Gegensatz dazu zeigen Liu et al. [88], dass die Minderung der einsetzenden Kapillarkräfte während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung durch Absenkung der Oberflächenspannung infolge von zugegebenen Tensiden Rissbildung reduziert. Im umfangreichen Parameterstudien evaluiert Barua [89] den Einfluss von Partikel- und Suspensionsseigenschaften sowie Betriebsparametern auf die Rissbildung. Die Untersuchungen bestätigen Korrelationen von bestimmten Parametern wie z.B. der Filterkuchenhöhe, dem Filtrationsdruck oder der Oberflächenspannung auf die Rissbildung aus bereits bekannten Studien. Zusätzlich ist eine Beobachtung, dass Partikelsegregation durch eine zu geringe Feststoffvolumenkonzentration der Suspension die Rissbildungswahrscheinlichkeit verkleinert. Schwache Agglomerate brechen während der Kuchenbildung, woraus lokale Zusammenbrüche der Partikelstruktur resultieren, die in der Bildung von Rissen münden. Durch die Partikelsegregation gelangen diese Agglomerate in die untere Schicht aus groben Partikeln, wo die schwachen Flocken abgeschirmt sind und beim Brechen zu keinem Kollaps lokaler Strukturen führen.

2.3.2 Verdichtung durch mechanischen Druck

In Kapitel 2.2 ist bereits ausführlich erläutert, dass in der Realität Partikel oftmals hochporöse, kompressible Filterkuchen, die nach der Kuchenbildung einen Porositätsgradienten über die Kuchenhöhe aufweisen, formen. Für solche kompressiblen Filterkuchen ist die Verdichtung im Anschluss an die Kuchenbildung eine weitere mechanische Möglichkeit, um Flüssigkeit aus dem

Filterkuchen zu entfernen [25]. Eine äußere Belastung, die meist ein uniaxialer, mechanischer Pressdruck aufbringt, induziert die in Abbildung 2.3 illustrierten Verdichtungsmechanismen, die das Porenvolumen und somit auch den Flüssigkeitsanteil im Filterkuchen verringern [26–29, 31]. Das Ergebnis einer Verdichtung eines kompressiblen Filterkuchens ist ein homogener Filterkuchen, bei dem die Porosität über die Kuchenhöhe konstant ist [90, 91]. Gegensätzlich zur Gasdifferenzdruckentfeuchtung bleiben die Filterkucheporen während der Verdichtung vollständig mit Flüssigkeit gesättigt. Die Verdichtung sorgt für eine Vergleichmäßigung der Filterkuchenstruktur. Zudem hat die Filterkuchenverdichtung den zusätzlichen Effekt, die unerwünschte Rissbildung bei einer gegebenenfalls darauffolgenden Gasdifferenzdruckentfeuchtung zu reduzieren oder gar zu vermeiden [23, 36, 37].

Kompressibles Filterkuchenverhalten zeichnet sich durch eine Abhängigkeit der Kuchenporosität und des Durchströmungswiderstands von dem Feststoffgerüstdruck im Haufwerk aus, dessen Ausmaß stark materialspezifisch ist. Um die Änderung der Porosität bzw. des Durchströmungswiderstands über den Feststoffgerüstdruck zu charakterisieren, ist die Verwendung der von Ruth [92] erstmals eingeführten Kompressions-Permeabilitäts-Zelle (CP-Zelle) üblich. Die Apparatur erlaubt die mechanische Verdichtung von Filterkuchen durch einen Pressstempel bei variierenden Pressdrücken und Durchströmungsversuche von verdichteten Filterkuchen. Hinsichtlich der genauen Beschreibung des Aufbaus und des Versuchsablaufs der Apparatur sei auf das Kapitel 3.2 verwiesen. Die empirischen Materialgesetze nach Tiller et al. [93] in den Gleichungen 2.13 und 2.14 finden gewöhnlich Verwendung, um die gemessenen Werte der Porosität ε und des massenspezifischen Durchströmungswiderstands α_m bei unterschiedlichen Pressdrücken p_p aus der CP-Zelle anzunähern. Dabei wird angenommen, dass der angewandte Pressdruck p_p in der CP-Zelle dem Feststoffgerüstdruck im Haufwerk entspricht. Während $p_{p,0}$, β und n Anpassungsparameter sind, stellen ε_0 die Porosität und $\alpha_{m,0}$ den Durchströmungswiderstand im unbelasteten Haufwerkszustand dar. Shirato et al. [94] schlagen eine Berechnung für $\alpha_{m,0}$ anhand der Sedimentationsgeschwindigkeit vor. Setzt man die Materialsuspension dem Erdschwerefeld in einem Standzylinder aus, ergibt sich ein Sediment, dessen Gleichgewichtsporosität wie bei Reichmann und Tomas [41], Alles [31] oder Illies [57] die Porosität des unbelasteten Haufwerks ε_0 annähert. Tiller et al. [93] bezeichnen die Anpassungsparameter β und n als Kompressibilitätskoeffizienten, die den Grad der Kompressibilität eines Haufwerks angeben und daher zum Vergleich der Kompressibilität verschiedener Materialien geeignet sind. Bei $p_{p,0}$ handelt es sich lediglich um einen empirischen Parameter ohne physikalische Bedeutung.

$$(1 - \varepsilon) = (1 - \varepsilon_0) \cdot \left(1 + \frac{p_p}{p_{p,0}}\right)^\beta \quad (2.13)$$

$$\alpha_m = \alpha_{m,0} \cdot \left(1 + \frac{p_p}{p_{p,0}}\right)^n \quad (2.14)$$

Die aufgeführten Materialgesetze nach Tiller et al. [93] betrachten lediglich die Änderung der Haufwerksstruktur während der angelegten Druckbelastung und gehen somit von einer plastischen Verdichtung des Haufwerks aus. In der Realität erfolgt jedoch für weitere Prozessschritte eine Entlastung des Filterkuchens von der äußeren Beanspruchung, wodurch elastische Rückdehnungseffekte des Filterkuchens in Erscheinung treten. Alles [31] betrachtet die elastische Rückdehnung von verschiedenen Materialien in der CP-Zelle nach der Entlastung. Hierbei äußern sich bei dem plättchenförmigen Partikelsystem Kaolin elastische Rückdehnungseffekte lediglich im niedrigen Druckbereich. Ruß als stark agglomeriertes Material sowie Cellulose als faserförmiges Material weisen vor allem bei höheren Drücken ein hohes Rückdehnungsverhalten auf. Das ausgeprägteste Rückdehnungsverhalten offenbart Divergan, das aus deformierbaren Partikeln besteht. Auch mineralische Filterkuchen verfügen laut Wiedemann [23] über ein elastisches Rückdehnungsverhalten. Beide Untersuchungen betrachten die elastische Filterkuchenrückdehnung in einer CP-Zelle, wo dem Filterkuchen ausreichend Flüssigkeit zum Aufsaugen aus dem vollständig mit Flüssigkeit gefüllten Filtratablauf bereitsteht. Die Untersuchungen liefern zwar Aussagen über das elastische Rückdehnungsverhalten von Filterkuchen, lassen aber keine Aussagen über das Wiederbefeuchtungspotential von solchen Filterkuchen in realen Filtrationsapparaten zu. In der Praxis ist der Filtratablauf von Kuchenfiltrationsapparaten nicht vorsätzlich mit Flüssigkeit gefüllt. Das Filtertuch nimmt hauptsächlich ausgepresste Flüssigkeit, die der Filterkuchen nach der Entlastung potentiell zurücksaugen kann, auf. Da dem Filterkuchen daher nicht ausreichend Flüssigkeit wie in der CP-Zelle zum Ansaugen zur Verfügung steht, besteht auch die Möglichkeit, dass der Filterkuchen umgebende Luft angesaugt. Damit ist eine Untersättigung des Filterkuchens während der Rückdehnung möglich, womit einsetzende Kapillarkräfte entgegen der Rückdehnung wirken [23]. Mazzi und Krammer [66] begutachten hingegen, wie sich die elastische Rückdehnung eines Kohlefilterkuchens auf das Entfeuchtungsergebnis nach einem Überrollversuch mit einer Walze, die die gleichzeitige Druck- und Scherbeanspruchung wie bei einer Siebbandpresse simuliert, auswirkt. Die Studie verdeutlicht, dass der Filterkuchen nach der Entlastung durch Rückdehnung bereits ausgepresste Flüssigkeit, die das Filtertuch in dessen Poren speichert, wieder aufnehmen kann. Da die Rückdehnung äußerst schnell nach der Entlastung verläuft, ist eine Abführung der ausgepressten Flüssigkeit aus dem Filtertuch während der Belastung oder unmittelbar nach der Entlastung unerlässlich, um die Filterkuchenwiederbefeuchtung und damit eine Abschwächung der Entfeuchtungseffizienz zu unterbinden.

2.3.3 Verdichtung durch mechanischen Druck und stetige Scherung

Eine weitere Methode zur Entfeuchtung von Filterkuchen durch Verdichtung ist die Überlagerung von mechanischem Druck und stetiger Scherung. Der Nutzen der zusätzlichen Scherung zur Verbesserung der mechanischen Verdichtungsentswässerung von hochkompressiblen Materialien findet schon lange Anwendung in der industriellen Praxis der Abwasseraufbereitung und Saftgewinnung [30, 95, 96]. Zwei Filterbändern, die sich mit unterschiedlicher Geschwindigkeit zueinander bewegen, pressen beispielsweise Flüssigkeit aus dem dazwischen liegenden Filterkuchen in sogenannten Bandfilterpressen (siehe Kapitel 2.4).

Zahlreiche Autoren analysieren die ergänzende Anwendung der stetigen Scherung zur Filterkuchenverdichtung und -entfeuchtung in Press-Scher-Zellen im Labormaßstab für diverse Materialien. Die von Reichmann und Tomas [41, 42] entworfene Press-Scher-Zelle ist eine Kombination aus CP-Zelle und Ringscherzelle, um die Filterkuchenentfeuchtung durch Press- bzw. Scherverdichtung nachzubilden sowie rheologische Eigenschaften von verdichteten Filterkuchen zu bestimmen. Für hochkompressible Titandioxid-Filterkuchen ergibt sich, dass der gleiche Konsolidierungszustand nach einer reinen Pressverdichtung bei einem hohen Druck durch den Eintrag einer Scherung bei deutlich geringerem Pressdruck erreichbar ist. Auch Koenders et al. [43] machen in einem ähnlichen Aufbau den Effekt des Schereintrags zur tiefgreifenderen Pressverdichtung anhand von Titandioxid-Filterkuchen deutlich. Laut den Autoren formieren sich während der Kuchenbildung durch die einaxiale Belastung vertikale Strukturen, die eine Festigkeit in Belastungsrichtung aufweisen. Eine Scherung verschiebt die Ausrichtung der Strukturen um einen gewissen Winkel, was die Festigkeit der Filterkuchenstruktur in vertikaler Richtung abschwächt und die Kompressibilität des Filterkuchens vergrößert. Eine steigende Scherrate vergrößert den Verschiebungsgrad und schwächt die Strukturfestigkeit in axialer Richtung zunehmend ab, wodurch der Filterkuchen einen höheren Verdichtungszustand einnimmt. Die Verdichtungswirkung durch Scherung ist gemäß Wakeman und Tarleton [44] sogar für Kaolin und Mica noch größer als bei Titandioxid, was auf deren flockige Partikelform im Vergleich zu den sperrigen Titandioxid-Partikeln zurückgeht. Schon bei geringen Scherraten erzielt hier die Scherverdichtung das Verdichtungsgleichgewicht für Titandioxid und Kaolin, wohingegen für Mica durch weitere Scherratenerhöhung der Verdichtungszustand zunimmt.

Scherverdichtungsversuche mit Talc und Kaolin in einer Press-Scher-Zelle offenbaren ebenfalls bei Vaxelaire und Olivier [45] einen positiven Verdichtungseffekt durch Scherung. Die Scherverdichtung von Talc und Kaolin leistet wie bei Wakeman und Tarleton [44] für Kaolin und Titandioxid schon bei einer geringen Scherrate einen starken Verdichtungseffekt, der mit Steigerung der Scherrate nicht mehr anwächst. Eine Verbesserung der Scherverdichtung kann durch die Erhöhung des überlagerten Pressdrucks für beide Materialien nicht beobachtet werden,

da die Scherverdichtung bereits bei einem geringeren Pressdruck das Verdichtungsmaximum der Produkte annähert. Die Methode verdichtet Filterkuchen zu einem höheren Grad bei geringeren Filterkuchenhöhen, was die Autoren mit der Abnahme der Scherkräfte durch zunehmendem Abstand von dem Scherkolben, die für die Partikelumlagerung als hauptsächlichen Verdichtungsmechanismus verantwortlich sind, in Verbindung bringen. Für Belebtschlamm aus der Abwasserreinigung als hochkompressibles Material ist keine zusätzliche Verdichtung durch die Scherung ersichtlich. Dieses Ergebnis steht im Gegensatz zu dem allgemein anerkannten Nutzen der Scherung in Bandfilterpressen zur Filterkuchenentfeuchtung im Bereich der Abwasseraufbereitung [30, 96] und den Untersuchungen von Ayol et al. [97], die einen zusätzlichen Beitrag der Scherung zur Kuchenentfeuchtung von Belebtschlämmen in einer Press-Scher-Zelle feststellen. Die Autoren führen als Erklärung die seitliche Bewegung des Schlamms zwischen den Bändern in Bandfilterpressen auf. Hochkompressible, biologische Filterkuchen verfügen außerdem über eine dünne, kompakte Filterkuchenschicht mit einem hohen Filterkuchenwiderstand direkt am Filtermedium, die die Kuchenentfeuchtung einschränkt [98, 99]. Vaxelaire et al. [9] erklären die ausbleibende Verdichtbarkeit von Belebtschlämmen durch die Scherung mit dem geringen Einfluss der Scherkräfte auf die dünne Schicht aufgrund der deutlich höheren Filterkuchenhöhe im Vergleich zu Ayol et al. [97].

Die von Hammerich et al. [46, 47] entwickelte modifizierte Scherzelle fungiert als Apparatur zur Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften von flüssigkeitsgesättigten Haufwerken. Scherversuche unter Pressdruck in der modifizierten Scherzelle weisen für ein gemahlenes Kalksteinmaterial ebenfalls einen Beitrag der Scherung zur Haufwerksverdichtung nach. Die Erhöhung der Scherrate erwirkt hierbei nicht nur eine stärkere Verdichtung, sondern auch eine Beschleunigung des Verdichtungsprozesses.

2.3.4 Verdichtung durch Vibrationseintrag

Ein weiterer Ansatz zur Filterkuchenentfeuchtung durch Verdichtung ist der Eintrag einer oszillierenden Scherung in den Filterkuchen. Die Methode ist in der Verdichtung von Böden längst gängige Praxis [51]. Zudem findet die Verdichtungsmethode breite Anwendung in der Pelletierung und Verpackung von Pulvern und granulierten Materialien [52]. Die Erkenntnisse aus diesen Fachgebieten betrachten die trockene Partikelverarbeitung oder sehr grobe Partikel, bei denen die Massenkräfte den Haftkräften deutlich überwiegen. Darum ist dieses Wissen nur bedingt auf die Verdichtung von feinpartikulären, flüssigkeitsgesättigten Filterkuchen durch oszillierende Scherung übertragbar.

In der mechanischen Fest-Flüssig-Trennung sind vibrierende Membranen zur Verbesserung des Permeatflusses und der Membranselektivität in der Mikro-, Ultra- und Nanofiltration sowie

Umkehrosmose gebräuchlich [100]. Nach Gundogdu et al. [101, 102] fördert ein vertikal vibrierendes Filtertuch auch den Filtratfluss durch das Medium bei einer klassischen Kuchenfiltration. Nur wenige Veröffentlichungen beschäftigen sich mit dem Vibrationseintrag in kompressible Filterkuchen zur Verbesserung der Filterkuchenentfeuchtung durch Verdichtung. Die Studie von Pearce [53] erforscht für eine Membranfilterpresse und einen Vakuumfilter in der Laborskala den Eintrag von Vibrationen senkrecht zur Filterkuchenoberfläche zur Verbesserung der Entfeuchtung von Kaolin-, Magnesiumoxid-, Calciumcarbonat-, Kohle- und Titandioxid-Filterkuchen. Grundsätzlich verbessert der Vibrationseintrag für alle untersuchten Filterkuchen die Entfeuchtung, wobei der Grad der Verbesserung materialabhängig ist. Durch die Zugabe von groben Magnesiumoxidpartikeln zum fein gefällten Magnesiumoxid gelingt sogar eine höhere Entfeuchtung durch die Vibrationsanwendung.

Guo et al. [103] berichten ebenso von einer gesteigerten mechanischen Entfeuchtung durch einen zusätzlichen vertikalen Vibrationseintrag bei einer Pressverdichtung eines Filterkuchens aus feiner Schlacke, die als Abfallstoff bei der Kohlevergasung anfällt. Die Entfeuchtungswirkung durch die zusätzliche Vibration nimmt mit steigender Frequenz bis 45 Hz zu. Der Verdichtungsmechanismus durch die Überlagerung von Vibration und Pressdruck wird vor allem durch die teilweise Zerstörung grober Partikeln in feinere Partikeln erklärt, die durch initiierte Umlagerungsmechanismen in die Hohlräume zwischen grobe Partikeln wandern und so mehr Flüssigkeit zwischen den Partikeln aus dem Kuchen verdrängt. Trotz des Vibrationseintrags bleibt die mechanische Filterkuchenentfeuchtung durch Verdichtung energetisch günstiger als die thermische Trocknung.

Die Untersuchung des Eintrags einer horizontalen, oszillierenden Scherung bei geringem Pressdruck über eine Platte parallel zur Filterkuchenoberfläche, um Filterkuchen durch Verdichtung weiter zu entfeuchten, steht im Fokus der umfangreichen Arbeiten von Illies et al. [55–57]. Mithilfe einer eigens entwickelten, diskontinuierlichen Laborapparatur (siehe Kapitel 3.1) erfolgt hier die Erfassung des Verdichtungsverhaltens von drei verschiedenen Modellmaterialien unter oszillierender Scherung in Abhängigkeit von Prozessparameter. Für Kaolin, gemahlenen Kalkstein und gefällten Kalkstein ist grundsätzlich ein wesentlicher Beitrag der oszillierenden Scherung zur Filterkuchenverdichtung und -entfeuchtung bei einem sehr geringen Pressdruck bis zu maximal 80 kPa ersichtlich. Für alle Materialien ist eine exponentielle Verdichtungskinetik unter oszillierender Scherung nachweisbar, die beispielhaft für das gefällte Kalksteinmaterial in Abbildung 2.8 abgebildet ist. Aufgrund der vollständigen Sättigung des Filterkuchens während der Vibrationsverdichtung ist eine Evaluierung des Verdichtungszustands auch anhand der Restfeuchte, die darüber hinaus direkte Aussagen über die Entfeuchtung zulässt, neben der Porosität möglich. Mit zunehmender Anzahl der eingetragenen Schwingungen s ausgehend vom Ursprungszustand nach der Kuchenbildung (0 eingetragene Schwingungen) nimmt die Restfeuchte bei konstantem Pressdruck und konstanter Frequenz exponentiell ab, bis ein Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungsgrenzwert im stationären Gleichgewicht erreicht ist. Die Prozesszeiten für

eine signifikante Verdichtungs- und Entfeuchtungswirkung entsprechen für alle Materialien den typischen Betriebszeiten von kontinuierlichen Kuchenfiltrationsapparaten.

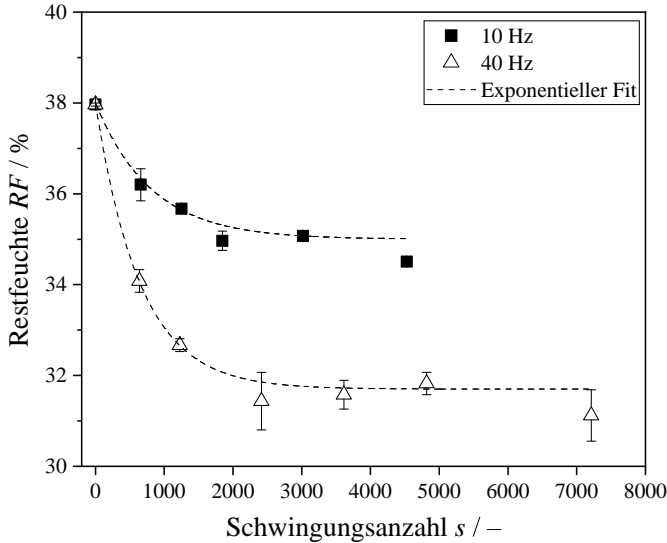


Abbildung 2.8: Verdichtungskinetik von einem gefällten Kalkstein unter oszillierender Scherung bei einer überlagerten Druckdifferenz von 20 kPa und einer Scherlänge von 4,5 mm nach Illies et al. [55]. Die gestrichelte Linie repräsentiert die mathematische Datenanpassung nach Gleichung 2.15.

Für die mathematische Beschreibung des Verlaufs der Restfeuchte RF über der Anzahl der eingetragenen Schwingungen s schlagen Illies et al. [55–57] das einfache Exponentialgesetz in Gleichung 2.15 vor. RF_{∞} ist die minimal erreichbare Restfeuchte nach der Vibrationsverdichtung bei konstantem Pressdruck und konstanter Frequenz. Weitere Anpassungsparameter sind das Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential B , das die Differenz zwischen der Restfeuchte nach der Kuchenbildung $RF(s = 0)$ und der minimal erreichbaren Restfeuchte RF_{∞} nach der Vibrationsverdichtung widerspiegelt, und die charakteristische Schwingungsanzahl ϑ , die ein Maß für die Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungsgeschwindigkeit ist.

$$RF(s) = RF_{\infty} + B \cdot e^{-\frac{s}{\vartheta}} \quad (2.15)$$

Grundlegend führt eine steigende Frequenz zu einer stärkeren Verdichtung. Die Ausprägung der Frequenzabhängigkeit ist stark materialspezifisch. Darüber hinaus zeigt sich, dass nicht die Frequenz f und Scherlänge l_s als Einzelparameter den Verdichtungsprozess entscheiden, sondern vielmehr die mittlere Scherrate $\dot{\gamma}_m$, in der beide Parameter nach Gleichung 2.16 zusammenfließen. Die Gleichung ist angelehnt an das rheologische Zwei-Platten-Modell, wobei die mittlere

Geschwindigkeit v der Platte sich aus der doppelten Scherlänge l_s und der Frequenz f bezogen auf eine vollständige Schwingung zusammensetzt und die anfängliche Filterkuchenhöhe $h_{c,0}$ nach der Kuchenbildung den Plattenabstand h_p ersetzt.

$$\dot{\gamma}_m = \frac{v}{h_p} = \frac{2l_s f}{h_{c,0}} \quad (2.16)$$

Die geringe Erhöhung des überlagerten Pressdrucks von 20 kPa auf 80 kPa, den das angelegte Vakuum in der Vakuumfilterplatte generiert, wirkt sich je nach Material und Frequenz gleichgültig, leicht begünstigend oder einschränkend auf das Verdichtungsergebnis aus. Illies et al. [55–57] erklären den widersprüchlichen Druckeinfluss mit gegenläufigen, materialabhängigen Effekten. Auf der einen Seite nehmen die interpartikulären Haftkräfte und somit der erforderliche Kraftaufwand, um die Haftkräfte zu überwinden, zu [104, 105]. Auf der anderen Seite begünstigt eine höhere Druckdifferenz nach Darcy [71] die Verdrängung der Flüssigkeit aus dem Haufwerk.

Durch vergleichende Pressverdichtungsversuche in einer CP-Zelle erweist sich die Vibrationsverdichtung im Vergleich zur Pressverdichtung für den gemahlenen und gefällten Kalkstein als gering kompressible Materialien als vorteilhafter im Gegensatz zum hochkompressiblen Kaolin hinsichtlich des erzielbaren Verdichtungsresultats. Bei Kaolin verdichtet die reine Pressung ab einem Pressdruck von ca. 300 kPa den Filterkuchen im höheren Maß als die Vibrationsverdichtung. Die Vibrationsverdichtung von gemahlenen Kalksteinfilterkuchen im höheren Frequenzbereich erwirkt erheblich höhere Verdichtungszustände als eine Pressverdichtung bis ca. 700 kPa. Auch für den gefällten Kalkstein ist durch den Vibrationseintrag eine höhere Filterkuchenverdichtung als durch reine Pressung bis 1000 kPa erzielbar. An dieser Stelle ist zu beachten, dass die Versuche lediglich die Pressverdichtung während der Belastung betrachten und somit hier keine elastischen Rückdehnungseffekte in Erscheinung treten.

Eine theoretische Energiebetrachtung der Vibrationsverdichtung legt dar, dass die Energie zur Schwingungserzeugung in der Regel den überwiegenden Anteil der Gesamtenergie der Vibrationsverdichtung ausmacht. Für die Berechnung der Energie zur Schwingungserzeugung verwendet Illies [57] dabei unter Vernachlässigung von elastischen Rückdehnungseffekten als Grundlage die kinetische Energie E_{kin} , die für die Auslenkung des gesamten Filterkuchens durch die Platte notwendig ist. Die kinetische Energie berechnet sich allgemein aus der Gesamtmasse des auszulenkenden Körpers m_{tot} und dessen Geschwindigkeit v gemäß Gleichung 2.17.

$$E_{kin} = \frac{1}{2} m_{tot} \cdot v^2 \quad (2.17)$$

Bei der Vibrationsverdichtung nimmt die Masse des gesamten Filterkuchens im Zuge der Flüssigkeitsverdrängung exponentiell ab. Daher folgt aus dem einfachen Ansatz für die kinetische Energie

die angepasste Gleichung 2.18 unter Verwendung des Exponentialgesetzes nach Gleichung 2.15, der Feststoffmasse m_s des Filterkuchens, der Feststoffdichte ρ_s der Partikeln und der Flüssigkeitsdichte ρ_l der Porenflüssigkeit. Das Exponentialgesetz bezieht sich hierbei aus praktischen Gründen auf die Porenziffer e statt auf die Restfeuchte RF , da die Porenziffer das flüssigkeitsgesättigte Hohlraumvolumen mit dem konstanten Feststoffvolumen ins Verhältnis setzt. Außerdem wird die Geschwindigkeit v analog zur Gleichung 2.16 in Abhängigkeit der Scherlänge l_s und der Frequenz f ausgedrückt, wodurch sich schließlich die Gleichung 2.18 für die Energie E_{osz} ergibt, die für den Eintrag der Schwingungsanzahl s in den Filterkuchen nötig ist.

$$E_{osz}(s) = 2 \cdot \sum_{i=0}^s \left(m_s + m_s \frac{\rho_l}{\rho_s} \cdot \left(e_\infty + B_e \cdot e^{-\frac{s}{\vartheta_e}} \right) \right) \cdot l_s^2 f^2 \quad (2.18)$$

Verdichtungszustände nahe der Verdichtungsgrenze sind nur unter sehr hohem Energieeinsatz erreichbar, da die Energie zur Schwingungserzeugung durch den exponentiellen Verlauf an der Verdichtungsgrenze divergiert. Es empfiehlt sich daher, Parameterkombinationen in der Nähe des steilen exponentiellen Abfalls der Verdichtungskinetik zur Erzielung gewisser Verdichtungszustände vorzuziehen. Geringe Frequenzen erfordern natürlich einen geringen Energieaufwand als hohe Frequenzen für den gleichen Verdichtungszustand, wobei die erforderliche Zeit bei niedrigeren Frequenzen höher ist. Hier gilt es, aufgrund des verringerten Durchsatzes bei höherer Prozesszeit im Hinblick auf den kontinuierlichen Betrieb abzuwägen. Verglichen mit der thermischen Trocknung benötigt die Vibrationsverdichtung um den Faktor 10^3 bis 10^4 weniger Energie. Der Energiebedarf der reinen Pressverdichtung und der Vibrationsverdichtung liegen näherungsweise in der gleichen Größenordnung. Für niedrigere Frequenzen besitzt die Vibrationsverdichtung leichte energetische Vorteile im Vergleich zur Pressverdichtung, wohingegen bei höheren Frequenzen die Vibrationsverdichtung etwas mehr Energie als die Pressverdichtung beansprucht.

Eine Rissflächenanalyse basierend auf aufgenommenen Rissbildern von der Filterkuchenoberfläche veranschaulicht, dass die Vibrationsverdichtung mit zunehmender Frequenz die Rissbildung während einer anschließenden Untersättigung minimiert. Die Rissbildung ist durch die Vibrationsverdichtung nicht vollständig vermeidbar. Die Gründe dafür sind eine deutlich geringere Verdichtung im Randbereich der Filterkuchenfläche sowie kleinere Beschädigungen der Filterkuchenoberfläche durch den Vibrationseintrag. Darüber hinaus löst vermutlich eine unterschiedliche Festigkeit parallel und senkrecht zur Schwingungsrichtung durch den gerichteten Schwingungseintrag analog zu Kitsunezaki et al. [106] eine Rissbildung aus. Insgesamt stellen die Arbeiten von Illies et al. [55–57] fest, dass der Einsatz der Vibrationsverdichtung zur verbesserten Entfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen aussichtsreich ist.

2.4 Apparative Umsetzung der Kuchenfiltration

Für die industrielle Umsetzung der Kuchenfiltration stehen eine Vielzahl verschiedener Apparate zur Verfügung. Aufgrund der hohen realisierbaren Durchsätze sind kontinuierliche, vakuumbasierte Kuchenfiltrationsapparaten wie Band-, Trommel-, Scheiben- oder Tellerfilter die bevorzugte Wahl. Horizontale Bandfilter kommen vor allem dann zum Einsatz, wenn eine intensive Waschung des Filterkuchens gewünscht ist, und zeichnen sich durch eine hohe Sichtbarkeit der gesamten Prozessschritte infolge der offenen Bauweise aus, was bei der Prozessoptimierung und Fehlerbehebung von Vorteil ist [12, 24]. Ferner sind Bandfilter in der Fest-Flüssig-Trennung aufgrund der einfachen, robusten Bauweise, der Filtration in Schwerkraftrichtung und der geringen Betriebs- und Wartungskosten beliebt [2, 11, 13]. Die Abbildung 2.9 zeigt einen klassischen Bandfilter.

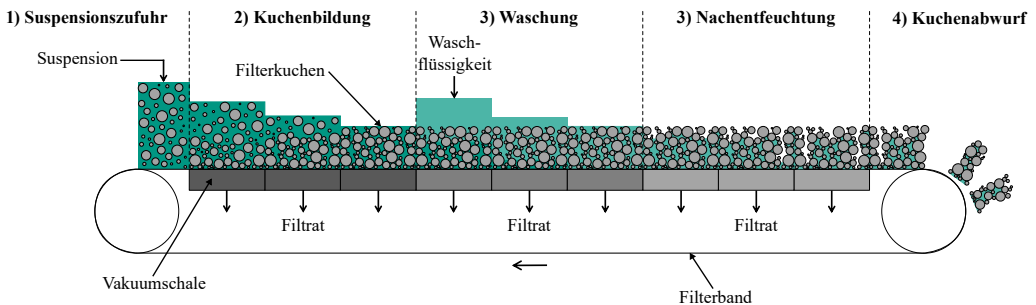


Abbildung 2.9: Vereinfachte Darstellung eines Bandfilters.

Charakteristisch für einen Bandfilter ist das Filtermedium, das sich als kontinuierlich umlaufendes Band über feststehende Schalen bewegt. In den Schalen wird ein Unterdruck angelegt, woraus sich eine treibende Druckdifferenz für die verschiedenen Prozessschritte ergibt. Im vorderen Bereich des Bandfilters erfolgt die Suspensionsaufnahme. Durch die angelegte Druckdifferenz bildet sich ein Filterkuchen auf dem Filterband, bis der vollständig gesättigte Kuchen die ersten Vakuumschalen, die die Kuchenbildungszone darstellen, verlässt. Das Filtrat wird durch den Unterdruck in den Vakuumschalen abgeführt. Anschließend kommt es auf den folgenden Vakuumschalen zur optionalen Filterkuchenwaschung. Eine beaufschlagte Waschflüssigkeit verdrängt hier die Mutterflüssigkeit im Filterkuchen. Nach Abschluss der Waschung findet auf den Vakuumschalen im hinteren Bereich üblicherweise eine Nachentfeuchtung des Filterkuchens durch Untersättigung mittels des angelegten Gasdifferenzdrucks statt, bevor der Filterkuchen abschließend vom umlaufenden Filterband abgeworfen wird. Die Filterbandbewegung kann sowohl vollkontinuierlich oder auch quasi-kontinuierlich geschehen. Bei einer quasi-kontinuierlichen Bandbewegung spricht man von einem sogenannten Taktbandfilter, bei dem sich das Filtermedium schrittweise über die feststehenden Vakuumschalen bewegt. Während des Stillstands des Filterbands laufen die einzelnen

Prozessschritte ab. Beim Bandtransport sind die Prozesse bis auf die Suspensionszufuhr unterbrochen. Der Vorteil dieser Betriebsweise ist die Maximierung der Wasch- und Entfeuchtungseffizienz aufgrund des Ablaufs während des Bandstillstands, da dadurch eine Pfropfenströmung für die Waschflüssigkeit und das Gas möglich ist [40].

Aufgrund der geringen realisierbaren Druckdifferenz von maximal 80 kPa stoßen Bandfilter vor allem bei feinkularen Systemen, die in der industriellen Anwendung mittlerweile eine bedeutende Rolle einnehmen, hinsichtlich der Entfeuchtungseffizienz an ihre Anwendungsgrenze [11–14, 16, 17]. Bei feinen Materialien reicht die Druckdifferenz oft nicht aus, um den kapillaren Eintrittsdruck des Filterkuchens zu übertreffen und somit den Filterkuchen nach der Kuchenbildung durch einen Gasdifferenzdruck nachzuentfeuchten. Außerdem tritt bei solchen Materialien die unerwünschte Rissbildung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung auf, die die Betriebskosten erhöht und die Entfeuchtungseffizienz einschränkt (siehe Kapitel 2.3.1). Gösele et al. [38] ordnen auf Grundlage von empirischen Daten das Anwendungsspektrum der Vakuumfiltration für wässrige Suspensionen näherungsweise in den Bereich von höhenspezifischen Filterkuchenwiderständen von 10^{11} bis 10^{14} ein. Für feinkuläre Suspensionen mit höheren Filterkuchenwiderständen sind laut den Autoren eher Druckfilterapparate zur Kuchenfiltration vorzuziehen. Für diesen Fall ist die diskontinuierliche Kammerfilterpresse als typischer Druckfilter, die in Abbildung 2.10 gezeigt ist, ein passender Kuchenfiltrationsapparat.

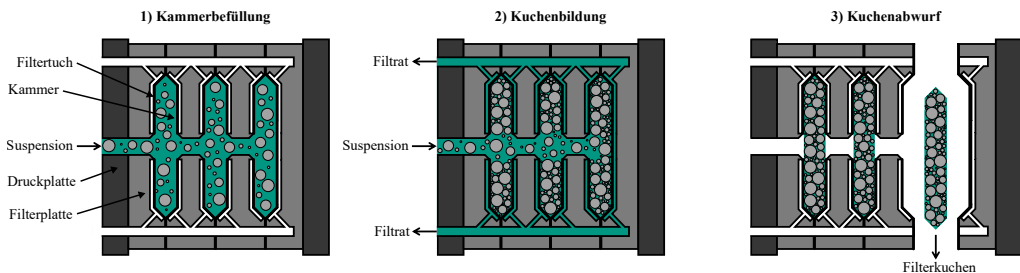


Abbildung 2.10: Schematische Illustration einer Kammerfilterpresse.

Die Kammerfilterpresse besteht aus einer Vielzahl von starren Filterplatten, die zwei Druckplatten in einer Reihe zusammenhalten. Infolgedessen entstehen Kammern zwischen den Filterplatten, die auf beiden Seiten mit einem Filtertuch bespannt sind. Durch ein mittiges Loch in jeder Filterplatte fördert eine Pumpe die Suspension in die Kammern. Die Suspensionspumpe bringt den erforderlichen Filtrationsdruck hydraulisch auf, der erheblich höher als der maximale Differenzdruck eines Bandfilters ist. Das Filtrat fließt durch das Filtermedium und ein Ablaufsystem in den Filterplatten aus der Kammerfilterpresse, während sich in den Kammern ein Filterkuchen aufbaut. Abschließend unterbricht die Pumpe die Suspensionsförderung in die Kammern und der Filterkuchen fällt nach Öffnen der Filterplatten aus der Kammerfilterpresse durch die Schwerkraft nach unten. Nach

der Filtertuchreinigung und Schließen der Kammern beginnt der Filtrationsvorgang von vorne. Flexible Membranplatten, die – pneumatisch oder hydraulisch betrieben – den Filterkuchen nach der Filterkuchenbildung weiter mechanisch auspressen, können die Filterkuchenentfeuchtung steigern, wobei die höheren Investitionskosten für die Membranplatten zu bedenken sind [29, 40]. Zwar ist eine immense Filterkuchenentfeuchtung durch die hohen Filtrationsdrücke in Filterpressen machbar, allerdings ist der Durchsatz gegensätzlich zum Bandfilter aufgrund der diskontinuierlichen Betriebsweise im Allgemeinen und der aufwendigen Filtertuchreinigung, die die Zykluszeit erhöht, limitiert [12].

Alternativ gibt es auch kontinuierliche Pressfilterapparate, die gesteigerte Entfeuchtungsergebnisse durch eine Pressfiltration bei hohen Drücken wie bei Filterpressen und die kontinuierliche Betriebsweise wie bei Bandfiltern verbinden. In diesem Zusammenhang sind vor allem Bandfilterpressen, die in der Abwasseraufbereitung [48] und Saftgewinnung [4] Anwendung finden, zu nennen. Die Suspension wird bei einer Bandfilterpresse zwischen zwei parallel umlaufende Filterbänder geführt, woraus ein Filterkuchen durch den Druck der beiden Bänder resultiert. Das engere, keilförmige Zusammenführen der beiden Bänder entfeuchtet den Filterkuchen unter zunehmenden Pressdruck weiter. Die abschließende Leitung der beiden Bänder mit dem dazwischen liegenden Filterkuchen über mehrere Walzen erzeugt eine Differenzgeschwindigkeit zwischen den Bändern, die dem Filterkuchen durch Scherung unter hohem Pressdruck weiter Flüssigkeit entzieht.

Ein weiterer kontinuierlicher Pressfilterapparat stellt der Pressfilterautomat dar, der aus übereinander gestapelten, horizontalen Filterkammern besteht, durch die sich ein umlaufendes Filtertuch mäanderförmig schrittweise ähnlich zum Taktbandfilter bewegt. In einem Zyklus erfolgt die Filtration und Filterkuchenentfeuchtung analog zur Filterpresse in den Kammern, bis die Kammern öffnen und das Filterband den Filterkuchen aus der Kammer transportiert. Dieser Apparat als Kombination aus automatisierter Filterpresse und Taktbandfilter weist trotz starker Entfeuchtungseffizienz jedoch hohe Anschaffungskosten im Vergleich zu Bandfiltern oder Filterpressen auf [11, 12, 107].

Eine neue Technologie sind die von Höfgen et al. [49] entwickelten High Pressure Dewatering Rolls als kontinuierlicher Pressfilterapparat. Der Apparat umfasst zwei gegenläufig drehende, halbdurchlässige Walzen, die unter hohen Pressdrücken von 500 und 4000 kPa gegeneinander gepresst sind. Nach Aufgabe der Suspension von oben auf die Walzenoberfläche formt sich ein Filterkuchen auf der Oberfläche der Walzen, die unter Vakuum stehen. Die Walzen transportieren den geformten Filterkuchen durch den engen Spalt zwischen ihnen, wodurch der Filterkuchen eine Nachentfeuchtung durch Verdichtung bei hohen Pressdrücken und stetiger Scherung, generiert durch die unterschiedliche Drehgeschwindigkeit der Walzen, erfährt. Das angelegte Vakuum in den Walzen führt das Filtrat ab. Versuche mit Papierzellstoffsuspensionen weisen eine Verbesserung der Filterkuchenentfeuchtung durch den stetigen Schereintrag nach. Für Suspensionen aus Fasern

aus dem Kraft-Aufschluss oder aus Aluminiumschlamm sind die Entfeuchtungsleistungen der High Pressure Dewatering Rolls sogar höher als bei Fest-Flüssig-Trennapparaten in der industriellen Anwendung. Der neuartige Apparat erwirkt für eine Zellstoff-, Calciumcarbonat- und Mikroalgensuspensionen eine gleiche Entfeuchtung wie die bestehenden Trennapparate in der industriellen Anwendung. Hinsichtlich des Durchsatzes kann der Apparat für alle Materialien bis auf den Aluminiumschlamm mit industriell etablierten Apparaten konkurrieren. Trotz der positiven Entfeuchtungswirkung des Apparats ist die industrielle Eignung fraglich, da eine Energiebetrachtung noch aussteht.

Um die Vorteile des kontinuierlichen Bandfilters dennoch zu nutzen, bestehen darüber hinaus zusätzlich installierte, mechanische Pressvorrichtungen auf Bandfiltern, um deren nachteilige Entfeuchtungswirkung für feinputikuläre Suspensionen auszugleichen. Statt der Gasdifferenzdruckentfeuchtung, die für feine Produkte oftmals nicht wirksam ist, sorgen im hinteren Bereich des Bandfilters implementierte Vorrichtungen für eine Nachentfeuchtung des feinen, kompressiblen Filterkuchens durch eine Verdichtung bei einem hohen Pressdruck. Dazu zählen Pressbänder, Pressmembranen oder aufblasbare Druckkissen [11, 39, 40]. Problematisch ist hierbei, dass die erforderlichen Pressdrücke je nach Material zur signifikanten Entfeuchtung [30] oder zur Vermeidung der Rissbildung bei einer nachgeschalteten Gasdifferenzdruckentfeuchtung [23] sehr hoch ausfallen. Die hohen Pressdrücke erfordern jedoch eine extra, kostspielige Auslegung des Bandfilters aufgrund der enormen Belastung der Apparatekomponenten, die von der gewöhnlichen, einfachen Dimensionierung, die den Bandfilter ausmacht, abweicht. Eine nachträgliche Modifizierung von einfachen, bestehenden Bandfiltern mit Pressverdichtungs- und Vorrichtungen ist bei solch hohen Pressdrücken daher nicht lohnenswert. Dies betont den Bedarf nach modularen Vorrichtungen zur Verbesserung der Filterkuchenentfeuchtung, die auf neuen und bestehenden Bandfiltern mit einer einfachen Bauweise umsetzbar sind.

Ein Ansatz, der in diese Lücke stößt, ist ein für vollkontinuierliche Bandfilter nachrüstbarer Gummiflapper, von dem Bickert und Vince [50] berichten. Der Gummiflapper umfasst mehrere, flache Gummimatten, die an einem Ende mit einer Welle verbunden sind. Durch die rotierende Welle schlagen die flexiblen Gummimatten flach auf den Filterkuchen zur Filterkuchenverdichtung und -entfeuchtung durch einen Pressdruck bei gleichzeitiger stetiger Scherung. Die Implementierung der einfachen Gummiflappervorrichtung auf einem horizontalen Vakuumbandfilter mindert die Restfeuchte von einem Kohlefilterkuchen um ca. 2 Prozentpunkte.

Hinsichtlich der Nutzung von Vibrationen zur verbesserten Entfeuchtung von Filterkuchen auf bestehenden Bandfiltern existiert die Veröffentlichung von Whatnall et al. [54]. Die Arbeit prüft die Nachrüstung eines existierenden, vollkontinuierlichen Pilotbandfilters mit drei hintereinander folgenden Walzen, die bei einem geringen Pressdruck durch das Walzengewicht vertikale Vibrationen senkrecht zur Filterkuchenoberfläche in den Filterkuchen einleiten, hinsichtlich der

ergänzenden Entfeuchtungswirksamkeit. Die als Viper Technology bezeichnete Vorrichtung, für die ein Patent [108] vorliegt, senkt die Restfeuchte von zwei Gold-Tailings-Filterkuchen um 4,2 bzw. 5,7 Prozentpunkte im Vergleich zum konventionellen Betrieb ohne die Vorrichtung. Daneben liegt noch ein Patent [109] vor, das eine Vibrationsvorrichtung zur besseren Fest-Flüssig-Trennung von feinen, thixotropen Filterkuchen auf einem bereits existenten Vakuumtrommelfilter schildert. Ein Schwingkörper mit einer Finnen- oder Noppenstruktur taucht in den oberen Filterkuchenbereich ein und trägt Schwingungen senkrecht oder parallel zur Filterkuchenoberfläche ein. Das Prinzip beruht auf der Thixotropie des Filterkuchens. Der Schwingungseintrag refluidisiert laut den Erfindern den Filterkuchen, was zu einer Absenkung der Viskosität und damit des Durchströmungswiderstands führt und so mehr Flüssigkeit aus dem Filterkuchen durch die angelegte Druckdifferenz entfernt. Die Refluidisierung ist mit einer Partikelumlagerung gleichzusetzen, die zwischen den Partikeln gespeicherte Flüssigkeit zum Abführen aus dem Kuchen infolge der Druckdifferenz zugänglicher macht. In einem Vergleichsbeispiel mit einem Titandioxid-Filterkuchen erniedrigt die Vorrichtung die Restfeuchte um 2,5 Prozentpunkte im Gegensatz zur gewöhnlichen Betriebsweise. Eine wissenschaftliche Auseinandersetzung mit dem Verfahren ist nicht bekannt.

3 Experimentelle Vorrichtungen und Methoden¹

Das vorliegende Kapitel stellt den Aufbau, die Versuchsdurchführung und die Versuchsbedingungen der eingesetzten experimentellen Vorrichtungen vor. Des Weiteren beschreibt das Kapitel die relevanten Parameter zur Charakterisierung der Filterkucheneigenschaften und deren Messmethodik.

3.1 Vibrationsverdichtung im diskontinuierlichen Labormaßstab

Um den Verdichtungsmechanismus von Filterkuchen durch die oszillierende Scherung als mechanische Entfeuchtungsmethode weiter aufzuklären, steht die von Illies et al. [55] entwickelte und im Detail beschriebene Apparatur im diskontinuierlichen Labormaßstab in Abbildung 3.1 bereit. Der Ausgangspunkt zur Erzeugung der oszillierenden Scherbewegung ist die vom Elektromotor M2VA71B2 (Fa. ABB Ltd) generierte Rotationsbewegung. Ein Exzenter, der eine Exzentrizität e_e von 3 mm aufweist, und ein Pleuel wandeln die Rotationsbewegung in eine vertikale Schwingbewegung um. Der Pleuel ist mit einem drehbar gelagerten L-Hebel an der horizontalen Seite verbunden. An der vertikalen Seite des L-Hebels ist ein Stößel montiert. Daraus ergibt sich aus der vertikalen Schwingbewegung des Pleuels eine horizontale Schwingbewegung des Stößels. Die Scherlänge l_s der horizontalen, oszillierenden Stößelbewegung leitet sich nach Gleichung 3.1 aus der Exzentrizität e_e des Exzenters und den Abständen s_1 und s_2 zwischen dem Drehpunkt des L-Hebels und der Montageposition vom Pleuel bzw. Stößel ab.

$$l_s = 2e_e \cdot \frac{s_2}{s_1} \quad (3.1)$$

¹ Teile dieses Kapitels sind aus Yildiz et al. [110–112]. Die Verwendung der übersetzten und angepassten Abbildungen 3.1 und 3.2 aus Yildiz et al. [110] © 2023 in diesem Kapitel ist dankenswerterweise von Informa UK Limited handelnd als Taylor & Francis Group (<http://www.tandfonline.com>) genehmigt.

Da sich an der vertikalen Seite des L-Hebels mehrere Bohrungen, an denen der Stößel montierbar ist, befinden, ist der Abstand s_2 und damit die Scherlänge variabel. Die Scherlänge ist hingegen in jedem Versuch im Rahmen dieser Arbeit konstant bei 4,5 mm. Die Frequenz ist bis maximal 50 Hz über einen Frequenzumrichter, der den Elektromotor steuert, veränderbar.

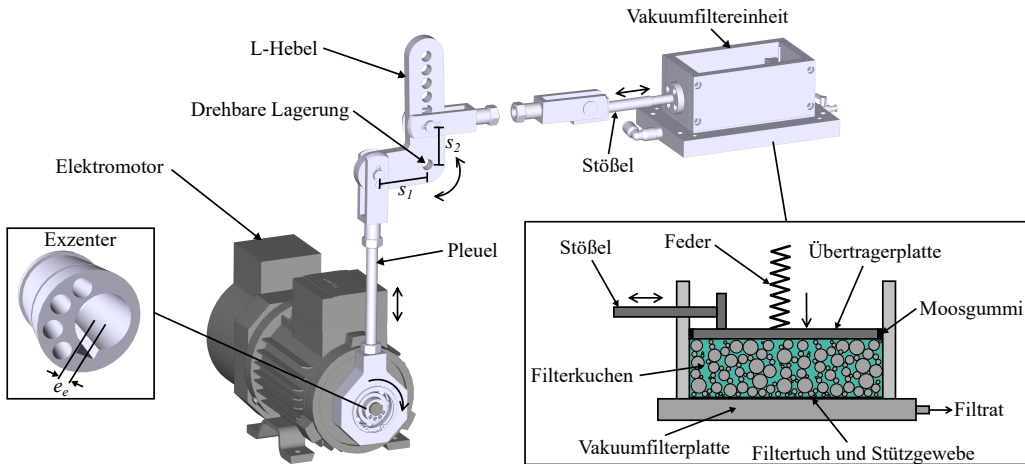


Abbildung 3.1: Von Illies et al. [55] entwickelte, diskontinuierliche Laborapparatur zur Verdichtung von Filterkuchen durch oszillierende Scherung bei einem geringen Pressdruck.

Die Bildung des zu verdichtenden Filterkuchens geschieht auf einer Vakuumfilterplatte mit einer rechteckigen Filterfläche von 72 cm^2 . Das monofilamentale Nylonfiltertuch SEFAR NITEX® 03/5-1 (Fa. SEFAR AG) mit einer Maschenweite von $5 \mu\text{m}$ dient vorwiegend als Filtertuch auf einem Edelstahlstützgewebe mit einer Maschenweite von 1 mm (Fa. GKD – Gebr. Kufferath AG). Nach Einfüllen der Suspension in die Vakuumfiltereinheit und durch das Anlegen eines Unterdrucks in der Filterplatte bildet sich ein Filterkuchen bei einer Druckdifferenz von ca. 80 kPa. Die Vakuumpumpe UNO 6 (Fa. Pfeiffer Vacuum Technology AG) sorgt für den Unterdruck in der Vakuumfilterplatte. Die Filtration gilt als beendet, sobald der Flüssigkeitsspiegel die Filterkuchenoberfläche bei ca. 50 % der Filtrationsfläche – optisch durch den Anwender beobachtet – erreicht. In diesem Fall wird die Vakuumversorgung der Filterplatte unterbrochen und die Filterplatte belüftet. Das zugegebene Suspensionsvolumen wird so angepasst, dass ein Filterkuchen bei einer einheitlichen Filterkuchenhöhe von ca. 8 mm entsteht.

Im Anschluss an die Kuchenbildung trägt eine Überträgerplatte, die mit dem Stößel verbunden ist und auf den Filterkuchen platziert wird, eine oszillierende Scherung in den Filterkuchen parallel zur Filterkuchenoberfläche ein. Während des Eintrags der oszillierenden Scherung liegt weiterhin eine Druckdifferenz von 80 kPa durch einen Unterdruck in der Vakuumfilterplatte an, um die Drainage

der verdrängten Flüssigkeit zu unterstützen und die Flüssigkeit nach unten über die Filterplatte abzuführen. Der Unterdruck in der Vakuumfilterplatte saugt außerdem die aufliegende Platte an den Kuchen an, was einen Pressdruck, der den Schwingungseintrag überlagert, hervorruft. Eine Feder, die ein vollständig ausgefahrener Pneumatikzylinder deformiert, stellt einen definierten Kontakt zwischen Filterkuchen und Platte sicher und leistet mit dem Eigengewicht der Platte einen geringen Beitrag zum vibrationsüberlagerten Pressdruck in Höhe von ca. 3 kPa. Nachdem die definierte Verdichtungszeit abgelaufen ist oder die festgelegte Anzahl eingetragener Schwingungen erreicht ist, erfolgt das Ausschalten des Elektromotors, die Belüftung der Filterplatte und die Entspannung der Feder durch Hochfahren des Pneumatikzylinders. Das monofilamentale Nylonfiltertuch SEFAR NITEX® 03/5-1 (Fa. SEFAR AG) bedeckt ferner die Unterseite der Übertragerplatte, um eine rückstandslose Ablösung des Filterkuchens nach dem Entfernen der Übertragerplatte zu gewährleisten. Die Charakterisierung der Filterkucheneigenschaften nach verschiedenen Prozessschritten auf der Vakuumfilterplatte erfolgt anhand einer Filterkuchenprobe, die mittels eines zylindrischen Probennehmers mit einer Querschnittsfläche von $1,13 \text{ cm}^2$ (siehe Abbildung 3.3 (a)) genommen wird. Die Probenahme findet mittig im Bereich, den die Transferplatte abdeckt, statt. Eine Analyse der Filterkucheneigenschaften auf Grundlage des gesamten Filterkuchens ist nicht zielführend, da der Randbereich des Filterkuchens, der nicht vollständig von der oszillierenden Übertragerplatte bedeckt ist, eine geringere Verdichtung erfährt und so das eigentliche Verdichtungsergebnis verfälscht. Diese Betrachtung ist gerechtfertigt, da mit Blick auf einen großen, industriellen Filterapparat der Randbereich im Vergleich zur Filtrationsfläche vernachlässigbar gering ist. Da die Filterkuchenoberfläche nicht ideal eben ist, misst der Laserabstandssensor LK-GK517 (Fa. KEYENCE Deutschland GmbH) nach dem Prinzip der Lasertriangulation die Filterkuchenhöhe h_c an fünf verschiedenen Positionen des Filterkuchens wie bei Wiedemann [23]. Der Mittelwert aus den fünf gemessenen Höhen repräsentiert die angenommene Filterkuchenhöhe h_c . Bei erheblicher Untersättigung des Filterkuchens misst der Laserabstandssensor fehlerhafte Kuchenhöhen. Für diesen Fall kommt für die Kuchenhöhenmessung die mechanische Präzisionsmessuhr GM 80/100 (Fa. Käfer Messuhrenfabrik GmbH & Co. KG) zur Anwendung.

Es ist zu beachten, dass im Randbereich keine vollständige Abdeckung durch die Übertragerplatte und das Moosgummi vorhanden ist, sodass eine gleichzeitige Gasdifferenzdruckentfeuchtung grundsätzlich möglich ist. Für den Großteil der Materialien setzt bei einer Druckdifferenz von 80 kPa jedoch keine Untersättigung ein, da diese Druckdifferenz den kapillaren Eintrittsdruck nicht überschreitet. Nur bei wenigen Materialien tritt eine Untersättigung bei der Druckdifferenz von 80 kPa ein. In diesem Fall fällt die Wahl auf eine niedrigere vibrationsüberlagerte Druckdifferenz, bei der gerade so eine Untersättigung auszuschließen ist. Damit ist sichergestellt, dass die mechanische Entfeuchtung nach der Kuchenbildung allein auf die Vibrationsverdichtung zurückzuführen ist. Lediglich eine Kuchenschrumpfung im Normalbereich bei vollständiger Kuchensättigung, die vermutlich kaum zur Entfeuchtung beiträgt, ist weiterhin denkbar.

3.2 Pressverdichtung in der Kompressions-Permeabilitätszelle (CP-Zelle)

Die CP-Zelle in Abbildung 3.2 ermöglicht die Untersuchung der uniaxiale Pressverdichtung von Filterkuchen bei unterschiedlichen Drücken. Alles [31] beschreibt den Aufbau und die Handhabung der selbst entwickelten Apparatur ausführlich.

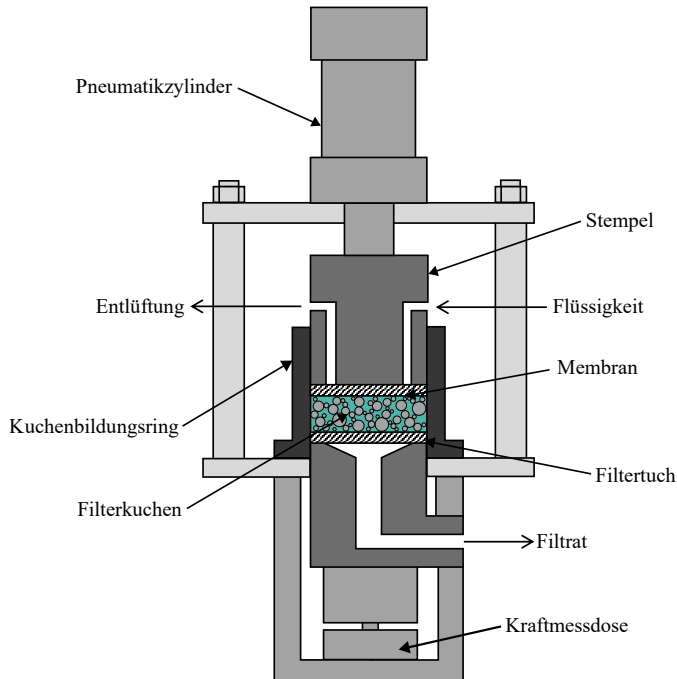


Abbildung 3.2: Vereinfachte Darstellung der von Alles [31] entworfenen CP-Zelle.

Das Kernstück der Apparatur ist der Kuchenbildungsring mit einer Filterfläche von $51,5 \text{ cm}^2$, in der die Kuchenbildung und Pressverdichtung des Filterkuchens stattfindet. Unterhalb des Kuchenbildungsring befindet sich ein Filtratablaufboden, auf dem ein Edelstahllochblech mit einer Lochgröße von $240 \mu\text{m}$ und ein Stützgewebe aus Polypropylen (Fa. SEFAR AG) mit einer Porengröße von $54 \mu\text{m}$ aufliegt. Das Lochblech mit dem Stützgewebe sind mit dem monofilamenten Nylonfiltertuch SEFAR NITEX® 03-5/1 (Fa. SEFAR AG) analog zur vorgestellten Vibrationsapparatur bespannt. Ein Stempel komprimiert den Filterkuchen in dem Kuchenbildungsring bei verschiedenen Pressdrücken, die über einen Pneumatikzylinder, der an den Stempel verbunden ist, veränderbar sind. Der elektrische Positionssensor TLH 100 (Novotechnik Messwertaufnehmer OHG) misst sekundlich die Stempelposition, woraus sich die Kuchenhöhe h_c des Filterkuchens

während der Verdichtung ableitet. Als Kuchenhöhe h_c wird der Mittelwert aus den letzten zehn Kuchenhöhenmessungen in der Pressstufe angenommen. Zwischen Stempel und Filterkuchen befindet sich das gleiche Lochblech und Stützgewebe wie zwischen dem Filtertuch und dem Filtratablaufboden, wobei die Stützschiene statt mit dem Filtertuch mit der hydrophilen Membran SUPOR® 100 (Fa. Pall Corporation) mit einer Porengröße von 0,1 μm ausgestattet ist.

Um die Filterkuchenkompressibilität mittels der Materialfunktion nach Tiller et al. [93] in Gleichung 2.13 zu charakterisieren, ist die Erfassung der Porosität ϵ des Filterkuchens in Abhängigkeit des Pressdrucks p_p in einem Standardtest ähnlich zu Alles [31] oder Illies [57] vonnöten. Hierfür wird die Suspension in den Kuchenbildungsring gefüllt. Anschließend erfährt der Filterkuchen eine stufenweise Pressverdichtung durch den Stempel bei Pressdrücken von anfangs ca. 80 kPa bis zu ca. 900 kPa. Die Kompaktierungszeit in jeder Pressstufe ist für jedes Material auf 60 min festgelegt, um das Erreichen des stationären Verdichtungsgleichgewichts sicherzustellen. Die Gleichgewichtsporosität eines Sediments, das sich aus einem Sedimentationsversuch mit der Suspension in einem Standzylinder im Erdschwerefeld ergibt, nähert übereinstimmend zu Reichmann und Tomas [41], Alles [31] und Illies [57] die Porosität ϵ_0 des unbelasteten Haufwerks an.

Die CP-Zelle dient ebenso dafür, den Filterkuchenwiderstand r_c nach der Kuchenbildung bei 80 kPa zum Vergleich der Filtrierbarkeit der Materialien zu bestimmen. Vollentsalztes Wasser durchströmt bei einem Druck von 20 kPa über den Stempel den gebildeten Filterkuchen. Die Messung des zeitlichen Flüssigkeitsvolumens, das unterhalb des Filterkuchens anfällt, liefert mithilfe des Darcy-Gesetzes [71] in Gleichung 2.1, der Gleichung 2.2 und der Gleichung 2.3 den höhenspezifischen Filterkuchenwiderstand r_c . Ein äquivalenter Durchströmungsversuch nach dem gleichen Vorgehen ohne Filterkuchen ermittelt den Filtermediumswiderstand R_m , der das Filtertuch und die Membran einschließt. Die benötigte Kuchenhöhe h_c ergibt sich aus der Positionsmessung des Stempels.

Weitere Untersuchungen mit der CP-Zelle umfassen die Pressverdichtung von zuvor unter Vakuum gebildeten Filterkuchen, um die Nachentfeuchtung durch Pressvorrichtungen nach der Kuchenbildung auf Bandfiltern (siehe Kapitel 2.4), die den Maßstab für die alternative Vibrationsverdichtung auf einem Bandfilter darstellen, nachzubilden. Dazu gehört auch die Betrachtung des Filterkuchenzustands nach der Belastung unter Berücksichtigung von elastischen Rückdehnungseffekten des kompressiblen Filterkuchens, die zu einer Wiederbefeuchtung des Filterkuchens durch im Filtertuch gespeicherte Flüssigkeit führen kann (siehe Kapitel 2.3.2). Im realen Betrieb von Bandfiltern wird der Filterkuchen nämlich für den Kuchenabwurf vom Filterband oder aus der Filterkammer wieder entlastet. Diese Betrachtung ist ebenso relevant für Filterpressen, die in Konkurrenz zum Bandfilter stehen und ebenfalls einen Maßstab für die Vibrationsverdichtung auf einem Bandfilter repräsentieren. Hier können auch Rückdehnungs-

und Wiederbefeuchtungseffekte des kompressiblen Filterkuchens durch die Entlastung nach dem Abschalten der Suspensionspumpe und dem Öffnen der Filterkammern für den Filterkuchenabwurf auftreten. Im Hinblick auf Filterpressen ist jedoch zu bedenken, dass sich die Aufbringung des Pressdrucks in der CP-Zelle durch einen Stempel leicht von der Filterpresse, bei der die Suspensionspumpe den Pressdruck hydraulisch erzeugt, unterscheidet.

Nach Einfüllen der Suspension in den Kuchenbildungsring formt eine Druckdifferenz von 80 kPa, die die Vakuumpumpe UNO 6 (Fa. Pfeiffer Vacuum Technology AG) durch einen Unterdruck im Filtratablaufboden aufbringt, gleichartig zum Vibrationsapparat in Kapitel 3.1 einen Filterkuchen. Darauf folgt die Pressverdichtung bei einem Druck von ca. 100, 500 und 900 kPa des gebildeten Kuchens durch den Stempel. Die Presszeit beträgt 120 s, da sich nach dieser Zeit die Kuchenhöhe durch Annäherung des Verdichtungs-gleichgewichts nicht mehr signifikant ändert. Zudem liegt die festgelegte Zeit in einem Zeitfenster, das in dem Betrieb von Bandfiltern für diesen Prozessschritt üblicherweise zur Verfügung steht. Während des Pressvorgangs ist ebenfalls Vakuum im Filtratablaufboden üblicherweise mit einer Druckdifferenz von 80 kPa angelegt, um die durch die Pressung entfernte Flüssigkeit aus dem Kuchen nach unten in Richtung des Filtratablaufbodens abzuführen. Die Wahl der überlagerten Druckdifferenz ist analog zur Vibrationsverdichtung in Kapitel 3.1, sodass während der Pressverdichtung von einer vollständigen Sättigung des Filterkuchens auszugehen ist. Nachdem die Presszeit abgelaufen ist, fährt der Stempel nach oben und der Filtratablaufboden wird belüftet. Gegensätzlich zu dem Vorgehen zur oben erwähnten Charakterisierung der Kompressibilität ist nicht nur der Verdichtungs-zustand während der Belastung, sondern auch nach der Belastung Teil der Analyse. Aus diesem Grund erfolgt hier für jeden Pressdruck ein Einzelversuch und keine stufenweise Erhöhung des Pressdrucks in einem Versuch. Die Basis für die Bestimmung des Gesamtfilterkuchenzustands nach der Belastung ist der komplette Filterkuchen in der CP-Zelle, da hier keine Randeffekte wie bei der Vibrationsverdichtung in der Laborapparatur auftreten. Die Messung der Filterkuchenhöhe nach der Pressverdichtung ist deckungsgleich mit derjenigen der Filterkuchenprobe aus der Vibrationsanlage (siehe Kapitel 3.1).

3.3 Apparatur zum Schneiden von Filterkuchen

Das Schneiden einer Filterkuchenprobe in mehrere Schichten erlaubt die Analyse der Partikelgrößenverteilung innerhalb des Filterkuchens und des Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungszustands über die Kuchenhöhe. Die Vorrichtung in Abbildung 3.3 (b), die auf derjenigen von Anlauf [82] basiert, dient zum Schneiden von Filterkuchenproben, die durch den zylindrischen Probenehmer mit einer Querschnittsfläche von $1,13 \text{ cm}^2$ aus der Vakuumfilterplatte der Vibrationsapparatur oder der CP-Zelle entnommen werden. In Abbildung 3.3 (a) ist die Entnahme der Filterkuchenprobe

mit dem Probenehmer aus der Vakuumfilterplatte schematisch illustriert. Nach Einspannen des Probenehmers in die Vorrichtung mit Schrauben fährt ein Stempel, den ein Handrad antreibt, aus und schiebt den Filterkuchen in definierten Schichtdicken, gemessen durch den Laserabstandssensor LK-GG157 (Fa. KEYENCE Deutschland GmbH), aus dem Probenehmer. Die mittels eines Skalpells herausgeschnittenen Schichten werden anschließend hinsichtlich der Partikelgrößenverteilung oder des Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungszustands untersucht. Die Schichtdicke für die Partikelgrößenanalyse innerhalb des Filterkuchens, um die durch die Verdichtung induzierte Partikelumlagerung und den Erhalt der Partikelgrößenverteilung zu erfassen, beträgt 1 mm. Kleinere Schichtdicken sind mit der Apparatur nicht möglich. Um den Entfeuchtungs- bzw. Verdichtungszustand nach der Kuchenbildung, der Pressung in der CP-Zelle und dem Vibrationseintrag über die Kuchenhöhe zu betrachten, liegt die minimale Schichtdicke je nach Material bei ca. 2 bis 4 mm. Das Beurteilungsmaß des Entfeuchtungs- und Verdichtungszustands des Filterkuchens ist die Restfeuchte (siehe Kapitel 3.4.3). Da bei zu dünnen Schichten die Probenmasse und der Flüssigkeitsanteil der herausgeschnittenen Schicht sehr gering ausfallen, können nicht zu vernachlässigbare Verdunstungseffekte zwischen Probenahme und Restfeuchteanalyse auftreten. Dies erfordert daher abhängig vom allgemeinen Restfeuchteniveau im Filterkuchen des Materials höhere Schichtdicken im Bereich von ca. 2 bis 4 mm beim Schneiden der Filterkuchen.

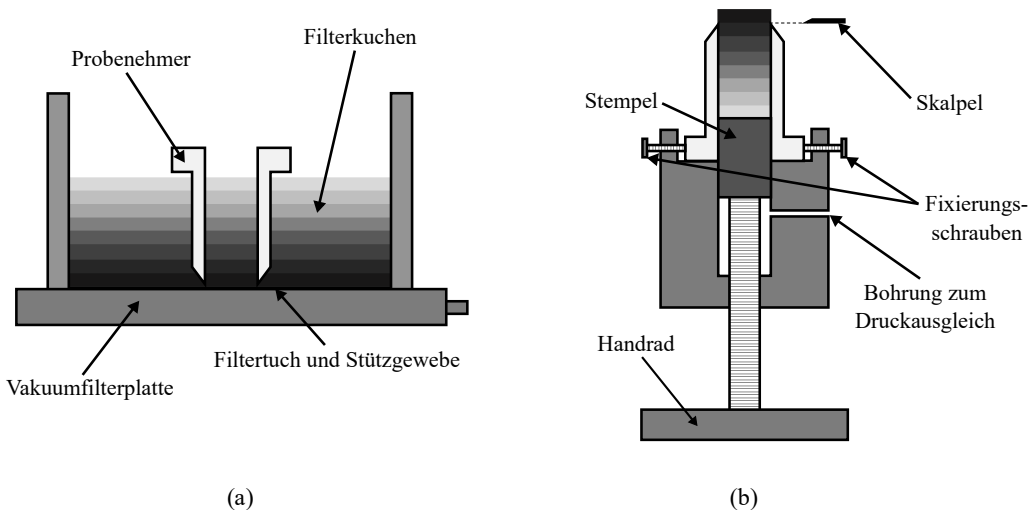


Abbildung 3.3: (a) Filterkuchenprobenahme mit dem zylindrischen Probenehmer von der Vakuumfilterplatte der Vibrationsapparatur in Abbildung 3.1 und (b) Vorrichtung zum Schneiden von Filterkuchenproben in mehrere Schichten.

3.4 Charakterisierung von Filterkucheneigenschaften

Dieser Abschnitt führt die im Zuge dieser Arbeit betrachteten Messgrößen und -methodiken zur Beschreibung der Filterkucheneigenschaften auf.

3.4.1 Porosität

Die Porosität ε , die den Anteil des Porenvolumens V_p des Filterkuchens bezogen auf das Gesamtvolumen V_{tot} des Filterkuchen nach Gleichung 3.2 beschreibt, ist ein Maß für den Verdichtungsstatus des Filterkuchens. Das Porenvolumen V_p ist durch die Differenz zwischen dem Gesamtvolumen V_{tot} und dem Feststoffvolumen V_s ersetzbar. Das Feststoffvolumen V_s lässt sich durch das Verhältnis aus Feststoffmasse m_s und Feststoffdichte ρ_s ausdrücken, wohingegen das Produkt aus der Querschnittsfläche A der Filterkuchenprobe und Filterkuchenhöhe h_c dem Gesamtvolumen V_{tot} des Filterkuchens entspricht.

$$\varepsilon = \frac{V_p}{V_{tot}} = \frac{V_{tot} - V_s}{V_{tot}} = 1 - \frac{\frac{m_s}{\rho_s}}{A \cdot h_c} \quad (3.2)$$

Die Trocknung der Filterkuchenprobe bei 100 °C für 24 h in einem Ofen und das Wiegen der getrockneten Filterkuchenprobe bestimmen die Feststoffmasse m_s .

3.4.2 Sättigung

Eine geeignete Größe zur Beurteilung der Entfeuchtungseffizienz der Gasdifferenzdruckentfeuchtung, bei der ein Gasdifferenzdruck die Flüssigkeit aus den Filterkucheporen verdrängt, ist die Sättigung S des Filterkuchens. Die Sättigung, die als Quotient aus Flüssigkeitsvolumen V_l und Porenvolumen V_p des Filterkuchens gemäß Gleichung 3.3 definiert ist, drückt den Flüssigkeitsanteil im Porenvolumen des Filterkuchens aus. Das Flüssigkeitsvolumen V_l lässt sich durch das Verhältnis aus der Differenz zwischen der gesamten Filterkuchenmasse m_{tot} und der Feststoffmasse m_s sowie der Flüssigkeitsdichte ρ_l bestimmen. Nach Ersetzen durch die Differenz zwischen dem gesamten Filterkuchenvolumen V_{tot} und dem Feststoffvolumen V_s kann das Porenvolumen V_p des Filterkuchens übereinstimmend zur Berechnung der Porosität in Kapitel 3.4.1 in Abhängigkeit der Filterkuchenquerschnittsfläche A , der Filterkuchenhöhe h_c , der Feststoffmasse m_s und der Feststoffdichte ρ_s berechnet werden. Die Bestimmung der Feststoffmasse m_s deckt sich mit der Methode in Kapitel 3.4.1.

$$S = \frac{V_l}{V_p} \cdot 100\% = \frac{V_l}{V_{tot} - V_s} \cdot 100\% = \frac{\frac{m_{tot} - m_s}{\rho_l}}{A \cdot h_c - \frac{m_s}{\rho_s}} \cdot 100\% \quad (3.3)$$

3.4.3 Restfeuchte

Die Restfeuchte RF eines Filterkuchens gibt entsprechend der Gleichung 3.4 den prozentualen Anteil der Flüssigkeitsmasse m_l im Filterkuchen im Verhältnis zur Gesamtfilterkuchenmasse m_{tot} , die die Flüssigkeitsmasse m_l und die Feststoffmasse m_s des Filterkuchens umfasst, an.

$$RF = \frac{m_l}{m_{tot}} \cdot 100\% = \frac{m_{tot} - m_s}{m_{tot}} \cdot 100\% \quad (3.4)$$

Die Größe charakterisiert den Entfeuchtungszustands von Filterkuchen. Sind die Poren des Filterkuchens jederzeit vollständig mit Flüssigkeit gesättigt, ist die Restfeuchte RF auch ein geeignetes Maß zur Kennzeichnung des Verdichtungszustands des Filterkuchens. Die Feststoffmasse m_s und der gesamten Filterkuchenmasse m_{tot} sind ebenfalls über eine Trocknung der Filterkuchenprobe bei 100 °C für 24 h und eine Wägung der feuchten und getrockneten Filterkuchenmasse bestimmbar.

Bei vollständiger Filterkuchensättigung, die für Filterkuchen während der Pressverdichtung in der CP-Zelle zutrifft, kommt die Gleichung 3.5 für die Berechnung der Restfeuchte RF mithilfe der Porosität ε , der Flüssigkeitsdichte ρ_l und der Feststoffdichte ρ_s zur Anwendung.

$$RF = \frac{m_l}{m_{tot}} \cdot 100\% = \frac{V_l \rho_l}{V_l \rho_l + V_s \rho_s} \cdot 100\% = \frac{\varepsilon \rho_l}{\varepsilon \rho_l + (1 - \varepsilon) \rho_s} \cdot 100\% \quad (3.5)$$

3.4.4 Elastische Filterkuchenrückdehnung

Eine geeignete Größe zur Charakterisierung der elastischen Rückdehnung von kompressiblen Filterkuchen, die nach der Entlastung eines mechanischen Pressdruck zum Tragen kommt, ist nach Wiedemann [23] die relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c in Gleichung 3.6. Die relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c ist definiert als die Differenz der Kuchenhöhe h_c nach der Druckentlastung und der Kuchenhöhe $h_{c,load}$ während der Druckbelastung bezogen auf die Kuchenhöhe $h_{c,load}$ während der Druckbelastung. Die Bestimmung der elastischen Filterkuchenrückdehnung ist lediglich für die Pressverdichtung in der CP-Zelle relevant, da hier eine Kuchenhöhenmessung während und nach der Belastung des Filterkuchens möglich ist.

$$\Delta h_c = \frac{h_c - h_{c,load}}{h_{c,load}} \cdot 100\% \quad (3.6)$$

3.4.5 Partikelgrößenverteilung

Die Messung der Partikelgrößenverteilung der partikulären Materialien geschieht mittels des Messsystems HELOS H0309 (Fa. Sympatec GmbH) nach dem Prinzip der Laserbeugung. Das Gerät ermittelt die Partikelgrößenverteilung der partikulären Probe nach vorheriger Dispergierung in deionisiertem Wasser. Die Feststoffvolumenkonzentration der Probe liegt im Bereich zwischen 10^{-5} bis 10^{-6} für die Erzielung einer optischen Konzentration von ca. 20 %. Die Partikelgrößenanalyse von Filterkuchenproben dient zur Charakterisierung der Partikelumlagerung innerhalb des Filterkuchens infolge des Vibrationseintrags und zur Überprüfung des Erhalts der Partikelgrößenverteilung nach der Vibrationsverdichtung. Diese Proben benötigen aufgrund der starken Partikelkohäsion innerhalb der Filterkuchenstruktur eine zusätzliche Dispergierung in deionisiertem Wasser durch eine Ultraschallbehandlung für 2 min.

Neben den charakteristischen Partikeldurchmessern $x_{90,3}$, $x_{50,3}$ und $x_{10,3}$, unterhalb derer 90 %, 50 % bzw. 10 % des gesamten Partikelvolumens einen kleineren Partikeldurchmesser aufweisen, ist eine weitere Kenngröße von Partikelgrößenverteilungen der *span*. Die Differenz zwischen $x_{90,3}$ und $x_{10,3}$ bezogen auf den Mediandurchmesser $x_{50,3}$ definiert den *span* nach Gleichung 3.7, der die Breite der Partikelgrößenverteilung kennzeichnet. Die charakteristischen Partikeldurchmesser und der *span* sind für volumenbezogene Partikelgrößenverteilungen, die in dieser Arbeit ausschließlich betrachtet werden, definiert. Die Größen sind auch auf Partikelgrößenverteilungen mit einer anderen Mengenart übertragbar.

$$Span = \frac{x_{90,3} - x_{10,3}}{x_{50,3}} \quad (3.7)$$

3.4.6 Feststoffmassenerhalt

Die Grundlage, um zu überprüfen, ob die Vibrationsverdichtung einen Feststoffdurchschlag durch das Filtertuch verursacht, ist die Ermittlung des Feststoffmassenerhalts ϕ_s . Der Feststoffmassenerhalt ϕ_s ist der prozentuale Anteil der Feststoffmasse $m_{s,Kuchen}$ des gesamten Filterkuchens, der nach der Kuchenbildung oder Vibrationsverdichtung in der Vakuumfiltrationseinheit (siehe Abbildung 3.1) vorliegt, im Bezug auf die Feststoffmasse $m_{s,Suspension}$ der Suspension, die anfangs in die Vakuumfiltrationseinheit gefüllt wird (siehe Gleichung 3.8). Eine Wägung der eingefüllten Suspension bei bekannter Feststoffvolumenkonzentration und der bei 100 °C im Ofen für 24 h

getrockneten Filterkuchenprobe bringen die beiden Feststoffmassen $m_{s,Suspension}$ und $m_{s,Kuchen}$ hervor.

$$\phi_s = \frac{m_{s,Kuchen}}{m_{s,Suspension}} \cdot 100\% \quad (3.8)$$

3.4.7 Rissbildung

Zur Untersuchung der Vermeidung von Rissen durch die Vibrationsverdichtung ist eine Rissbildanalyse der Filterkuchenoberfläche eine zweckmäßige Methode, die auch Illies et al. [55, 57] verwenden. Zunächst nimmt die PowerShot SX70 HS (Fa. Canon Inc.) ein Bild von der Filterkuchenoberfläche bei gleichzeitiger Beleuchtung mit dem LED-Ringlicht DSR 232 Pro Macro (Fa. Mediasort) auf. Im Anschluss folgt eine Nachbearbeitung und Auswertung der Aufnahme in der Open-Source-Software ImageJ 1.52n. Nach Zuschneiden der Aufnahme schließt sich eine Konvertierung in ein 8-bit Graustufenbild an. Die manuelle Anpassung des Schwellwerts stellt auftretende Risse in schwarz und die restliche Filterkuchenfläche in weiß dar. Setzt man die schwarze Rissfläche A_{Riss} und die Gesamtfläche A_{tot} der Aufnahme gemäß Gleichung 3.9 ins Verhältnis, ergibt sich der prozentuale Rissflächenanteil RFA .

$$RFA = \frac{A_{Riss}}{A_{tot}} \cdot 100\% \quad (3.9)$$

4 Verwendete Materialsysteme²

Im Fokus dieses Kapitels stehen die Materialsysteme, die für die Untersuchungen der Vibrationsverdichtung zum Einsatz kommen. Nachfolgend auf eine Vorstellung und Charakterisierung der eingesetzten Partikelmaterialien und der daraus hergestellten Suspensionen geht ein Abschnitt auf die grundlegenden Filtrations- und Kompressionseigenschaften der Materialsysteme ein.

4.1 Partikel- und Suspensionseigenschaften

Die verwendeten Partikelmaterialien sind gemahlene, natürliche Calciumcarbonate (GCC), ein gefälltes Calciumcarbonat (PCC) und Kupfer-Tailings. Gemahlene und gefällte Calciumcarbonate finden vor allem als Füllstoffe in Papier, Farben und Kunststoffen Anwendung [113]. Tailings sind feine, mineralische Abfallprodukte, die bei der Gewinnung von Metallen aus Erzen im Bergbau in hohen Mengen anfallen [13]. Bei der Aufbereitung von mineralischen und metallischen Wertprodukten im Bergbau entstehen Suspensionen, die eine mechanische Fest-Flüssig-Trennung zur Gewinnung von trockenen Wertprodukten und zur Rückgewinnung des Prozesswasser aufgrund der enormen Durchsätze benötigen [2, 13]. Auch bei der Aufbereitung von gefälltem Calciumcarbonat knüpft eine Filtration an die Fällungsreaktion an [113]. Daher stellen die untersuchten mineralischen Produkte praxisbezogene Materialsysteme dar. Die von Illies et al. [55–57] bereits festgestellte Verdichtbarkeit von gemahlenem und gefälltem Calciumcarbonat durch die oszillierende Scherung ist ein weiterer Grund für die Wahl der Materialsysteme.

Bei den gemahlenen Calciumcarbonaten handelt es sich um Mikhart[®] 1 (GCC 1) und Mikhart[®] 10 (GCC 2) der Fa. Provençale SA sowie OMYACARB-AL[®] 40 (GCC 3), OMYACARB-AL[®] 10 (GCC 4) und OMYACARB-AL[®] 15 (GCC 5) der Fa. Eduard Merkle GmbH & Co. KG. Das gefällte Calciumcarbonat SCHAEFER PRECARB[®] 150 (PCC) stammt von der Fa. SCHAEFER KALK GmbH & Co. KG. Die gemahlenen Calciumcarbonaten weisen allesamt eine kantige, unregelmäßig

² Teile dieses Kapitels stammen aus Yildiz et al. [110–112]. Die Verwendung der Ergebnisse zur Charakterisierung von PCC sowie der Abbildung 4.1 (b) in übersetzter und angepasster Form aus Yildiz et al. [110] © 2023 in diesem Kapitel ist dankenswerterweise von Informa UK Limited handelnd als Taylor & Francis Group (<http://www.tandfonline.com>) genehmigt.

Partikelform auf, die exemplarisch für GCC 4 anhand einer Rasterelektronenmikroskopaufnahme in Abbildung 4.1 (a) zu sehen ist. Weiterhin ist in Abbildung 4.1 (b) eine Aufnahme eines Partikelaggregats des Materials PCC, das aus skalenoedrischen Primärpartikeln zusammengesetzt ist, abgebildet. Die Kupfer-Tailings in Abbildung 4.1 (c) besitzen eine scharfkantige Partikelform.

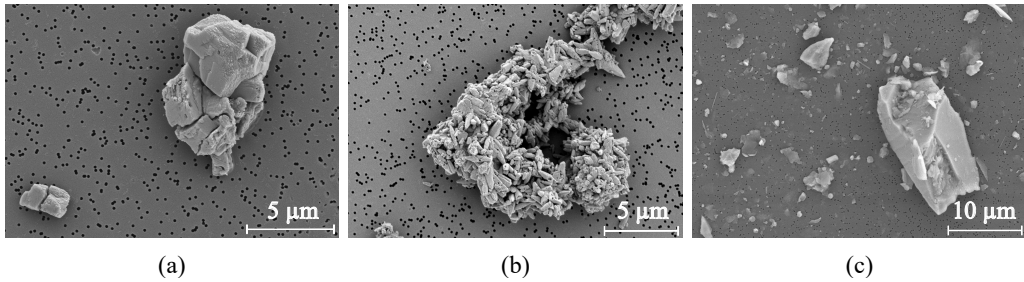


Abbildung 4.1: Einzelpartikel, aufgenommen mittels eines Rasterelektronenmikroskops, vom (a) GCC 4 (Vergrößerung: 5000x, Hochspannung: 5 kV, Arbeitsabstand: 19 mm), vom (b) PCC (Vergrößerung: 5000x, Hochspannung: 2,5 kV, Arbeitsabstand: 16 mm) und der (c) Kupfer-Tailings (Vergrößerung: 2500x, Hochspannung: 10 kV, Arbeitsabstand: 15 mm).

Die Abbildung 4.2 zeigt die kumulativen, volumenbezogenen Partikelgrößenverteilungen Q_3 der Partikelsysteme in deionisiertem Wasser. Die charakteristischen Kenngrößen der Partikelgrößenverteilungen und die Feststoffdichte der Materialien sind in der Tabelle 4.1 zusammengefasst. Um den Einfluss der Partikelgrößenverteilung auf das Verdichtungsverhalten von kompressiblen Filterkuchen unter oszillierender Scherung zu untersuchen, eignen sich die ausgewählten gemahlene Calciumcarbonate, für die im Allgemeinen eine weitreichende Produktpalette auf dem Markt zur Verfügung steht. Zur Ermittlung von Korrelationen zwischen mittlerer Partikelgröße und dem Verdichtungsverhalten der Materialien unter oszillierender Scherung kommen die Materialien GCC 1, GCC 2 und GCC 3 zum Einsatz, da sie unterschiedliche Mediandurchmesser zwischen 2,3 und 23,5 µm bei einer etwa gleichen Verteilungsbreite, die sich in ähnlichen *span*-Werten zwischen 2,6 und 3,7 äußert, aufweisen. Die Mediandurchmesser von GCC 4 und GCC 5 sind nahezu identisch, unterdessen unterscheidet sich die Verteilungsbreite mit einem *span* von 4,2 für GCC 1 und von 9,5 für GCC 2 deutlich. Daher dienen diese beide Partikelsysteme für experimentelle Untersuchungen hinsichtlich des Einflusses der Verteilungsbreite auf den Verdichtungserfolg durch die oszillierende Scherung. Die Partikelgrößenverteilung von PCC ist hingegen bei einem Mediandurchmesser von 4,2 µm sehr eng. Aufgrund der sehr breit verteilten Partikelgröße von GCC 5 ist das Material besonders für Partikelsegregation während der Kuchenbildung bei zu geringer Suspensionskonzentration anfällig. Dies begründet die Entscheidung für GCC 5 als Modellmaterial, um die Auswirkung des Partikelsegregationseffekt auf das Verdichtungsverhalten unter oszillierender Scherung zu prüfen. Die Verwendung von PCC als Materialsystem für die Studie, die sich auf die Übertragung der Vibrationsverdichtung auf einen kontinuierlichen Filterapparat konzentriert, stützt sich auf dem

hohen Verdichtungspotential durch die Vibrationsverdichtung und der Neigung zur Rissbildung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung [37, 55–57]. Die Partikelgröße der Kupfer-Tailings ist bei einem Mediantdurchmesser von $30\text{ }\mu\text{m}$ ebenfalls sehr breit verteilt. Da alle Materialien über einen erheblichen Anteil feiner Partikelfractionen unterhalb des Bereichs von 10 bis $20\text{ }\mu\text{m}$ verfügen, ist nach Tiller und Yeh [25] eine Kompressibilität der entsprechenden Filterkuchen anzunehmen. Daher ist die generelle Materialauswahl für diese Arbeit gerechtfertigt.

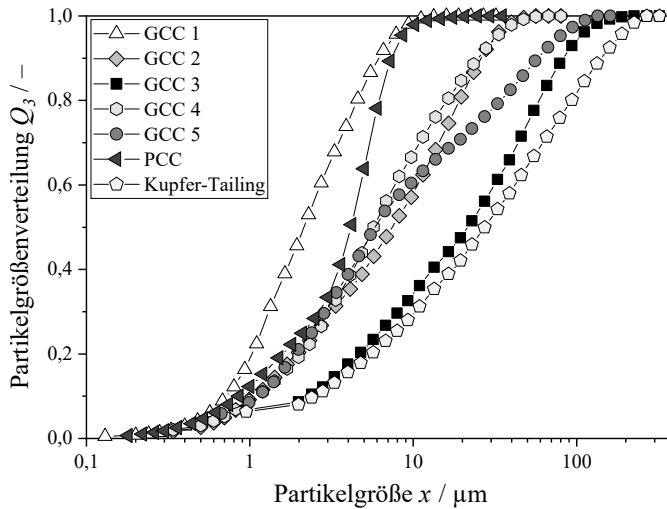


Abbildung 4.2: Partikelgrößenverteilung der verwendeten Partikelsysteme in deionisiertem Wasser.

Tabelle 4.1: Mediantdurchmesser $x_{50,3}$, *span* als Maß für die Breite der Partikelgrößenverteilung und Feststoffdichte ρ_s der eingesetzten Materialsysteme.

| Material | $x_{50,3} / \mu\text{m}$ | <i>span</i> / — | $\rho_s / \text{kg m}^{-3}$ |
|-----------------|--------------------------|-----------------|-----------------------------|
| GCC 1 | 2,3 | 2,6 | 2700 |
| GCC 2 | 8,2 | 3,3 | 2700 |
| GCC 3 | 23,5 | 3,7 | 2700 |
| GCC 4 | 6,3 | 4,2 | 2700 |
| GCC 5 | 6,5 | 9,6 | 2700 |
| PCC | 4,2 | 1,6 | 2610 |
| Kupfer-Tailings | 30,0 | 5,1 | 2700 |

Die Feststoffdichte der gemahlene Calciumcarbonate und der Kupfer-Tailings beträgt 2700 kg m^{-3} . Dagegen ist die Feststoffdichte von PCC mit 2610 kg m^{-3} leicht niedriger. Während für die

Feststoffdichten von GCC Herstellerangaben vorliegen, beruhen die Werte für PCC und die Kupfer-Tailings aufgrund fehlender Herstellerangaben auf Messungen mit dem Multivolume Gaspyknometer MP 1305 (Fa. Micrometrics Instrument Corporation) bei einer Temperatur von 20 °C mit Helium 5.0.

Um die Suspensionen für die Vibrationsanlage im Labormaßstab herzustellen, findet eine Suspendierung der Partikelsysteme in deionisiertem Wasser mittels des Magnetrührers RCT Basic (Fa. IKA Werke GmbH & Co. KG) für mindestens 10 min in Bechergläsern statt. In Tabelle 4.2 sind die Eigenschaften der hergestellten Suspensionen aufgelistet.

Tabelle 4.2: Eigenschaften der eingesetzten Materialsuspensionen.

| Material | Zeta Potential / mV | pH / — | Leitfähigkeit / $\mu\text{S cm}^{-1}$ | c_v / % |
|-----------------|------------------------|----------------|--|--------------|
| GCC 1 | $-19,0 \pm 0,4$ | $8,9 \pm 0,2$ | $31,8 \pm 6,7$ | 20 |
| GCC 2 | $-20,1 \pm 0,7$ | $9,0 \pm 0,2$ | $26,3 \pm 3,7$ | 20 |
| GCC 3 | $-18,1 \pm 0,3$ | $9,0 \pm 0,2$ | $30,9 \pm 2,1$ | 40 |
| GCC 4 | $-23,9 \pm 0,3$ | $8,0 \pm 0,5$ | $40,0 \pm 0,9$ | 40 |
| GCC 5 | $-21,1 \pm 0,1$ | $8,5 \pm 0,0$ | $36,8 \pm 0,1$ | 40 |
| PCC | $-24,4 \pm 0,5$ | $10,3 \pm 0,0$ | $59,0 \pm 4,1$ | 20 |
| Kupfer-Tailings | $-19,6 \pm 1,4$ | $5,6 \pm 0,3$ | $41,1 \pm 2,2$ | 30 |

Die ausgewählten Feststoffvolumenkonzentrationen c_v der Suspensionen, die einen homogenen Filterkuchenaufbau ohne Partikelsegregation sicherstellen, orientieren sich an den Werten von Wiedemann [23] und Illies [57] für GCC und PCC. Eine zu hohe Feststoffvolumenkonzentration zur Vermeidung von Partikelsegregation kann bei sehr feinen Materialien zu einer immensen Viskositätssteigerung der Suspensionen führen, die die Transportfähigkeit von Suspensionen mittels Pumpen beeinträchtigt. Daher ist die Feststoffvolumenkonzentration für GCC 1, GCC 2 und PCC mit hohem Feinanteil 20 % und für die Materialien GCC 4 und 5 mit höherem Grobanteil 40 %. Die Feststoffvolumenkonzentration von 30 % der Kupfer-Tailings gleicht dem realen Wert aus dem industriellen Aufbereitungsprozess. Zur Bewertung der Auswirkung der Partikelsegregation auf die Vibrationsverdichtung erfolgt die Herstellung einer weiteren Suspension bestehend aus GCC 5 mit einer geringeren Feststoffvolumenkonzentration von 10 %, bei der ein segregierter Filterkuchenaufbau zu erwarten ist. Die Feststoffmasse in beiden Suspensionen aus GCC 5 ist identisch und so gewählt, dass bei einer Feststoffvolumenkonzentration von 40 % ein ca. 8 mm hoher Filterkuchen entsteht. Die Einstellung der Feststoffvolumenkonzentration auf 10 % erfolgt über das Flüssigkeitsvolumen der Suspension. Die Werte des Zeta-Potentials

gehen zurück auf Messungen mit dem Pen Kem 501 (Fa. Collotec Meßtechnik GmbH) bei einer Temperatur von 20 °C. Das pH-Messgerät Seven2Go S2 (Fa. Mettler Toledo) und das Mikroprozessor Konduktometer LF 538 (Fa. Xylem Inc.) liefern die Messwerte für den pH-Wert und die elektrische Leitfähigkeit der Suspensionen bei 20 °C.

4.2 Filtrations- und Kompressionsverhalten

Der Ausgangszustand der Vibrationsverdichtung von kompressiblen Filterkuchen ist der Filterkuchenzustand nach der Kuchenbildung, in dem die Poren vollständig mit Flüssigkeit gefüllt sind und demnach die Sättigung S des Filterkuchens 100 % beträgt. Die Tabelle 4.3 führt den höhenspezifischen Filterkuchenwiderstand r_c des Filterkuchens und die resultierende Restfeuchte RF des Filterkuchens nach einer Kuchenbildung bei einer Druckdifferenz bei 80 kPa in der Vakuumfiltereinheit der Vibrationsanlage (siehe Abbildung 3.1) auf. Bei der Analyse der Filtrations- und Verdichtungseigenschaften der Kupfer-Tailings kommt das monofilamentale Satinfiltrertuch SEFAR TETEX® MONO 05-1100-SK 014 aus Polypropylen statt des für alle anderen Materialien verwendete monofilamentale Nylonfiltrertuch SEFAR NITEX® 03/5-1 als Filtermedium zur Anwendung. Die Verwendung dieses Filtertuchs für die Kupfer-Tailings liegt darin begründet, dass es geeigneter für deren abrasive Partikeln ist.

Tabelle 4.3: Filtrations-, Untersättigungs- und Kompressionsverhalten der Materialien in Vakuumfiltereinheit der diskontinuierlichen Vibrationsanlage in Abbildung 3.1. Der Filtrationsdruck zur Ermittlung des höhenspezifischen Filterkuchenwiderstands r_c und der Filterkuchenrestfeuchte RF nach der Kuchenbildung ist für alle Materialien 80 kPa. Die Druckdifferenz während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung und dem Pressen mit der Überträgerplatte für 60 s beträgt in der Regel 80 kPa. Lediglich für GCC 3 und die Kupfer-Tailings liegt die in der Vakuumfilterplatte angelegte Druckdifferenz bei 20 kPa und 10 kPa.

| Material | r_c / m^{-2} | Kuchenbildung | Gasdifferenzdruckentfeuchtung | | Pressen |
|-----------------|-----------------------|----------------|-------------------------------|-----------------|----------------|
| | | $RF / \%$ | $RF / \%$ | $S / \%$ | $RF / \%$ |
| GCC 1 | $1,6 \times 10^{15}$ | $27,9 \pm 0,5$ | $27,6 \pm 0,5$ | $102,6 \pm 5,4$ | $27,2 \pm 0,1$ |
| GCC 2 | $1,2 \times 10^{14}$ | $22,2 \pm 0,4$ | $21,6 \pm 0,4$ | $106,8 \pm 6,5$ | $21,7 \pm 0,1$ |
| GCC 3 | $3,4 \times 10^{13}$ | $17,8 \pm 0,3$ | $18,3 \pm 0,0$ | $98,5 \pm 5,9$ | $17,3 \pm 0,2$ |
| GCC 4 | $1,2 \times 10^{14}$ | $21,8 \pm 0,2$ | $21,5 \pm 0,3$ | $102,4 \pm 2,3$ | $21,0 \pm 0,2$ |
| GCC 5 | $3,0 \times 10^{14}$ | $18,5 \pm 0,4$ | $18,6 \pm 0,1$ | $99,0 \pm 0,9$ | $18,6 \pm 0,1$ |
| PCC | $7,7 \times 10^{13}$ | $40,8 \pm 0,2$ | $40,2 \pm 0,8$ | $97,1 \pm 1,6$ | $40,5 \pm 0,3$ |
| Kupfer-Tailings | $2,8 \times 10^{14}$ | $21,7 \pm 0,3$ | $21,9 \pm 0,6$ | $95,5 \pm 1,8$ | $21,1 \pm 0,4$ |

Die Filterkuchenwiderstände der Materialien befinden sich nach Anlauf [69] näherungsweise im typischen Anwendungsbereich der Kuchenfiltration. Anhand der Materialien GCC 1, GCC 2 und GCC 3, die sich hinsichtlich der mittleren Partikelgröße unterscheiden, zeigt sich die typische Zunahme des Filterkuchenwiderstands mit der Partikelfinheit. Das feinste Material GCC 1 weist einen sehr hohen Filterkuchenwiderstand von $1,6 \times 10^{15} \text{ m}^2$ auf, weshalb es als schwer filtrierbar einzuordnen ist. Obwohl PCC deutlich feiner als GCC 2 vorliegt und es sich bei beiden Materialien um Calciumcarbonat handelt, ist der Filterkuchenwiderstand im Vergleich zu GCC 2 kleiner, was den Einfluss der Partikelform auf das Filtrationsverhalten verdeutlicht. Alle Materialien befinden sich nach Gösele et al. [38] aufgrund der Filterkuchenwiderständen näherungsweise zwischen 10^{13} bis 10^{15} m^2 im Anwendungsbereich, an der Grenze und etwas außerhalb des Anwendungsbereichs der Vakuumfiltration. Um die Vibrationsverdichtung, die die Verbesserung der Filterkuchenentfeuchtung auf Vakuumfilterapparaten und die Erweiterung des Anwendungsbereichs von Vakuumfilterapparaten anstrebt, zu untersuchen, sind die ausgewählten Materialien daher passend.

Auch bei der Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung äußern sich Unterschiede zwischen den Materialien. Der Vergleich der Restfeuchten der Materialien GCC 1, GCC 2 und GCC 3 mit unterschiedlichen mittleren Partikelgrößen bei gleicher Verteilungsbreite macht deutlich, dass mit abnehmender Partikelgröße porösere Strukturen geformt werden. Dies ist laut Tiller und Yeh [25] auf die Zunahme der interpartikulären Oberflächenkräfte im Vergleich zu den Gravitationskräften zurückzuführen. GCC 5, das im Gegensatz zu GCC 4 bei gleicher mittlerer Partikelgröße über eine breitere Partikelgrößenverteilung verfügt, formt einen deutlich weniger porösen bzw. weniger feuchten Filterkuchen als GCC 4. Auch diese Beobachtung ist aus der Literatur [32, 33] bereits bekannt und lässt sich damit erklären, dass kleinere Partikel die Hohlräume zwischen größeren Partikeln ausfüllen, woraus ein kompakterer Zustand bereits nach der Kuchenbildung resultiert. PCC bildet hingegen den porösesten und damit feuchtesten Filterkuchen der untersuchten Materialien aus.

Neben den Filterkucheneigenschaften nach der Kuchenbildung sind in Tabelle 4.3 auch die Filterkucheneigenschaften der Materialien nach einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung und einer Pressverdichtung in der Vakuumfiltereinheit für 60 s zusammengetragen. Die Wirkung beider Methoden zur Filterkuchenentfeuchtung und -verdichtung ist in der Vakuumfiltereinheit während der Vibrationsverdichtung grundsätzlich denkbar (siehe Kapitel 3.1), weshalb eine Evaluierung des Untersättigungs- und Pressverdichtungsverhaltens der Filterkuchen auf der Vakuumfilterplatte erforderlich ist. Da die Gasdifferenzdruckentfeuchtung und die Pressverdichtung bekanntlich sehr schnell ablaufen, ist die Wahl von 60 s passend, um die Wirkung der Methoden auf die Filterkucheneigenschaften auf der Vakuumfilterplatte zu überprüfen. Die Gasdifferenzdruckentfeuchtung von GCC 1, GCC 2, GCC 4, GCC 5 und PCC bei einer Druckdifferenz von 80 kPa bewirkt keine merkliche Änderung der Restfeuchte im Vergleich zur Kuchenbildung. Auch die ermittelte

Sättigung der Filterkuchen ist nach der Gasdifferenzentfeuchtung im Bereich von 100 %. Damit ist erwiesen, dass die Druckdifferenz von 80 kPa den kapillaren Eintrittsdruck der Materialien nicht überwindet und somit keine Untersättigung der Filterkuchen erwirkt. Eine Untersättigung der Filterkuchen findet jedoch bei GCC 3 und den Kupfer-Tailings bei einer Druckdifferenz von 80 kPa, die bei vakuumbasierten Filterapparaten maximal realisierbar ist, statt. Diese Beobachtung bestätigt die Klassifizierung von GCC 3 und den Kupfer-Tailings anhand der vergleichsweise geringeren Filterkuchenwiderstände nach Gösele et al. [38] in das Anwendungsgebiet der Vakuumfiltration. Aufgrund dessen erfolgt eine Absenkung der Druckdifferenz während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung auf einen Wert von 20 kPa für GCC 3 und 10 kPa für die Kupfer-Tailings, bei der keine Untersättigung zu erwarten ist. Die ähnlichen Restfeuchtwerte nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei diesen Druckdifferenzwerten und nach der Kuchenbildung und die Sättigungswerte bei 100 % belegen diese Vermutung. Die Druckdifferenzwerte von 80 kPa für GCC 1, GCC 2, GCC 4, GCC 5 und PCC, von 20 kPa für GCC 3 und von 10 kPa für die Kupfer-Tailings sind somit während der Vibrationsverdichtung in der Vakuumfiltereinheit angelegt, um einen Beitrag des Gasdifferenzdruckentfeuchtung zur Filterkuchenentfeuchtung auszuschließen. Da bei diesen Differenzdrücken nachweislich keine Untersättigung der Filterkuchen erfolgt, ist die Verwendung der Restfeuchte, die den Entfeuchtungszustand des Filterkuchens beschreibt, auch als Maß für die Verdichtungswirkung des Vibrationseintrags grundsätzlich gerechtfertigt. Die Restfeuchtwerte nach der Pressverdichtung der Filterkuchen, die das Eigengewicht der Überträgerplatte, die Federkraft und die überlagerte Druckdifferenz in der Vakuumfiltereinheit auf den Filterkuchen ausüben, decken sich für alle Materialien mit den Werten nach der Kuchenbildung. Die jeweilige Druckdifferenz ist dabei identisch zu derjenigen während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung. Somit ist der Beitrag des Pressdrucks während der Vibrationsverdichtung zur Entfeuchtung und Verdichtung des Filterkuchens vernachlässigbar. Eine Abnahme der Filterkuchenrestfeuchte nach der Vibrationsverdichtung ist damit vollständig auf den Eintrag der oszillierenden Scherung zurückzuführen.

Mittels der bestimmten Filtrations- und Untersättigungseigenschaften der Materialien in der Vakuumfiltereinheit ist zudem die Materialauswahl für die Untersuchungen des Sättigungs- und Agglomerationseinflusses auf die Vibrationsverdichtung möglich. Filterkuchen aus den Kupfer-Tailings untersättigen bei einer Druckdifferenz von 80 kPa in der Vakuumfilterplatte. Darum agieren die Kupfer-Tailings als Modellmaterial, um die Auswirkung eines untersättigten Filterkuchens während der Filterkuchenbildung, die in realen Filtrationsprozessen auftreten kann, auf die Vibrationsverdichtung zu betrachten. Um zu überprüfen, inwiefern sich die Erhöhung der Partikelagglomeration, die eine übliche Maßnahme zur Verbesserung der Filtrierbarkeit von feinpartikulären Suspensionen ist, auf die Vibrationsverdichtung auswirkt, ist das schwer filtrierbare Material GCC 1 mit dem höchsten Filterkuchenwiderstand nützlich. Hierfür wird eine Natriumchlorid-Lösung in die ursprüngliche Suspension, die die Partikelagglomeration

durch Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit fördert, hinzugegeben. Dadurch entsteht eine weitere Suspension (GCC 1 (NaCl)) aus GCC 1 mit einer Natriumchlorid-Konzentration von $0,014 \text{ mol L}^{-1}$, einer elektrischen Leitfähigkeit von $1292 \text{ } \mu\text{S cm}^{-1}$ und einem pH-Wert von 9,1 bei 20°C . Die erhöhte Partikelagglomeration macht sich durch einen geringeren höhen-spezifischen Filterkuchenwiderstand r_c von $4,8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ und einer höheren Restfeuchte RF von $34,5 \pm 0,2 \%$ nach einer Kuchenbildung bei 80 kPa bemerkbar. Ab der gewählten Natriumchlorid-Konzentration von $0,014 \text{ mol L}^{-1}$ steigt die Restfeuchte bzw. Porosität des Filterkuchens mit weiterer Erhöhung der Natriumchlorid-Konzentration nicht mehr an.

Da PCC die höchste Restfeuchte der Materialien aufweist, ist das Material passend, um die Tiefenwirkung der Vibrationsverdichtung durch Schneiden des Filterkuchens in mehrere Schichten nach Kapitel 3.3 zu evaluieren. Ist der Flüssigkeitsanteil im Filterkuchen hoch, fallen Verdunstungseffekte zwischen Probenahme und Restfeuchteanalyse der dünnen, herausgeschnittenen Filterkuchenschichten deutlich weniger ins Gewicht und sind zu vernachlässigen. Dennoch ist die Schichtdicke für diese Analyse auf 2 mm begrenzt. Damit mehrere Schichten aus dem Filterkuchen herausgeschnitten werden können und somit die Tiefenwirkung der Vibrationsverdichtung höher aufgelöst werden kann, wird die Anfangsfilterkuchenhöhe nach der Kuchenbildung für diese Studie von den standardmäßigen 8 mm der übrigen Versuche auf 12 mm erhöht. Die Partikelsegregation, deren Beeinflussung auf die Vibrations- und Pressverdichtung anhand des Materials GCC 5 geprüft wird, löst eine ungleichmäßige Partikelgrößenverteilung über die Filterkuchenhöhe aus. Daher ist auch für das Material GCC 5 das Schneiden der Filterkuchen in Schichten relevant, um den Einfluss der Partikelsegregation auf den Entfeuchtungs- bzw. Verdichtungszustand nach der Kuchenbildung, der Vibrations- und Pressverdichtung über die Kuchenhöhe zu analysieren. Da für die Studie die übliche Anfangskuchenhöhe von ca. 8 mm beibehalten wird und das Restfeuchteniveau von GCC 5 im Vergleich zu PCC erheblich geringer ausfällt, spielen Verdunstungseffekte bei mehreren herausgeschnittenen Schichten für das Material eine größere Rolle. Deswegen werden die Filterkuchen für diese Studie nur in zwei gleich hohe Schichten geschnitten.

In Abbildung 4.3 ist die Änderung der Porosität ε der verschiedenen Materialien unter reiner Pressung in der CP-Zelle abhängig vom Pressdruck p_p zu sehen. Die durchgezogenen Linien stellen die Annäherung der experimentellen Daten durch die Gleichung 2.13 in Origin 2019b mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus dar, um die Materialkompressibilität zu beschreiben. Die Parameter der Modellierung sind in Tabelle 4.4 zu finden. Die Porositätswerte der Materialien GCC 1, GCC 1 (NaCl) und PCC bei 79, 73 und 80 kPa sind in der Modellierung nicht berücksichtigt, da sie erheblich von den restlichen Daten bei höheren Pressdrücken abweichen. Es ist davon auszugehen, dass im niedrigen Pressdruckbereich, den die CP-Zelle aufgrund zu hoher Reibung nicht abdecken kann, eine leicht abweichende Steigung der Porosität über den Pressdruck vorliegt. Dies deutet auf einen anderen Kompressionsmechanismus im niedrigen Pressdruckbereich hin, der sich von dem Mechanismus im Pressdruckbereich über 100 kPa unterscheidet. Alles [31],

Wiedemann [23] und Illies [57] zeigen, dass sich der Kompressionsmechanismus je nach Druckbereich unterscheiden kann und anhand der Änderung der Steigung erkennbar ist.

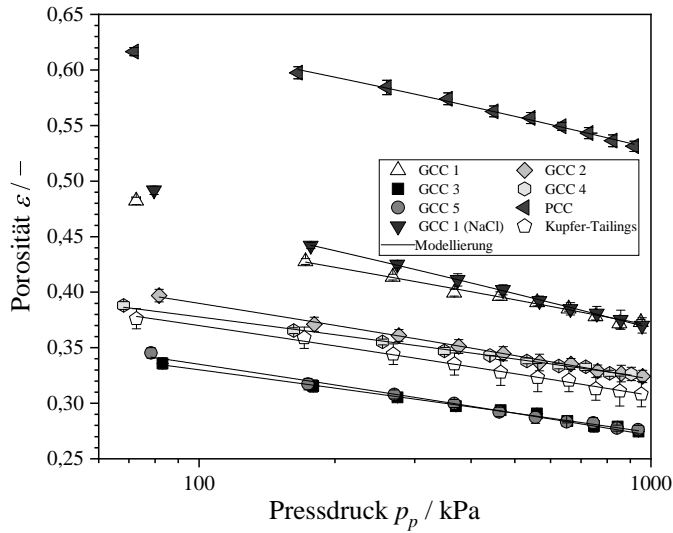


Abbildung 4.3: Kompressibilität der verschiedenen Materialien während der Pressverdichtung. Die Angleichung der experimentellen Daten erfolgt mittels der Gleichung 2.13.

Tabelle 4.4: Parameter und korrigierte Bestimmtheitsmaße R^2 der Datenanpassung in Abbildung 4.3 mittels Gleichung 2.13.

| Material | $\epsilon_0 / -$ | $p_{p,0} / \text{kPa}$ | $\beta / -$ | $R^2 / -$ |
|-----------------|------------------|------------------------|-------------|-----------|
| GCC 1 | 0,73 | 0,00026 | 0,054 | 0,9909 |
| GCC 2 | 0,60 | 0,00875 | 0,046 | 0,9966 |
| GCC 3 | 0,46 | 0,18902 | 0,035 | 0,9938 |
| GCC 4 | 0,50 | 0,30706 | 0,037 | 0,9955 |
| GCC 5 | 0,56 | 0,00308 | 0,040 | 0,9894 |
| PCC | 0,73 | 0,00204 | 0,091 | 0,9930 |
| Kupfer-Tailings | 0,54 | 0,05690 | 0,041 | 0,9939 |
| GCC 1 (NaCl) | 0,75 | 0,00283 | 0,073 | 0,9989 |

Basierend auf den allgemeinen Porositätsniveaus der Materialien während der Pressverdichtung sind die identischen Unterschiede zwischen den Materialien, die sich bereits beim Vergleich

der Restfeuchtwerte nach der Kuchenbildung in Tabelle 4.3 offenbaren, ersichtlich. Der Kompressibilitätsindex β in Tabelle 4.4, der die Materialkompressibilität beschreibt, erlaubt nach Tiller et al. [93] eine Klassifizierung in moderat kompressible Materialien, zu der GCC 1, GCC 1 (NaCl) und PCC gehören, und in gering kompressible Materialien, zu der die restlichen Materialien zählen. Für die Materialien GCC 1, GCC 2 und GCC 3 ist festzuhalten, dass mit abnehmender mittlerer Partikelgröße die Materialkompressibilität zunimmt. Diese Beobachtung deckt sich mit den Erkenntnissen von Tiller und Yeh [25], nach denen porösere Strukturen im höheren Maße komprimierbar sind. Das breit verteilte Material GCC 5 weist eine leicht höhere Kompressibilität im Gegensatz zum eng verteilten Material GCC 4 auf, was aus dem Füllen des Hohlraumvolumens zwischen groben Partikeln durch feine Partikeln resultiert. GCC 1 ist mit hinzugegebenen Natriumchlorid-Ionen kompressibler, was vor allem aus der poröseren Struktur im unbelasteten Zustand durch die verstärkte Partikelagglomeration folgt. Im höheren Pressdruckbereich erzielt die Pressverdichtung in etwa die gleichen Verdichtungszustände wie für GCC 1 ohne hinzugegebene Natriumchlorid-Ionen. PCC verfügt über die höchste Kompressibilität der untersuchten Materialien, obwohl GCC 1 eine deutlich geringere mittlere Partikelgröße hat. Der Grund hierfür ist die unterschiedliche Partikelform der beiden Calciumcarbonate.

5 Vertiefung des Prozessverständnisses der Vibrationsverdichtung³

Die in den folgenden Kapiteln vorgestellten Studien zielen die tiefergehende Aufklärung des Prozessverständnisses der Vibrationsverdichtung ab. Ein Fokus liegt darauf, Korrelationen zwischen Partikeleigenschaften und dem Erfolg der Filterkuchenverdichtung durch oszillierende Scherung zu ermitteln, um das Anwendungsspektrum des Verfahrens weiter aufzuklären. Auch die Auswirkung von Haufwerkseigenschaften, die von einem homogen aufgebauten, vollständig gesättigten Filterkuchen abweichen, sind Gegenstand dieses Kapitels. Zudem wird die Partikelumlagerung innerhalb des Filterkuchens während des Vibrationseintrags sowie der Erhalt der Partikelgrößenverteilung und der Feststoffmasse nach der Vibrationsverdichtung überprüft. Letztlich steht die Tiefenwirkung der Vibrationsverdichtung und die Formulierung eines Modellierungsansatzes zur Beschreibung der Kompressibilität durch das Verfahren im Mittelpunkt. Das Kapitel 2.4 legt dar, dass die Anwendung eines uniaxialen, mechanischen Pressdrucks das übliche Verfahren zur zusätzlichen mechanische Filterkuchenentfeuchtung durch Verdichtung in Filterapparaten ist. Die Entfeuchtungsergebnisse der Vibrationsverdichtung werden daher stets mit der üblichen Verdichtung durch einen einaxialen, mechanischen Pressdruck und vereinzelt mit weiteren Nachentfeuchtungsmethoden verglichen.

Die Filterkuchen erfahren während der Vibrationsverdichtung durch die überlagerte Druckdifferenz keine Untersättigung und liegen somit nach der Vibrationsverdichtung vollständig gesättigt vor, wie das Kapitel 4.2 belegt. Daher ist eine Beurteilung der Verdichtungswirkung durch oszillierende Scherung sowohl anhand der Porosität ϵ als auch anhand der Restfeuchte RF der Filterkuchen möglich. Die Restfeuchte liefert im Vergleich zur Porosität eine direkte Aussage über den Entfeuchtungszustand des Filterkuchens. Da das Ziel der Vibrationsverdichtung die Filterkuchenentfeuchtung ist, wird in den folgenden Ergebniskapiteln die Verdichtungs- und Entfeuchtungswirkung der Vibrationsverdichtung vordergründig anhand der Restfeuchte beurteilt. Da der Vergleich des Verdichtungseffekts von verschiedenen Filterkuchen anhand der Restfeuchte nur bei Materialien mit gleicher Dichte geschieht, ist die Wahl der Restfeuchte als Beurteilungsgröße

³ Teile dieses Kapitels stammen aus Yildiz et al. [111, 112].

zulässig. Die Darstellung der Verdichtungskinetik erfolgt hier analog zu Illies et al. [55–57] über die Anzahl der eingetragenen Schwingungen statt über die Versuchszeit. Die Werte bei 0 Schwingungen, bei einem Zeitpunkt 0 s bzw. bei einem Pressdruck von 0 kPa stehen für den Referenzzustand des Filterkuchens nach der Kuchenbildung bei einer Druckdifferenz von 80 kPa, bevor sich die Vibrationsverdichtung, die Pressverdichtung oder die Gasdifferenzdruckentfeuchtung des Filterkuchens ereignet.

5.1 Einfluss von Partikel- und Haufwerkseigenschaften auf die Entfeuchtungswirkung der Vibrationsverdichtung

Dieses Kapitel befasst sich mit der Auswirkung von Partikeleigenschaften wie der Partikelgrößenverteilung und des Agglomerationszustands auf den Entfeuchtungserfolg der Vibrationsverdichtung. In realen Filtrationsprozessen können eine Partikelsegregation oder eine Voruntersättigung des Filterkuchens während der Kuchenbildung auftreten. Dann ist nicht mehr vom Idealzustand eines homogen aufgebauten und vollständig gesättigten Filterkuchens vor der Vibrationsverdichtung auszugehen. Daher ist ein weiterer Bestandteil dieses Kapitels zu überprüfen, inwiefern sich diese Effekte auf die Vibrationsverdichtung auswirken. Dazu gehört auch die Charakterisierung der Partikelumlagerung innerhalb des Filterkuchens, die als Hauptverdichtungsmechanismus des Verfahrens gilt.

5.1.1 Mittlere Partikelgröße

Die Materialien GCC 1, GCC 2 und GCC 3, deren Mediandurchmesser $x_{50,3}$ bei ca. gleicher Verteilungsbreite variiert, bilden die Basis für die Studie hinsichtlich des Einflusses der mittleren Partikelgröße auf die Vibrationsverdichtung. Die Filterkuchenrestfeuchte nach der Vibrationsverdichtung für verschiedene Schwingungszahlen ist in Abbildung 5.1 für die drei Materialien zu finden. Für die Werte von GCC 1 nach dem Vibrationseintrag bei 40 Hz ist zu beachten, dass vor dem Schwingungseintrag die ersten 1000 Schwingungen bei 17 Hz eingetragen werden. Aufgrund der hohen Restfeuchte nach der Kuchenbildung und des hohen Durchströmungswiderstands des Filterkuchens fließt bei einem hohen Schwingungseintrag von 40 Hz zu Beginn die verdrängte Flüssigkeit nicht nach unten ab, sondern läuft seitlich von der Übertragerplatte ab. Eine daraus folgende Fluidisierung des Filterkuchens trägt Teile des Filterkuchens an den Seiten der oszillierenden Übertragerplatte aus.

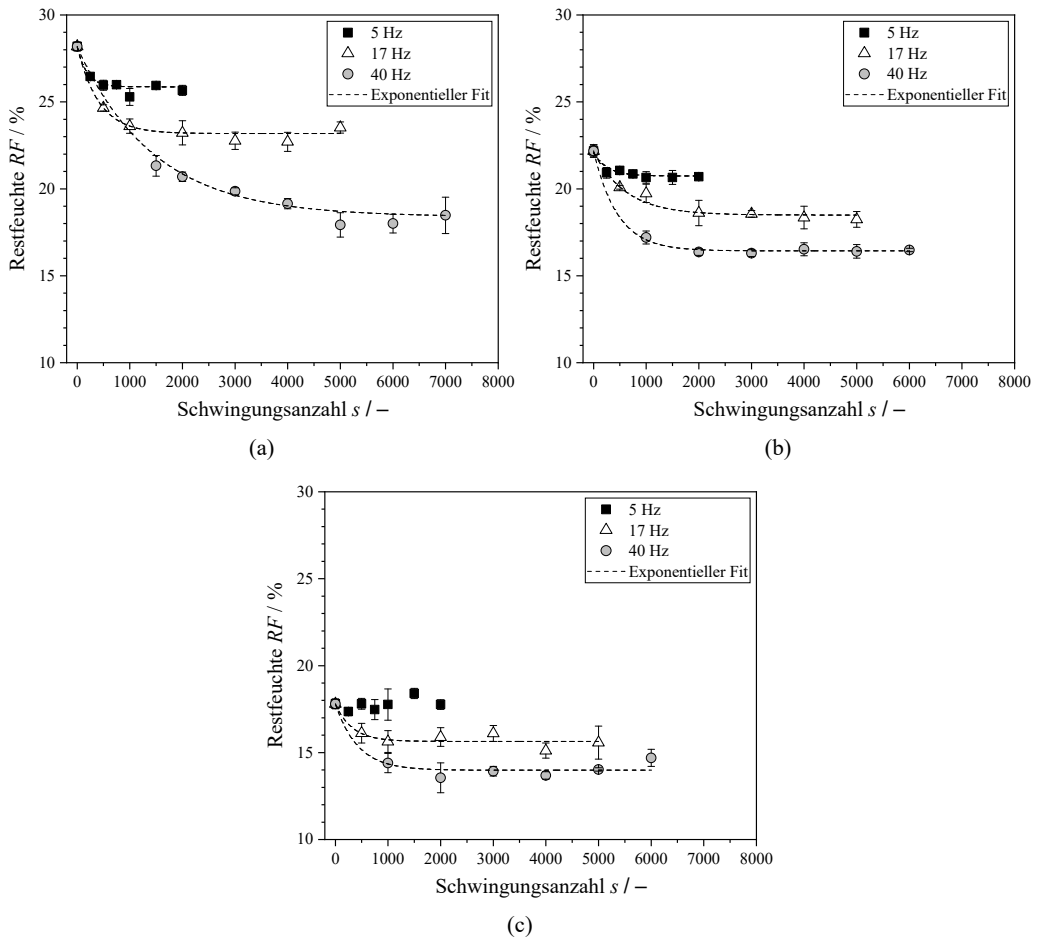


Abbildung 5.1: Restfeuchte der Filterkuchen von (a) GCC 1 ($x_{50,3} = 2,3 \mu\text{m}$), (b) GCC 2 ($x_{50,3} = 8,2 \mu\text{m}$) und (c) GCC 3 ($x_{50,3} = 23,5 \mu\text{m}$) nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung. Die gestrichelte Linie illustriert die exponentielle Datenanpassung mit Gleichung 2.15.

Für alle Materialien ist mit zunehmender eingetragener Schwingungsanzahl eine erhebliche Abnahme der Restfeuchte und damit eine Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungswirkung durch die Vibrationsanwendung zu erkennen, bis ein stationäres Verdichtungsgleichgewicht für jede Frequenz erreicht ist. Ein höherer Energieeintrag durch die weitere Anwendung von oszillierenden Scherungen bewirkt bereits nach einer geringen Schwingungsanzahl keine weitere Entfeuchtung des Filterkuchens. Vielmehr erlaubt eine Zunahme des Leistungseintrags durch eine höhere Schwingungsfrequenz eine weitere Erniedrigung der Restfeuchte. Nur bei 5 Hz bleibt für GCC 3 mit der höchsten mittleren Partikelgröße die Restfeuchte trotz des Schwingungseintrags näherungsweise konstant. Ein Verdichtungseffekt durch die oszillierende Scherung ist dabei nicht sichtbar.

Es offenbart sich hier die typische exponentielle Verdichtungskinetik unter oszillierender Scherung, die bereits Illies et al. [55–57] zeigen. Zur Beschreibung der exponentiellen Restfeuchteabnahme als Funktion der eingetragenen Schwingungen in Abbildung 5.1 ist die Modellgleichung 2.15 nach Illies et al. [55–57] nützlich. Die Datenanpassung mit der Gleichung 2.15 in Origin 2019b mittels des Levenberg-Marquardt-Algorithmus ist vor allem zweckmäßig, um die minimal erreichbare Restfeuchte RF_{∞} im Verdichtungsgleichgewicht und das Konsolidierungspotential B für jede Frequenz zu ermitteln. Die Parameter und korrigierten Bestimmtheitsmaße der Datenanpassung sind in den Tabellen A.1, A.2 und A.3 im Anhang zu finden.

Es ist zu beobachten, dass geringere Restfeuchtwerte bei gleicher Frequenz mit zunehmender mittlerer Partikelgröße erzielbar sind. Je feiner die Partikel sind, desto größer sind die interpartikulären Oberflächenkräfte im Vergleich zu den Gravitationskräften der Partikeln. Die Anwendung der oszillierenden Scherung muss die Oberflächenkräfte zwischen den Partikeln überwinden, um eine Partikelumlagerung anzuregen und somit den Filterkuchen in einen kompakteren Zustand zu versetzen. Ist die Frequenz und somit der Leistungseintrag ausreichend hoch, erzielt die Vibrationsverdichtung jedoch für ein feineres Material vergleichbare Verdichtungs Zustände wie für ein gröberes Material bei niedrigerer Frequenz, wie man am Beispiel von GCC 1 bei 40 Hz und GCC 2 bei 17 Hz erkennen kann.

Die Restfeuchtwerte der Materialien nach der Kuchenbildung, die den Ausgangszustand vor dem Vibrationseintrag darstellen, fallen unterschiedlich aus. Darum ist für den Vergleich der Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungswirkung der verschiedenen Materialien das Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential b bezogen auf den Referenzzustand nach der Kuchenbildung zu betrachten. Das relative Entfeuchtungs- bzw. Konsolidierungspotential b ist definiert als die Differenz zwischen der Referenzrestfeuchte RF_0 nach der Kuchenbildung und der minimal erreichbaren Restfeuchte RF_{∞} der Vibrationsverdichtung geteilt durch die Referenzrestfeuchte RF_0 nach der Kuchenbildung (siehe Gleichung 5.1). Das Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential B aus der exponentiellen Datenanpassung ersetzt die Differenz zwischen der Referenzrestfeuchte RF_0 und der minimal erreichbaren Restfeuchte RF_{∞} .

$$b = \frac{RF_0 - RF_{\infty}}{RF_0} \cdot 100\% = \frac{B}{RF_0} \cdot 100\% \quad (5.1)$$

Das relative Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential b der Materialien in Abhängigkeit der Schwingungsfrequenz ist in Abbildung 5.2 dargestellt. Im Falle der Vibrationsverdichtung bei 5 Hz für GCC 3 wird ein Entfeuchtungspotential von 0 angenommen, da bei dieser Frequenz keine Verminderung der Restfeuchte durch die Vibrationsverdichtung in Abbildung 5.1 (c) ersichtlich ist. Für alle Frequenzen erzielt die Vibrationsverdichtung ein deutlich höheres Entfeuchtungspotential für die zwei feineren Materialien GCC 1 und GCC 2 als für das gröbere Material GCC 3.

Zwischen den feineren Materialien GCC 1 und GCC 2 unterscheidet sich das Konsolidierungspotential bei 5 und 17 Hz kaum voneinander. Der Schwingungseintrag bei 40 Hz verringert die anfängliche Filterkuchenrestfeuchte des feinsten Materials GCC 1 um $34,7 \pm 1,5 \%$, während der Schwingungseintrag bei der gleichen Frequenz für das gröbere Material GCC 2 ein deutlich geringeres Entfeuchtungspotential von $25,9 \pm 1,1 \%$ erreicht. Insgesamt stellt sich damit heraus, dass die Verdichtbarkeit unter oszillierender Scherung mit abnehmender mittlerer Partikelgröße zunimmt. Durch die anfänglich hochporös geformten Strukturen bei feineren Materialien steht den Partikeln umfangreich Porenvolumen zur Verfügung, in denen sie sich – induziert durch den Vibrationseintrag – bewegen können und somit ein höheren Verdichtungszustand einnehmen können. Die Verdichtung unter oszillierender Scherung verhält sich in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße somit identisch wie die Verdichtung der Materialien durch einen einaxialen, mechanischen Pressdruck, die das Kapitel 4.2 ausführlich diskutiert.

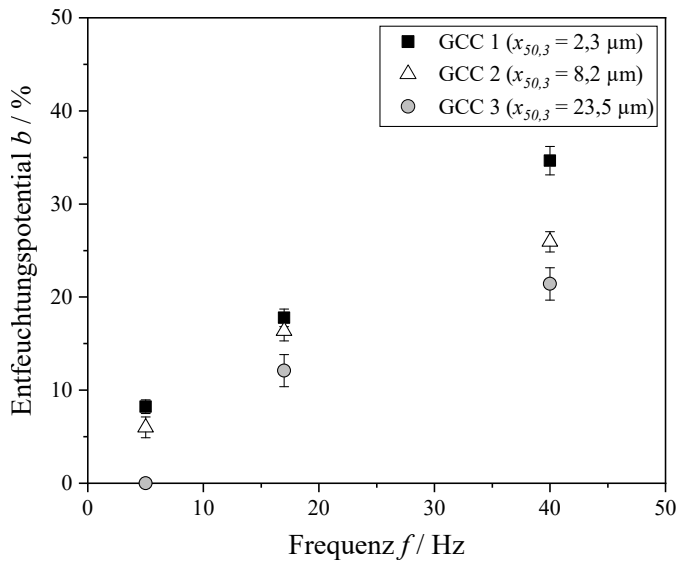


Abbildung 5.2: Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential b der Materialien GCC 1, GCC 2 und GCC 3 durch die Vibrationsverdichtung.

Zum Vergleich der üblichen Pressverdichtung durch einen mechanischen Druck und der Vibrationsverdichtung sind die erreichbaren Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungszustände der beiden Verfahren für die drei Materialien in Abbildung 5.3 gegenübergestellt. Der Vergleich beabsichtigt die Überprüfung, inwiefern sich die mittlere Partikelgröße des Materials auf den Nutzen der Vibrationsverdichtung im Vergleich zur konventionellen Verdichtung durch einen mechanischen Pressdruck auswirkt. Die erreichbaren Entfeuchtungszustände bei unterschiedlichen Pressdrücken

in der CP-Zelle während und nach der Belastung der Filterkuchen, die zuvor bei einer vakuumbasierten Druckdifferenz von 80 kPa gebildet werden, stellen die Vergleichswerte der Pressverdichtung in Abbildung 5.3 dar. Dies soll die Pressverdichtung von Filterkuchen, die durch zusätzliche mechanische Pressvorrichtungen auf Bandfiltern oder in Filterpressen stattfindet, nachbilden (siehe Kapitel 3.2). Da der Schwingungseintrag bei 5 Hz für GCC 3 zu keiner Verdichtung führt, sind auch keine Werte für 5 Hz in Abbildung 5.3 (c) abgebildet.

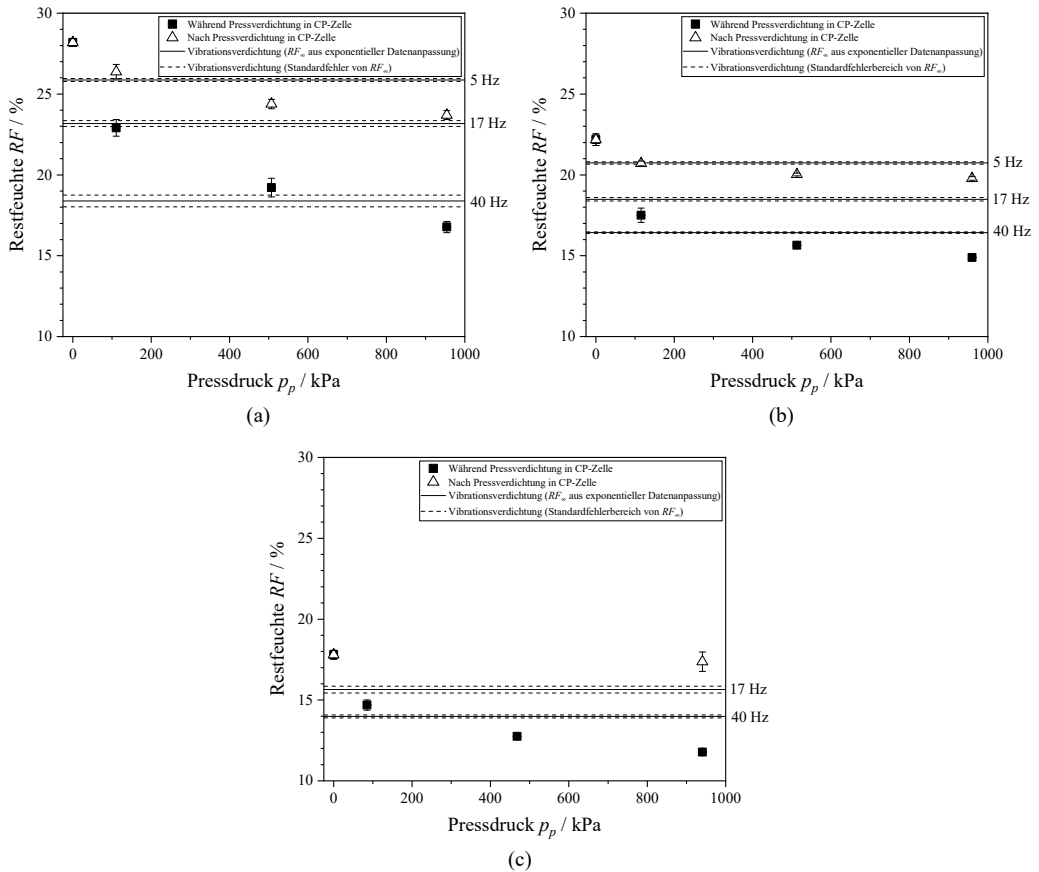


Abbildung 5.3: Minimal erreichbare Restfeuchte von (a) GCC 1 ($x_{50,3} = 2,3 \mu\text{m}$), (b) GCC 2 ($x_{50,3} = 8,2 \mu\text{m}$) und (c) GCC 3 ($x_{50,3} = 23,5 \mu\text{m}$) während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung (horizontale Linien).

Die Pressverdichtung in der CP-Zelle sorgt bei allen Materialien während der Belastung für eine deutliche Entfeuchtung der Filterkuchen, die mit steigendem Pressdruck zunimmt. Bereits beim geringen Pressdruck von ca. 100 kPa ist eine erhebliche Entfeuchtung sichtbar, bei der im geringen bis mittleren Frequenzbereich von 5 bis 17 Hz lediglich die Vibrationsverdichtung

des Filterkuchens vom feinsten Material GCC 1 mithalten kann. Für die gröberen Materialien GCC 2 und GCC 3 erzielt die Vibrationsverdichtung in dem Frequenzbereich eine geringere Entwässerung als die Pressverdichtung bei 100 kPa. Bei der höchsten Frequenz von 40 Hz bewirkt die Vibrationsverdichtung der Filterkuchen vom feinsten Material GCC 1 einen höheren Entfeuchtungszustand als eine Pressverdichtung bei ca. 500 kPa. Im Gegensatz dazu liegt der erreichbare Entfeuchtungszustand nach dem Vibrationseintrag bei 40 Hz für das gröbere Material GCC 2 lediglich zwischen den Entfeuchtungszuständen der Pressverdichtung bei 100 und 500 kPa. Für das gröbste Material GCC 3 ist das Entfeuchtungsergebnis des Schwingungseintrags bei 40 Hz lediglich knapp unterhalb des Resultats der Pressverdichtung bei 100 kPa. Je geringer die mittlere Partikelgröße des Materials, desto mehr kann die Vibrationsverdichtung hinsichtlich der Entfeuchtungswirkung mit der Pressverdichtung konkurrieren. Eine Pressverdichtung durch einen mechanischen Druck erreicht für alle Materialien im höheren Pressdruckbereich bis ca. 950 kPa eine höhere Entfeuchtung.

Erfasst man den Entfeuchtungszustand der Filterkuchen nach der Entlastung von der mechanischen Druckanwendung, die im Betrieb von industriellen Filterapparaten stattfindet, ergibt sich ein anderes Bild. Die Restfeuchtwerte nach der Entlastung der Filterkuchen liegen erheblich höher als während der Belastung durch den Pressdruck. Bei dem größten Material GCC 3 ändert sich die Restfeuchte durch die Verdichtung bei dem hohen Pressdruck von 950 kPa im Vergleich zur Kuchenbildung gänzlich nicht. Bereits ab einem Schwingungseintrag von 17 Hz befinden sich die Restfeuchtwerte nach der Vibrationsverdichtung der drei Materialien unterhalb der Werte nach einer Pressverdichtung bei dem höchsten Druck von 950 kPa. Die Vibrationsverdichtung bei 40 Hz sorgt im Vergleich zu der Pressverdichtung nach der Entlastung für eine immens höhere Filterkuchenentfeuchtung. Für diesen deutlich praxisnäheren Fall nach der Entlastung des Filterkuchens von dem Pressdruck bzw. der oszillierenden Scherung hat die Vibrationsverdichtung bezüglich der Entfeuchtungswirkung für alle Materialien einen erheblichen Vorteil gegenüber der Verdichtung durch einen Pressdruck.

Der Grund dafür ist das elastische Rückdehnungsverhalten der Filterkuchen nach der Entlastung. Zuvor ausgepresste Flüssigkeit bleibt zum Teil im Filtermedium, Stützgewebe und Lochblech gespeichert oder liegt teilweise noch im Filtratablauf der CP-Zelle vor. Trotz des angelegten Unterdrucks im Filtratablaufboden bleiben das Filtermedium und die Stützstrukturen mit Flüssigkeit auch nach der Druckentlastung gesättigt, da aufgrund der vollständigen Abdichtung der CP-Zelle keine Luft die Flüssigkeit im Filtermedium und den Stützstrukturen ersetzen kann. Daher saugt der Filterkuchen zuvor ausgepresste Flüssigkeit aufgrund der elastischen Rückdehnung nach der Druckentlastung wieder auf, was den Entfeuchtungseffekt der Methode erheblich verringert. Dieses Phänomen ist aus der Literatur [23, 31, 66] für kompressible Filterkuchen bereits bekannt (siehe Kapitel 2.3.2).

Die relative Zunahme der Filterkuchenhöhe Δh_c als Maß für das elastische Rückdehnungspotential ist für jedes Material in Tabelle 5.1 zusammengetragen. Schon bei einem geringen Pressdruck von ca. 100 kPa ist eine elastische Rückdehnung von $16,1 \pm 3,4 \%$ für GCC 1 und $15,3 \pm 2,1 \%$ für GCC 2 erkennbar. Mit zunehmenden Pressdruck steigert sich das elastische Rückdehnungspotential der Filterkuchen. Im geringen bis mittleren Pressdruckbereich bis ca. 500 kPa befindet sich die elastische Rückdehnung der beiden Materialien im ähnlichen Bereich. Nach der Pressverdichtung bei dem hohen Pressdruck von ca. 950 kPa kommen Unterschiede bezüglich der elastischen Rückdehnung zwischen den Materialien zum Vorschein. Die Filterkuchen von GCC 1 mit dem geringsten Mediandurchmesser von $2,3 \mu\text{m}$ dehnen sich im höchsten Maße zurück. Mit der Zunahme der mittleren Partikelgröße nimmt das elastische Rückdehnungspotential der Filterkuchen tendenziell zu. Da eine elastische Verformung der mineralischen, harten Partikeln zu vernachlässigen ist, beruht das elastische Rückdehnungsverhalten viel mehr auf dem Filterkuchen selbst als porösen Partikelverbund.

Tabelle 5.1: Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c von GCC 1, GCC 2 und GCC 3 infolge der elastischen Filterkuchenrückdehnung bei der Pressverdichtung in der CP-Zelle.

| Pressdruck / kPa | $\Delta h_c / \%$ | | |
|------------------|-------------------|----------------|----------------|
| | GCC 1 | GCC 2 | GCC 3 |
| 100 | $16,1 \pm 3,4$ | $15,3 \pm 2,1$ | — |
| 500 | $22,6 \pm 4,3$ | $19,7 \pm 2,4$ | — |
| 950 | $29,4 \pm 4,8$ | $22,0 \pm 1,0$ | $15,8 \pm 0,8$ |

Von Interesse ist auch der Vergleich der Entfeuchtungsergebnisse der Vibrationsverdichtung mit weiteren Entfeuchtungsmethoden abgesehen von der Verdichtung durch einen Pressdruck. Die Vibrationsverdichtung ist insbesondere zur Verbesserung der Entfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen auf weit verbreiteten vakuumbasierten Filterapparaten wie z.B. Bandfiltern konzipiert. Bei solchen Apparaten ist eine einfache Methode zur Nachentfeuchtung von Filterkuchen die Gasdifferenzdruckentfeuchtung, die dabei jedoch auf eine Druckdifferenz von maximal 80 kPa beschränkt ist. Da bei den Materialien GCC 1 und GCC 2 der kapillare Eintrittsdruck bei dieser Druckdifferenz nicht überwindbar ist (siehe Kapitel 4.2), hat die Gasdifferenzdruckentfeuchtung im Gegensatz zur Vibrationsverdichtung keine Wirkung. Lediglich für GCC 3 mit der größten mittleren Partikelgröße ist ein Vergleich sinnvoll, da für dieses Material bei 80 kPa eine Untersättigung durch eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung machbar ist. In Abbildung 5.4 ist die Kuchenrestfeuchte von GCC 3 nach der Vibrationsverdichtung und Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei einer Druckdifferenz von 80 kPa gezeigt. Da die Überträgerplatte die Schwingungen bei einer überlagerten Druckdifferenz von 20 kPa in den Filterkuchen einträgt und somit keine

überlagerte Untersättigung auftritt (siehe Kapitel 4.2), geht die Entfeuchtung vollständig von der oszillierenden Scherung aus. Ähnlich zur Vibrationsverdichtung wird die Restfeuchte durch eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung erwartungsgemäß exponentiell reduziert, bis nach ca. 60 s bereits ein Gleichgewichtszustand erreicht ist. Die Restfeuchte nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ist im Gleichgewichtszustand im gleichen Bereich wie nach der Anwendung einer oszillierenden Scherung bei 40 Hz. Somit kann die Vibrationsverdichtung mit der Untersättigung für dieses grobe Material konkurrieren.

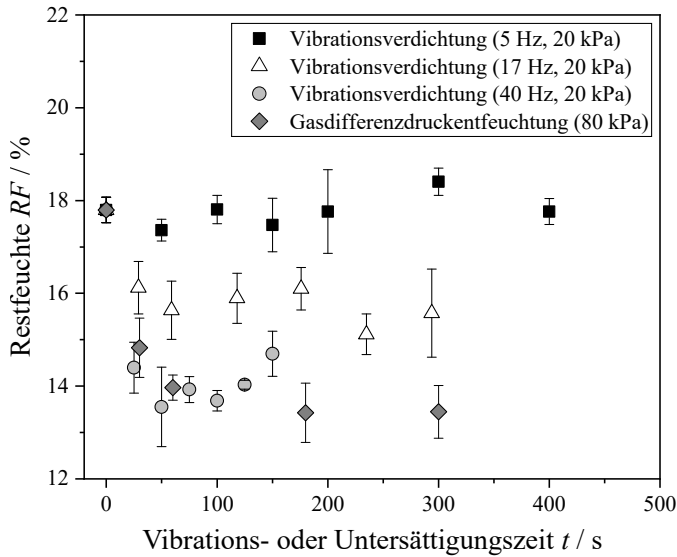


Abbildung 5.4: Restfeuchte von GCC 3 nach dem Schwingungseintrag bei unterschiedlichen Frequenzen und nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa.

Eine Gegenüberstellung der Entfeuchtungsergebnisse durch die Vibrationsverdichtung und durch weitere Entfeuchtungsmethoden anhand von Literaturdaten ist nur vereinzelt möglich, sofern die untersuchten Materialien übereinstimmen oder sich zumindest in Hinblick auf die Eigenschaften stark ähneln. Höfgen et al. [49] erproben die selbst entwickelten High Pressure Dewatering Rolls u.a. anhand des gemahlten Calciumcarbonatmaterials OMYACARB 40 (Omyacarb Australia Pty. Ltd.) mit einem mittleren Sauterdurchmesser von $6,9 \mu\text{m}$ und einer Dichte von 2700 kg m^{-3} . Da das gleichnamige gemahlene Calciumcarbonatprodukt GCC 3 mit einem Sauterdurchmesser von ca. $7,1 \mu\text{m}$ und einer Dichte von 2700 kg m^{-3} identische Eigenschaften aufweist, ist in diesem Fall ein Vergleich der Vibrationsverdichtung und der High Pressure Dewatering Rolls zulässig. Die kontinuierlichen High Pressure Dewatering Rolls entfeuchten das Calciumcarbonatprodukt durch stetige Scherung bei einem hydraulischen Pressdruck von 3000 kPa bis zu einer Feststoffvolumenkonzentration von 63 %. Stickland [114] ermittelt für das gleiche

Material OMYACARB 40 wie bei Höfgen et al. [49] eine Feststoffvolumenkonzentration zwischen ca. 61 und 68 % nach der mechanischen Entfeuchtung in einer Filterpresse bei einem Druck von 1500 kPa ohne und mit anschließender Gasdifferenzdruckentfeuchtung. Die Anwendung einer oszillierenden Scherung bei 17 und 40 Hz bei einem deutlich geringeren Pressdruck erreicht eine mindestens genauso hohe oder erheblich höhere Entfeuchtung des gleichen Materials GCC 3 mit einer Feststoffvolumenkonzentration von ca. 67 und 69 % wie die anderen beiden Methoden.

5.1.2 Partikelgrößenverteilungsbreite

Die Materialien GCC 4 und GCC 5 mit gleicher mittlerer Partikelgröße und unterschiedlicher Partikelgrößenverteilungsbreite kommen zum Einsatz, um den Einfluss der Verteilungsbreite auf das Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungsverhalten bei der Vibrationsverdichtung zu analysieren. Die Abbildung 5.5 zeigt die Entfeuchtungskinetik der zwei Materialien unter oszillierender Scherung.

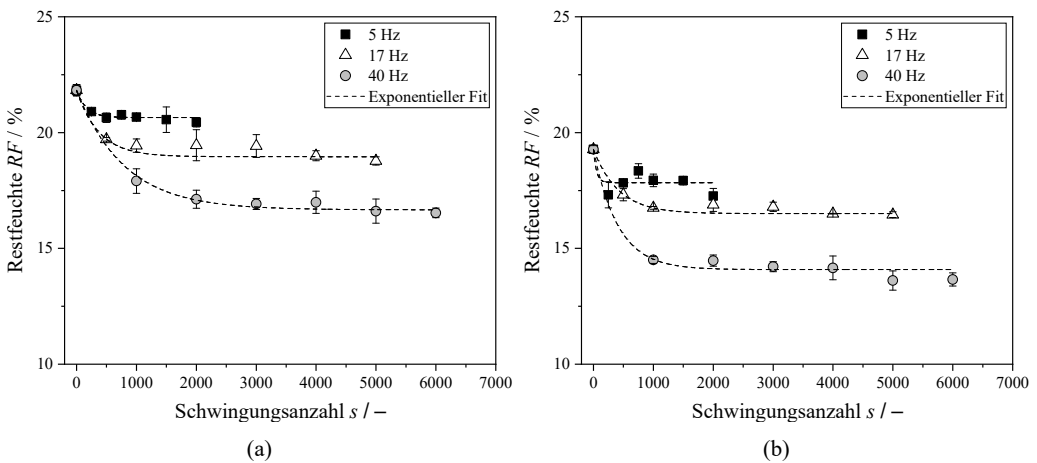


Abbildung 5.5: Restfeuchte der Filterkuchen von (a) GCC 4 ($span = 4,2$) und (b) GCC 5 ($span = 9,6$) nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung. Die gestrichelte Linie zeigt die exponentielle Datenanpassung mit Gleichung 2.15.

Der Vibrationseintrag sorgt für eine Entfeuchtung beider Materialien, die bekanntermaßen mit zunehmender Schwingungszahl und Frequenz steigt. Die charakteristische exponentielle Verdichtungskinetik in Abhängigkeit der eingetragenen Schwingungszahl, die mit Gleichung 2.15 beschrieben werden kann, ist auch hier wieder zu erkennen. Die Tabellen A.4 und A.5 im Anhang führen die Parameter und korrigierten Bestimmtheitsmaße der Datenanpassung durch Gleichung 2.15 in Origin 2019b mittels des Levenberg-Marquardt-Algorithmus auf. Analog zur Pressverdichtung in Abbildung 4.3 sind die Verdichtungszustände des breit verteilten Materials

GCC 5 nach der Vibrationsverdichtung deutlich niedriger als beim eng verteilten Material GCC 4. Dieser Umstand geht auch hier darauf zurück, dass bei breit verteilten Materialien mehr Hohlraumvolumen zwischen größeren Partikeln zur Verfügung steht, wo sich kleinere Partikel – angeregt durch den Vibrationseintrag – hineinbewegen können. Pearce [53] analysiert die Vibrationsanwendung senkrecht zur Filterkuchenoberfläche, um die mechanische Entfeuchtung von Filterkuchen durch Verdichtung in einer Laborfilterpresse und in einem Vakuumfilter zu verbessern. Dabei zeichnet sich eine höhere Entfeuchtung für Magnesiumhydroxid-Filterkuchen durch den Vibrationseinsatz nach Zugabe von größeren Partikeln ab. Diese Studie zum Vibrationseintrag senkrecht zur Filterkuchenoberfläche deckt sich hinsichtlich des Einflusses der Partikelgrößenverteilungsbreite auf den Entfeuchtungseffekt mit den hier gezeigten Beobachtungen bei der Vibrationsanwendung parallel zur Filterkuchenoberfläche.

Die unterschiedlichen Restfeuchten der Materialien nach der Kuchenbildung erfordern wie in Kapitel 5.1.1 eine Bewertung der Verdichtungs- und Entfeuchtungswirkung auf Grundlage des relativen Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotentials b nach Gleichung 5.1 in Abbildung 5.6.

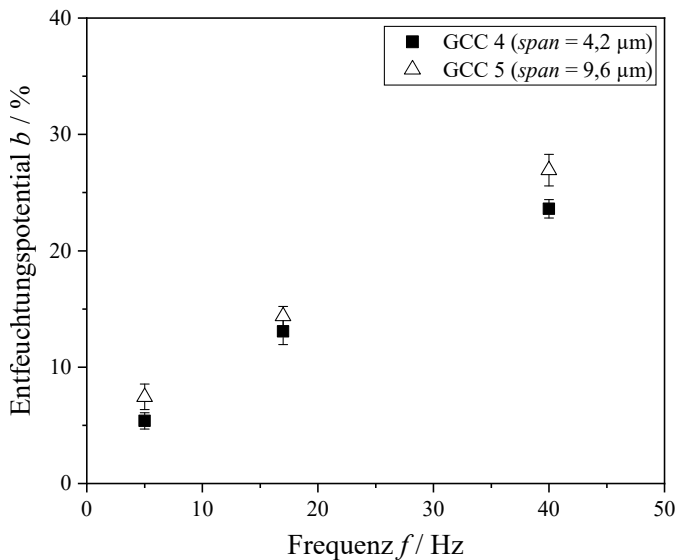


Abbildung 5.6: Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential b der Materialien GCC 4 und GCC 5 durch die Vibrationsverdichtung.

Die Entfeuchtungspotentiale beider Materialien sind ähnlich, wobei tendenziell das breit verteilte Material GCC 5 über ein leicht höheres Verdichtungspotential als das eng verteilte Material GCC 4 verfügt. Angesichts der höheren Restfeuchte bzw. des höheren Porenvolumens von GCC 4 nach der Kuchenbildung, das laut Kapitel 5.1.1 die Verdichtbarkeit unter oszillierender Scherung begünstigt,

ist der Umstand überraschend. Die Wirkung des Füllens des Hohlraumvolumens zwischen groben Partikeln durch kleine Partikeln kompensiert den anfänglich geringeren Porenanteil von GCC 5, sodass sich sogar ein tendenziell leicht höheres Entfeuchtungspotential im Vergleich zum eng verteilten Material GCC 4 ergibt. Somit hat auch die Partikelgrößenverteilungsbreite neben dem Anfangsporenanteil vor dem Vibrationseintrag bedingt durch die Partikelfinheit Einfluss auf den Verdichtungserfolg unter oszillierender Scherung.

Die minimal erreichbaren Restfeuchten durch die uniaxiale Pressverdichtung während und nach der Belastung in der CP-Zelle und durch die Vibrationsverdichtung sind in Abbildung 5.7 gezeigt. Bei Betrachtung der Werte während der Pressverdichtung ist die Vibrationsverdichtung bei 5 und 17 Hz deutlich weniger wirksam als eine Pressverdichtung bei ca. 100 kPa für das breit verteilte Material GCC 5. Der Vibrationseintrag bei 17 Hz bewerkstelligt dagegen für das eng verteilte Material GCC 4 zumindest eine Entfeuchtung, die in etwa einer Pressverdichtung bei ca. 100 kPa entspricht. Bei 40 Hz liegt das Entfeuchtungsergebnis von GCC 4 sogar im Bereich der Pressverdichtung bei ca. 500 bzw. 900 kPa, wohingegen sich bei GCC 5 das Entfeuchtungsergebnat knapp oberhalb der Pressverdichtung von ca. 500 kPa befindet. Die Vibrationsverdichtung von eng verteilten Materialien kann im höheren Maße mit der Pressverdichtung in Bezug auf die Entfeuchtung mithalten als breit verteilte Materialien.

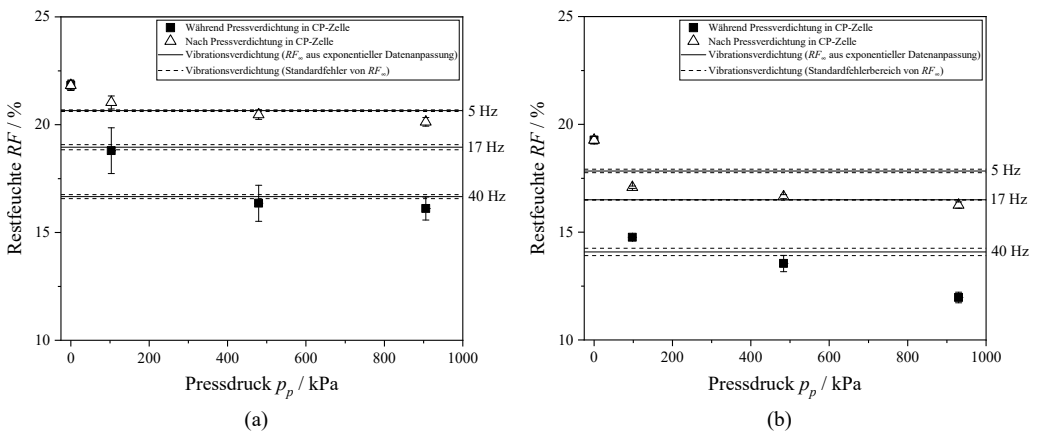


Abbildung 5.7: Minimal erreichbare Restfeuchte von (a) GCC 4 ($span = 4,2$) und (b) GCC 5 ($span = 9,6 \mu m$) während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung (horizontale Linien).

Übereinstimmend mit den anderen gemahlten Calciumcarbonat-Materialien in Kapitel 5.1.1 kommt es auch zu deutlich höheren Restfeuchten nach der Entlastung des Filterkuchens, die die Wiederbefeuchtung des Filterkuchens beider Materialien durch elastische Rückdehnung verursacht. Für beide Materialien ist dann nur noch ein schwacher Effekt der Verdichtung durch einen uniaxialen Pressdruck zur Entfeuchtung nach der Kuchenbildung zu erkennen.

Die Vibrationsverdichtung bei 40 Hz hat bei dieser Begebenheit für GCC 4 und GCC 5 einen signifikanten Vorsprung betreffend des Entfeuchtungserfolgs als die Pressverdichtung selbst beim höchsten Pressdruck von ca. 900 kPa. Das trifft bei dem eng verteilten Produkt GCC 4 sogar schon bei einem Schwingungseintrag bei 17 Hz zu, während bei dem breit verteilten Produkt GCC 5 der Entfeuchtungseffekt bei 17 Hz näherungsweise dem Zustand nach der Pressverdichtung bei ca. 900 kPa gleicht. Bei 5 Hz entspricht die Restfeuchte von GCC 4 dem Wert nach einer Pressverdichtung bei ca. 500 kPa. Gegensätzlich dazu entwässert die Pressverdichtung bei 100 kPa die Filterkuchen von GCC 5 stärker als eingetragene Schwingungen bei 5 Hz. Daher behält die Aussage, dass der Nutzen der Vibrationsverdichtung bzgl. des Entfeuchtungserfolgs im Vergleich zur konventionellen Pressverdichtung höher für eng verteilte als für breit verteilte Materialien ist, auch bei Berücksichtigung der Restfeuchtwerte nach der Pressverdichtung ihre Gültigkeit.

Die Tabelle 5.2 listet die relative Höhenzunahme Δh_c der Filterkuchen von GCC 4 und GCC 5, die die elastische Rückdehnung nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle charakterisiert, auf. Die elastische Rückdehnung als Ursache für die Wiederbefeuchtung des Filterkuchens nach der Entlastung ist bereits bei dem geringeren Pressdruck von ca. 100 kPa bei beiden Materialien präsent und nimmt analog zur den anderen gemahlten Calciumcarbonaten mit steigendem Pressdruck zu. GCC 5 mit der hohen Partikelgrößenverteilungsbreite besitzt ein geringeres elastisches Rückdehnungspotential als das eng verteilte Produkt GCC 4. Möglicherweise bringt die Einlagerung von kleineren Partikeln zwischen dem Hohlraum von größeren Partikeln, die bei breit verteilten Partikelsystemen infolge der induzierten Partikelumlagerung stattfindet, eine irreversiblere Verdichtung hervor.

Tabelle 5.2: Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c von GCC 4 und GCC 5 infolge der elastischen Filterkuchenrückdehnung bei der Pressverdichtung in der CP-Zelle.

| Pressdruck / kPa | Δh_c / % | |
|------------------|------------------|----------------|
| | GCC 4 | GCC 5 |
| 100 | $14,4 \pm 1,4$ | $11,9 \pm 1,2$ |
| 500 | $22,0 \pm 2,8$ | $11,9 \pm 0,4$ |
| 900 | $21,0 \pm 1,5$ | $15,9 \pm 1,0$ |

Hammerich [47] zeigt die Verdichtung durch eine stetige Scherung bei gleichzeitiger Anwendung eines uniaxialen Pressdrucks in einer eigens entwickelten Press-Scher-Zelle mittels des gemahlten Calciumcarbonatprodukts OMYACARB-AL[®] 10 mit einer mittleren Partikelgröße $x_{50,3}$ von 6,0 μm und einer Verteilungsbreite *span* von 4,1. Da das Material mit dem in dieser Arbeit untersuchten GCC 4 identisch ist, bietet sich ein Vergleich der Verdichtungsresultate

durch stetige Scherung und oszillierender Scherung an. Insgesamt stellt Hammerich [47] fest, dass höhere Scherraten das Verdichtungsgleichgewicht schneller erreichen und wie bei der Vibrationsverdichtung einen kompakteren Verdichtungszustand bewirken. Die stetige Scherung mit einer Scherrate von $1,5 \text{ mm min}^{-1}$ bei einem Pressdruck von 60 kPa ergibt für das gemahlene Calciumcarbonatprodukt OMYACARB-AL[®] 10 eine Porosität von 0,40. Hammerich [47] fügt an, dass die Verdichtung durch stetige Scherung vor allem im oberen Bereich des Haufwerks geschieht. Eine ungleichmäßige Kompression von trockenen Haufwerken nach der Scherverdichtung ist bereits aus dem Bereich der Schüttgutmechanik bekannt [115]. Das trockene Haufwerk erfährt die Verdichtung vor allem in der sogenannten Scherzone bzw. dem Scherband nahe dem Deckel der Scherzelle. Die Ursache liegt in der Schwerkraft, woraus die Normalspannung im Haufwerk nach unten steigt und damit höhere Schubspannungen zur Verdichtung in unteren Bereichen notwendig sind. Das Phänomen der Bildung von Scherzonen bzw. -bändern ist nicht nur auf Scherzellen limitiert und taucht auch beim Fließen von Schüttgütern in Silotrichtern auf. Nach der Vibrationsverdichtung des exakt gleichen Materials GCC 4 bei 17 und 40 Hz liegen hingegen signifikant geringere Porositäten von ca. 0,35 und 0,39 im Haufwerk vor. Vermutlich sind die deutlich höheren Scherraten von 9180 mm min^{-1} und $21\,600 \text{ mm min}^{-1}$ bei den betrachteten Frequenzen sowie die oszillierende Bewegung in beide Richtungen ausschlagend für die erhöhte Verdichtungswirkung der Vibrationsverdichtung. Die apparative Umsetzung von solch hohen Scherraten bei der stetigen Scherverdichtung wie z.B. in Bandfilterpressen ist nicht machbar. Der Eintrag hoher Scherraten ist lediglich durch eine oszillierende Bewegung in den Filterkuchen realisierbar, was den Vorteil der Vibrationsverdichtung im Vergleich zur stetigen Scherverdichtung betont. Ob durch die Vibrationsverdichtung eine tiefergehende Verdichtungswirkung im Vergleich zur stetigen Scherverdichtung vorliegt, prüft das Kapitel 5.3.

5.1.3 Agglomerationszustand

GCC 1 verfügt einen sehr hohen Filterkuchenwiderstand und gilt demnach als schwer filtrierbar (siehe Kapitel 4.2). Die Zugabe von Natriumchlorid-Ionen zur Suspension verbessert die Filtrierbarkeit der Suspension aus GCC 1. Allerdings ist es fraglich, wie sich die resultierende höhere Partikelagglomeration in der Suspension auf den Verdichtungserfolg durch den folgenden Vibrationseintrag auswirkt. Daher sind in Abbildung 5.8 die Verdichtungskinetiken unter oszillierender Scherung von GCC 1 ohne und mit hinzugegebenen Natriumchlorid-Ionen zu sehen.

Wie schon in Kapitel 4.2 gezeigt, bildet GCC 1 durch den Zusatz von Natriumchlorid-Ionen und die damit induzierte höhere Partikelagglomeration einen beträchtlich poröseren, feuchteren Filterkuchen nach der Kuchenbildung. Trotz der verstärkten Partikelagglomeration ist ein signifikanter Verdichtungseffekt für GCC 1 (NaCl) durch die Vibrationsanwendung, der mit anwachsender Schwingungsfrequenz steigt, zu beobachten. Der Schwingungseintrag bei 5 und 17 Hz sorgt im

Falle des stark agglomerierten Materials GCC 1 (NaCl) für etwas höhere Restfeuchten verglichen mit GCC 1 ohne hinzugegebene Natriumchlorid-Ionen (siehe Tabellen A.1 und A.6 im Anhang). Die Vibrationsverdichtung bei 40 Hz, bei der analog zu GCC 1 die ersten 1000 Schwingungen bei 17 Hz in den Filterkuchen eingetragen werden, ruft eine minimal erreichbare Restfeuchte hervor, die nahezu derjenigen von GCC 1 ohne Natriumchlorid-Ionen gleichkommt. Daraus leitet sich ab, dass im geringen Frequenzbereich der Verdichtungserfolg der Vibrationsverdichtung für das Material aufgrund der erhöhten Partikelagglomeration eingeschränkt ist. Sofern die Frequenz und somit der Leistungseintrag ausreichend hoch wie bei 40 Hz sind, werden die hohen Haftkräfte zwischen den Partikeln überwunden und der Mechanismus der Partikelumlagerung, der die Verdichtung bestimmt, unterstützt. Dadurch ist die gleiche Verdichtung bzw. Entfeuchtung des Materials ohne hinzugegebenen Natriumchlorid-Ionen realisierbar. Das relative Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential von GCC 1 (NaCl) ist hier aufgrund der höheren Restfeuchte nach der Kuchenbildung natürlich immens höher als das Material ohne Natriumchlorid-Ionen. Dies bestätigt die Erkenntnisse in Kapitel 5.1.1, dass eine hohe Ausgangsporosität bzw. -restfeuchte nach der Kuchenbildung grundsätzlich einen positiven Effekt auf das Verdichtungspotential unter oszillierender Scherung hat.

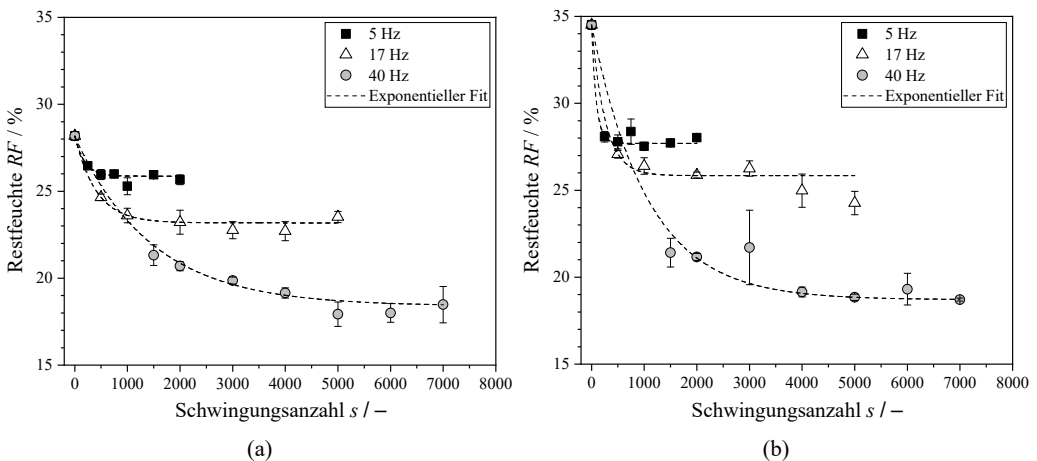


Abbildung 5.8: Restfeuchte der Filterkuchen von GCC 1 (a) ohne und (b) mit hinzugegebenen Natriumchlorid-Ionen nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung. Die gestrichelte Linie steht für die exponentielle Datenanpassung mit Gleichung 2.15 in Origin 2019b mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus.

5.1.4 Sättigungszustand

Eine unerwünschte Voruntersättigung des Filterkuchens im Anschluss an die Kuchenbildung ist ein potentielles Ereignis beim Betrieb von kontinuierlichen Kuchenfiltrationsapparaten. Bei

kontinuierlichen Kuchenfiltrationsapparaten wie z.B. Bandfiltern sind die Kuchenbildungs- und Nachentfeuchtungszonen auf dem Apparat basierend auf dem Filtrationsverhalten des Materials und der bekannten Feststoffvolumenkonzentration der Suspension klar definiert. Ist z.B. die Feststoffvolumenkonzentration im Zuge von zeitlichen Schwankungen der Feststoffvolumenkonzentration der Suspension, die nach Stickland [58] in realen Filtrationsprozessen vorkommen können, zu hoch, ist eine Voruntersättigung des Filterkuchens vor dem eigentlichen Nachentfeuchtungsprozess denkbar. Da nach Ozcan et al. [64, 65] eine geringe Voruntersättigung zur einem rasanten Anstieg der Scherfestigkeit bis zum Maximum im Bereich der Sättigung von 80 bis 90 % führen kann, gilt es den Einfluss einer Voruntersättigung auf die Vibrationsverdichtung als neuartige Nachentfeuchtungsmethode zu klären. Für diesen Zweck veranschaulicht die Abbildung 5.9 die Änderung der Restfeuchte und der Porosität infolge der Vibrationsverdichtung von vollständig gesättigten und voruntersättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen. Die vollständig gesättigten Filterkuchen erfahren direkt nach der Kuchenbildung bei 80 kPa eine Vibrationsverdichtung bei 10 kPa. Dagegen läuft die Vibrationsverdichtung der voruntersättigten Filterkuchen bei 10 kPa nach einer Kuchenbildung bei 80 kPa und einer folgenden Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa für 60 s ab. Bei der angelegte Druckdifferenz von 10 kPa während der Vibrationsverdichtung ist eine Untersättigung des Filterkuchens ausgeschlossen (siehe Kapitel 4.2), sodass eine Verringerung der Restfeuchte bzw. Porosität allein auf den Eintrag der oszillierenden Scherung zurückzuführen ist.

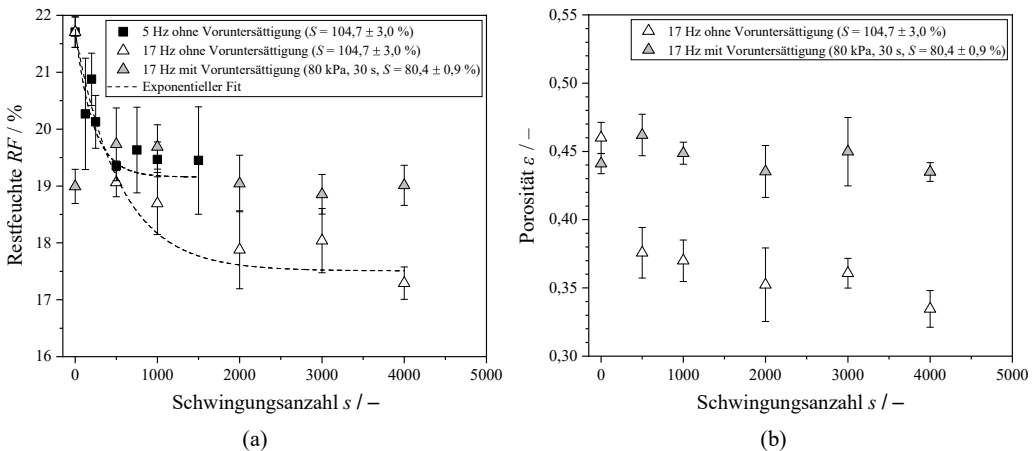


Abbildung 5.9: Verdichtungskinetik unter oszillierender Scherung der Kupfer-Tailings im gesättigten und voruntersättigten Zustand basierend auf (a) der Filterkuchenrestfeuchte und (b) der Filterkuchenporosität. Während im vollständig gesättigten Zustand die Werte bei 0 Schwingungen die Werte nach der Kuchenbildung bei 80 kPa repräsentieren, stellen die Werte bei 0 Schwingungen im voruntersättigten Zustand die Werte nach einer Kuchenbildung bei 80 kPa und einer folgenden Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa für 30 s dar. Zur Vermeidung einer Untersättigung beträgt die angelegte Druckdifferenz während der Vibrationsverdichtung 10 kPa. Die gestrichelte Linie steht für die exponentielle Datenanpassung durch Gleichung 2.15 in Origin 2019b mithilfe des Levenberg-Marquardt-Algorithmus.

Der Eintrag der oszillierenden Scherung in die vollständig gesättigten Filterkuchen ($S = 104,7 \pm 3,0\%$) verdrängt ausgehend von dem Referenzzustand nach der Kuchenbildung bei 0 Schwingungen sowohl bei 5 als auch bei 17 Hz weitere Flüssigkeit aus dem Filterkuchen (siehe Abbildung 5.9 (a)). Auch hier verdeutlicht sich, dass die Verminderung der Restfeuchte bei einer höheren Frequenz ausgeprägter ausfällt als bei einer niedrigeren Frequenz. Die Gleichung 2.15 ist auch hier nützlich, um die charakteristische exponentielle Änderung der Restfeuchte zu beschreiben und die minimal erreichbare Restfeuchte RF_{∞} im Verdichtungs-gleichgewicht zu erhalten (siehe Tabelle A.7 im Anhang). Höhere Frequenzen sind für dieses Material nicht anwendbar, da es zu einer Fluidisierung des Filterkuchens wie beim Material GCC 1 kommt. Eine Vorverdichtung bei einer geringeren Frequenz und eine anschließende Anwendung einer höheren Frequenz wie beim GCC 1 kann keine Abhilfe schaffen. Vermutlich ist nach einer Vibrationsanwendung bei 17 Hz bereits der maximale Verdichtungs-zustand durch die Methode eingetreten.

Bei dem voruntersättigten Filterkuchen verringert sich die Restfeuchte durch die Gasdifferenz-druckentfeuchtung bei 80 kPa für 30 s von $21,7 \pm 0,3\%$ nach der Kuchenbildung auf $19,0 \pm 0,3\%$ merklich und korrespondiert mit den Entfeuchtungsdaten der Vibrationsverdichtung bei 5 Hz. Die Reduzierung der Sättigung von $104,7 \pm 3,0\%$ nach der Kuchenbildung auf $80,4 \pm 0,9\%$ nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bringt die Voruntersättigung der Filterkuchen vor der Vibrationsverdichtung zum Ausdruck. Nach Eintrag der Vibrationen bei 17 Hz sind die gemessenen Restfeuchtwerte nach wie vor im Bereich des Ausgangszustands nach der Voruntersättigung bei 0 Schwingungen. Im Rahmen der Standardabweichung ist folglich keine eindeutige Entwässerung durch die oszillierende Scherung sichtbar. Eingetragene Schwingungen bei 17 Hz reduzieren die Restfeuchte von vollständig gesättigten Filterkuchen wirksamer als von voruntersättigten Filterkuchen. Die erheblich niedrigeren Porositätswerte der vollständig gesättigten Filterkuchen im Vergleich zu den voruntersättigten Filterkuchen nach der Vibrationsverdichtung bei 17 Hz in Abbildung 5.9 bestätigen diese Erkenntnis. Die Filterkuchenporosität ist selbst nach der Einbringung der Schwingungen im selben Bereich wie die Ausgangsporosität nach der Kuchenbildung bzw. der Voruntersättigung bei 0 Schwingungen. Demzufolge hemmt eine Voruntersättigung des Filterkuchens im Sättigungsbereich von ca. 80 % vor der Vibrationsverdichtung den Entfeuchtungs- und Verdichtungserfolg der Methode. Da die voruntersättigten Filterkuchen sich im Sättigungsbereich von ca. 80 bis 90 % bewegen, in der laut Ozcan [64, 65] die maximale Scherfestigkeit von Filterkuchen gegenwärtig ist, ist diese Beobachtung plausibel. Die starken Kapillarkräfte in den flüssigkeitsgefüllten Porenkanälen des Filterkuchens, die bei dieser Filterkuchensättigung hauptsächlich wirken, verhindern offenbar die für die Verdichtung notwendige Partikelumlagerung und die Verdrängung der Flüssigkeit aus den Poren.

Ein Vergleich der minimal erreichbaren Restfeuchte von vollständig gesättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen während sowie nach der Verdichtung durch einen uniaxialen Pressdruck in der

CP-Zelle und nach der Vibrationsverdichtung ist in Abbildung 5.10 (a) wiedergegeben. Für die voruntersättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen sind lediglich die minimal erreichbaren Porositätswerte während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle in Abbildung 5.10 (b) aufgeführt. Da kein Entfeuchtungs- bzw. Verdichtungseffekt nach der Vibrationsverdichtung von voruntersättigten Filterkuchen in Abbildung 5.9 zu beobachten ist, entfällt die Darstellung der Porositätswerte nach der Vibrationsverdichtung in Abbildung 5.10 (b). Die Beurteilung des Verdichtungseffekts durch die Pressverdichtung basiert hier auf Grundlage der Porositätswerte, da aufgrund der Untersättigung der Filterkuchen die Restfeuchte während der Pressverdichtung in der CP-Zelle nicht mithilfe von Gleichung 3.5 berechnet werden kann. Die Werte bei einem Pressdruck von 0 kPa beschreiben die Filterkuchenporosität nach der Kuchenbildung bei 80 kPa für die vollständig gesättigten Filterkuchen und nach einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung des Filterkuchens bei 80 kPa für 30 s für die voruntersättigten Filterkuchen.

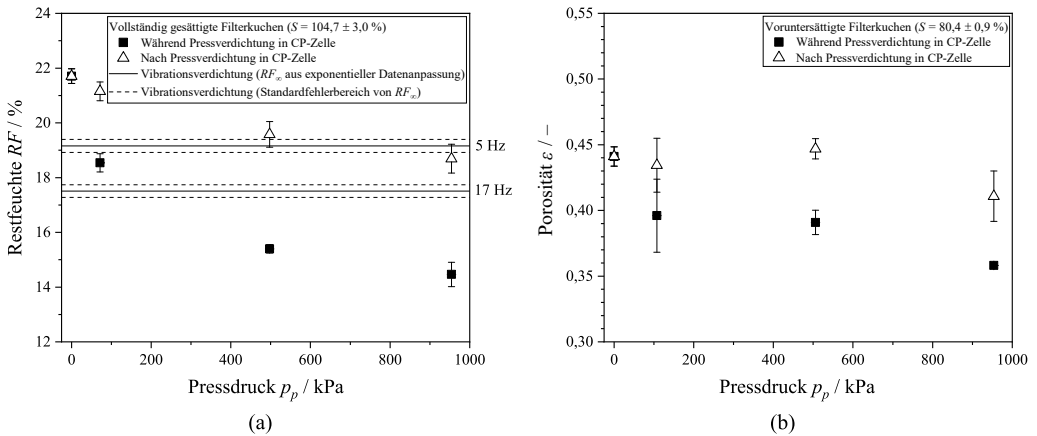


Abbildung 5.10: (a) Minimal erreichbare Restfeuchte von vollständig gesättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung (horizontale Linien). (b) Minimal erreichbare Porosität von voruntersättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle.

Schon bei einem Pressdruck von ungefähr 100 kPa ist eine offensichtliche Entfeuchtung bzw. Verdichtung während der Belastung von vollständig gesättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen festzustellen, die sich mit Erhöhung des Pressdrucks steigert. Die Verdichtungsleistung durch den Schwingungseintrag bei 5 Hz ähnelt den Daten bei einem Pressdruck von 100 kPa. Eine Zunahme der Schwingungsfrequenz auf 17 Hz minimiert die Restfeuchte nur leicht niedriger als eine Pressverdichtung bei 100 kPa. Die Verdichtung bei Pressdrücken von ca. 500 und 950 kPa kompaktieren die vollständig gesättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen wesentlich stärker als der Vibrationseintrag. Bei den voruntersättigten Filterkuchen ist ebenfalls eine Verdichtung durch Verminderung der Porosität während der Pressverdichtung zu verzeichnen. Die erreichbaren Porositätswerten der

vollständig gesättigten Filterkuchen sind niedriger als die Werte der voruntersättigten Filterkuchen während der Pressverdichtung in Abbildung 5.10 (b). Bei einem Pressdruck von ca. 100 kPa ist bei vollständiger Sättigung der Wert mit $0,381 \pm 0,005$ noch im ähnlichen Bereich, bis bei den höheren Pressdrücken von ca. 500 und 950 kPa die Werte mit $0,321 \pm 0,003$ und $0,314 \pm 0,008$ kleiner sind. Genauso wie bei der Vibrationsverdichtung beeinträchtigt die Voruntersättigung des Filterkuchens auch die Wirksamkeit der Verdichtung bei einem uniaxialen Pressdruck, was auf den Festigkeitsanstieg infolge der Untersättigung nach Schubert [15] zurückgeht.

Wie bei den gemahlenen Calciumcarbonat-Materialien fallen unter Berücksichtigung der Filterkuchenentlastung nach der Pressverdichtung deutlich höhere Restfeuchte- oder Porositätswerte für die vollständig gesättigten als auch die voruntersättigten Filterkuchen auf. Die Abweichung zwischen den Werten während und nach der Pressverdichtung leitet sich aus der elastischen Rückdehnung der Filterkuchen im Zuge der Filterkuchentlastung ab. Die elastische Rückdehnung, die durch die relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c in Tabelle 5.3 quantifiziert ist, ist für die vollständig gesättigten Filterkuchen aufgrund der geringen Filterkuchenfestigkeit nach Schubert [15] größer als für die voruntersättigten Filterkuchen.

Tabelle 5.3: Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c von vollständig gesättigten und voruntersättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen durch die elastische Filterkuchenrückdehnung bei der Pressverdichtung in der CP-Zelle.

| Pressdruck / kPa | Δh_c / % | |
|------------------|------------------------------------|--------------------------------------|
| | gesättigt ($S = 104,7 \pm 3,0$ %) | untersättigt ($S = 80,4 \pm 0,9$ %) |
| 100 | $10,9 \pm 3,4$ | $6,8 \pm 1,5$ |
| 500 | $16,6 \pm 2,4$ | $10,2 \pm 3,1$ |
| 950 | $17,5 \pm 3,0$ | $9,0 \pm 3,6$ |

Für das Szenario der vollständigen Sättigung ist eine eindeutige Wiederbefeuchtung des Filterkuchens mit ausgepresster Flüssigkeit, die im Filtermedium und in der Stützstruktur eingelagert ist, durch die elastische Rückdehnung wahrzunehmen. Trotz der Wiederbefeuchtung ist weiterhin ein Verdichtungseffekt für alle Pressdrücke durch die Methode existent. Unter Berücksichtigung der Wiederbefeuchtung ist die Entfeuchtungs- bzw. Verdichtungsleistung der Vibrationsverdichtung bei 5 Hz auf einem gleichen Niveau wie die Pressverdichtung bis 950 kPa. Die Entfeuchtung durch die eingetragenen Schwingungen bei 17 Hz ist dann sogar effektiver als eine Pressverdichtung bis 950 kPa. Da bei den voruntersättigten Filterkuchen die Porositätsdaten nach der Pressverdichtung näherungsweise auf der Höhe des Ausgangszustands nach der Voruntersättigung sind, beruht die Verdichtungswirkung während der Belastung auf einer rein elastischen Verformung des Haufwerks. Auch hier ist als Ursache die erhöhte Festigkeit des Filterkuchens im Untersättigungsbereich von ca. 80 % nach Schubert [15] zu erwähnen. Insofern hat die Pressverdichtung auch nach der

Entlastung eine höhere Wirksamkeit für vollständig gesättigte Filterkuchen als für voruntersättigte Filterkuchen. Eine Aussage über die Wiederbefeuchtung ist für die voruntersättigten Filterkuchen nicht möglich, da keine Restfeuchtwerte während der Belastung bestimmt werden können.

Da die formierten Kupfer-Tailings-Filterkuchen bei Druckdifferenzen größer als 10 kPa eine Untersättigung erleben, ist eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung der Filterkuchen auf der Vakuumfilterplatte der Vibrationsapparatur durchführbar. Dadurch bietet sich die Gelegenheit, die Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei einer Druckdifferenz von 80 kPa äquivalent zum Material GCC 3 in Kapitel 5.1.1 mit der Vibrationsverdichtung bei einer überlagerten Druckdifferenz von 10 kPa gegenüberzustellen. Die Abbildung 5.11 (a) illustriert die Restfeuchteminderung in Abhängigkeit der Zeit für die beiden mechanischen Prozesse, die zur Nachentfeuchtung von Filterkuchen auf vakuumbasierten Filtrationsapparaten wie z.B. auf Bandfiltern vorgesehen sind. Für das identische Material liegen außerdem von Fränkle et al. [116, 117] detektierte Restfeuchtwerte nach einer Pressfiltration und anschließender Gasdifferenzdruckentfeuchtung in einer Filterpresse als eine weitere Filtrations- und Entfeuchtungsmethode, die in Abbildung 5.11 (b) veranschaulicht sind, vor. Dies erlaubt wie für das Material GCC 3 auch einen direkten Vergleich der Entfeuchtungswirkung einer Pressfiltration in einer Filterpresse und der Vakuumfiltration mit zusätzlichem Vibrationseintrag.

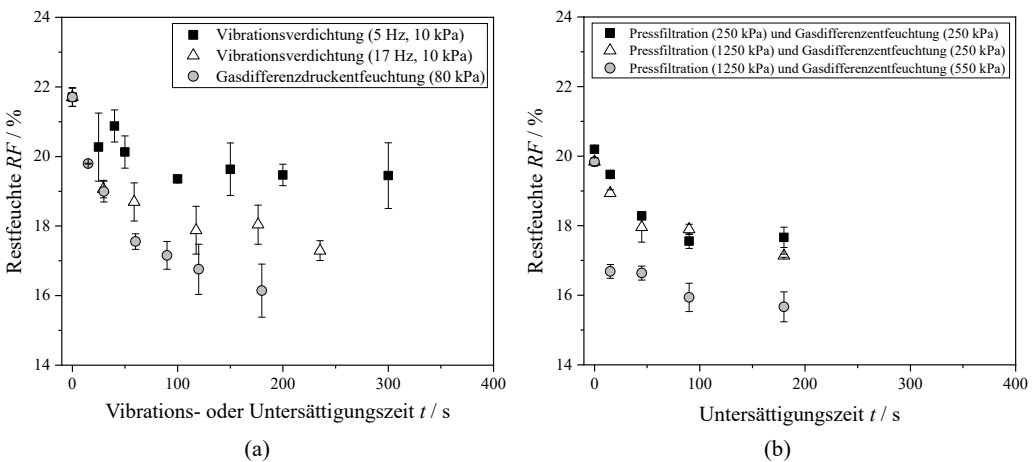


Abbildung 5.11: Zeitliche Änderung der Restfeuchte von Kupfer-Tailings-Filterkuchen (a) nach der Vibrationsverdichtung bei unterschiedlichen Frequenzen und nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa in der Vibrationsapparatur ($h_{c,0} = 8 \text{ mm}$) und (b) nach einer Pressfiltration in einer Filterpresse mit anschließender Gasdifferenzdruckentfeuchtung ($h_{c,0} = 40 \text{ mm}$) aus Fränkle et al. [116, 117].

Begutachtet man die Referenzwerte nach der Kuchenbildung in der Vibrationsanlage bei 80 kPa und in der Filterpresse bei 250 sowie 1250 kPa ($t = 0$), fällt auf, dass die Filterpresse trotz der deutlich höheren Filtrationsdrücke nur eine etwas geringe Restfeuchte um ca. 1,5 und 1,9 Prozentpunkte

nach der Kuchenbildung erzielt. In Anbetracht der gemessenen geringen Kompressibilität des Materials unter uniaxialer Pressung in Kapitel 4.2 ist diese schwache Entfeuchtungswirkung entgegen des hohen Pressdrucks nicht ungewöhnlich. Die Werte nach der Kuchenbildung in der Filterpresse sind im Allgemeinen ähnlich zu den ermittelten Werten nach der Pressverdichtung bei vergleichbaren Pressdrücken in der CP-Zelle (siehe Abbildung 5.10 (a)). Auch in der Filterpresse nimmt der Filterkuchen wie in der CP-Zelle ausgepresste Flüssigkeit aufgrund der elastischen Filterkuchenrückdehnung wieder auf, da kein filtratseitiger Unterdruck in der Filterpresse die Flüssigkeit im Filtermedium nach der Verdichtung durch Luft ersetzt. Dies unterstreicht, dass die CP-Zelle eine passende Apparatur zur Nachbildung der Pressfiltration bzw. -verdichtung in einer Filterpresse ist. Die Werte in der CP-Zelle sind lediglich geringfügig niedriger als die Werte in der Filterpresse. Zum einen unterscheidet sich die Art der Aufbringung des Pressdrucks in beiden Apparaturen, den in der CP-Zelle ein Pressstempel erzeugt und in der Filterpresse eine Suspensionspumpe hydraulisch generiert. Zum anderen ist ein Nachpressen bei hohen Drücken im Anschluss an eine Kuchenbildung bei einem geringen Filtrationsdruck laut Alles [31], wie es in der CP-Zelle geschieht, bezüglich der Entfeuchtung effektiver. Die Anwendung von Schwingungen bei 5 Hz entfeuchtet den Filterkuchen in etwa genauso stark wie eine Filterpresse bei einem Druck von 1250 kPa. Bei einer Frequenz von 17 Hz verursacht die Methode sogar eine effektivere Filterkuchenentwässerung als eine Pressfiltration in einer CP-Zelle bei einem Pressdruck von 1250 kPa. was den Vorteil der Vibrationsverdichtung im Vergleich zur Pressfiltration in einer Filterpresse für dieses Material hervorhebt.

Eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung nachfolgend auf die Pressfiltration verstärkt die Entfeuchtung in der Filterpresse für beide Pressdrücke durch Untersättigung des Filterkuchens. Bei einem angelegten Gasdifferenzdruck von 250 kPa setzt das Verfahren die Restfeuchte näherungsweise auf das gleiche Niveau wie die Vibrationsverdichtung bei 17 Hz ab. Ein höherer Gasdifferenzdruck von 550 kPa vermindert die Restfeuchte in kürzerer Zeit bei gleicher Kuchenhöhe sogar noch stärker, was mit bisherigen Kenntnissen aus der Literatur [24] übereinstimmt. Die Restfeuchte landet dabei sogar auf einem Niveau um ca. 1,8 Prozentpunkte unterhalb der Vibrationsverdichtung, weshalb diese Prozessführung bezüglich der Entfeuchtungswirkung effektiver als der Vibrationseintrag ist.

Die Nachentfeuchtung durch einen Gasdifferenzdruck von 80 kPa auf der Vakuumfilterplatte nach der Kuchenbildung bei 80 kPa senkt die Restfeuchte um ca. 1,4 Prozentpunkte tiefer als die Vibrationsverdichtung. Erstaunlich ist, dass es ungeachtet des immens niedrigeren Filtrations- und Gasdifferenzdrucks während der Untersättigung nach 120 s zu einer identischen Entfeuchtungswirkung wie in der Filterpresse kommt. Jedoch verläuft die Entfeuchtung bei einem höheren Gasdifferenzdruck in der Filterpresse bekanntermaßen erheblich schneller als bei einem geringen Gasdifferenzdruck von 80 kPa in der Vakuumfilterplatte der Vibrationsanlage ab. Hierbei ist mit Verweis auf das Kapitel 2.3.1 zu berücksichtigen, dass nur in den ersten Sekunden der Untersättigung eine rein mechanische Entwässerung durch Verdrängung der Porenflüssigkeit

vorliegt, bevor infolge von Gasdurchbrüchen in bereits entleerten, größeren Poren auch eine thermische Entfeuchtung durch Verdunstung hinzukommt [15, 24, 82, 83]. Bei einer geringeren Kuchenhöhe wie im Fall des Filterkuchens der Vakuumfilterplatte spielt sich die Untersättigung durch einen Gasdifferenzdruck schneller ab als bei höheren Filterkuchenhöhen [24]. Dadurch tritt auch eine thermische Entfeuchtung schneller auf und hat eine größere Auswirkung auf die Entfeuchtung eines dünneren Filterkuchens mit einer Höhe von ca. 8 mm auf der Vakuumfilterplatte gegensätzlich zu einem dickeren Filterkuchen mit einer Höhe von ca. 40 mm in der Filterpresse. Dieser Umstand erklärt, weshalb eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa in der Vakuumfilterplatte zu der gleichen Entfeuchtung wie die deutlich aufwendigere Pressfiltration mit anschließender Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei höheren Drücken in der Filterpresse gelangt. Damit ist auch das Ausmaß der rein mechanischen Entfeuchtungswirkung durch die Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa und durch den Schwingungseintrags bei 17 Hz in etwa gleich. Durch das Einsetzen der parallel stattfindenden thermischen Entfeuchtung nach kurzer Zeit ist eine Entfeuchtung durch die Gasdifferenzdruckentfeuchtung etwas wirkungsvoller als die Vibrationsverdichtung.

5.1.5 Partikelsegregation

Zeitliche Schwankungen der Feststoffvolumenkonzentration von Suspensionen, die in industriellen Filtrationsprozessen gemäß Stickland [58] in Erscheinung treten können, können neben einer Voruntersättigung des Filterkuchens auch eine Partikelsegregation vor dem Nachentfeuchtungsschritt hervorbringen. Die Partikelsegregation, auf die das Kapitel 2.2 umfassend eingeht, ist die Konsequenz einer zu geringen Feststoffvolumenkonzentration der Suspension mit einer breiten Partikelgrößenverteilung während der Kuchenbildung. Daraus entsteht eine heterogen aufgebaute Filterkuchen mit eher kleineren Partikeln in oberen Schichten und eher größeren Partikeln in unteren Schichten. Bisher wurde die Vibrationsverdichtung nur für den Idealfall des homogen aufgebauten Filterkuchens mit gleichmäßiger Partikelgrößenverteilung betrachtet. Dieses Kapitel behandelt daher die Auswirkung der Partikelsegregation während der Kuchenbildung auf die Vibrations- und Pressverdichtung anhand von zwei Suspensionen aus dem breit verteilten Material GCC 5 bei einer hohen und niedrigen Feststoffvolumenkonzentration.

Da der Filterkuchenzustand nach der Kuchenbildung der Ausgangszustand für den darauffolgenden Entfeuchtungsschritt durch Verdichtung ist, ist zunächst eine Charakterisierung der Kuchenbildung für die zwei gewählten Feststoffvolumenkonzentrationen der Suspension unerlässlich. In Abbildung 5.12 (a) und (b) sind die kumulativen Partikelgrößenverteilungen in den 1 mm dicken Schichten von Filterkuchen, die nach der Kuchenbildung aus Suspensionen mit GCC 5 bei einer Feststoffvolumenkonzentration von 40 und 10 % auf der Vakuumfilterplatte der Vibrationsanlage entstehen, illustriert. Dünnere Schichten als 1 mm können mithilfe der verwendeten Schneidvorrichtung

in Abbildung 3.3 (b) nicht aus den Filterkuchen geschnitten werden. Insofern ist die zuletzt herausgeschnittene oberste Filterkuchenschicht etwas dicker als 1 mm.

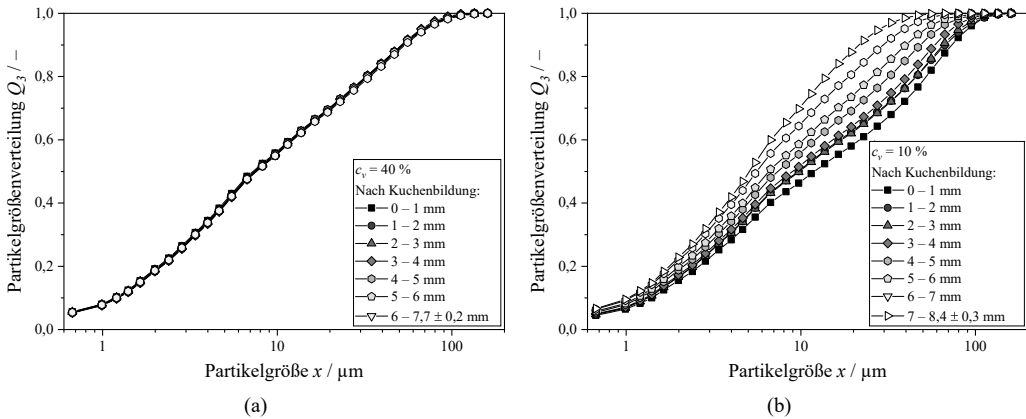


Abbildung 5.12: Kumulative Partikelgrößenverteilungen in den verschiedenen Filterkuchenschichten aus GCC 5 nach der Kuchenbildung auf der Vakuumfilterplatte der Vibrationsanlage ausgehend von einer Suspension mit einer Feststoffvolumenkonzentration von (a) 40 % und (b) 10 %. Die Filterkuchenschicht 0 – 1 mm beschreibt die unterste Filterkuchenschicht direkt am Filtermedium.

Die identischen Partikelgrößenverteilungen in jeder Schicht bei einer Feststoffvolumenkonzentration von 40 % in Abbildung 5.12 (a) belegen eine homogene Filterkuchenstruktur mit einer gleichmäßigen Partikelgrößenverteilung innerhalb des Filterkuchens. Bei der geringeren Feststoffvolumenkonzentration von 10 % in Abbildung 5.12 (b) liegen in den unteren Filterkuchenschichten nahe des Filtertuchs eher größere Partikel vor. In den oberen Schichten sind wiederum eher feinere Partikel vorzufinden. Die Partikelgrößenverteilung innerhalb des Filterkuchens verschiebt sich nach links in Richtung feinerer Partikel mit zunehmender Filterkuchenhöhe. Somit ergibt sich ein heterogener Filterkuchenaufbau durch den Partikelsegregationseffekt. Schließlich sind die ausgewählten Feststoffvolumenkonzentrationen zweckmäßig, um homogene und heterogene Filterkuchen für die Untersuchung des Einflusses des Segregationseffekts auf die Vibrations- und Pressverdichtung zu erzeugen.

Inwiefern sich ein homogener und heterogener Filterkuchenaufbau auf typische Filterkucheneigenschaften wie die Kuchenhöhe und die Restfeuchte auswirken, ist der Tabelle 5.4 zu entnehmen. Die Restfeuchte der homogen aufgebauten Filterkuchen bei 40 % in der unteren, Filtertuch nahen Schicht und in der oberen Schicht decken sich in etwa aufgrund der gleichmäßigen Partikelgrößenverteilung im Filterkuchen. Eine etwas niedrigere Restfeuchte ist in der unteren Schicht sichtbar. Dies geht zurück auf den Feststoffgerüstdruck während der Kuchenbildung, der durch Zunahme in Durchströmungsrichtung sein Maximum direkt am Filtermedium erreicht. Ein Porositätsgradient über die Filterkuchenhöhe, der gemäß der Literatur [31, 78] kennzeichnend

für kompressible Filterkuchen ist (siehe Kapitel 2.2), ist das Ergebnis. Die unteren Schichten am Filtermedium sind dicht gepackt, währenddessen die oberen Schichten porösere Strukturen aufweisen. Daher nimmt die lokale Filterkuchenrestfeuchte, die bei vollständiger Sättigung des Filterkuchens mit der Porosität korreliert, über die Kuchenhöhe von unten nach oben zu.

Tabelle 5.4: Filterkuchenhöhe h_c und Restfeuchte RF in der unteren und oberen Filterkuchenschicht nach der Kuchenbildung aus Suspensionen mit GCC 5 bei zwei ausgewählten Feststoffvolumenkonzentrationen c_v auf der Vakuumfilterplatte der Vibrationsanlage.

| c_v / % | $h_{c,0}$ / mm | RF / % | |
|-----------|----------------|----------------|----------------|
| | | unten | oben |
| 40 | $8,1 \pm 0,3$ | $17,9 \pm 0,3$ | $18,3 \pm 0,4$ |
| 10 | $9,0 \pm 0,6$ | $17,7 \pm 0,3$ | $20,2 \pm 0,9$ |

Die auftretende Partikelsegregation bei 10 % ruft insgesamt eine höhere Restfeuchte und einen größeren Restfeuchteunterschied zwischen unterer und oberer Schicht im Vergleich zum homogenen Filterkuchenaufbau bei 40 % hervor. Diese Beobachtung ist eine typische Konsequenz der Partikelsegregation für den gebildeten Filterkuchen [59, 60, 63]. Die feineren Partikel in der oberen Schicht bilden offenere Strukturen mit höherer Restfeuchte als die untere Schicht mit eher größeren Partikeln. Kleinere Partikel füllen nicht die Lücken zwischen größeren Partikeln bei der Partikelsegregation, weshalb der gesamte segregierte Filterkuchen weniger kompaktiert und damit feuchter im Vergleich zum homogen aufgebauten Filterkuchen ist. Daraus leitet sich auch die höhere Kuchenhöhe nach der Kuchenbildung bei 10 % bei konstanter Feststoffmasse der zu filtrierenden Suspension ab.

Die Änderung der Restfeuchte von segregierten ($c_v = 10\%$) und homogenen ($c_v = 40\%$) Filterkuchen aus GCC 5 über die Anzahl der eingetragenen Schwingungen bei 17 und 40 Hz ist in Abbildung 5.13 (a) und (b) zu finden. Allgemein vermindert die Vibrationsverdichtung für beide Frequenzen die Restfeuchte von homogenen und segregierten Filterkuchen mit zunehmender Schwingungsanzahl. Eine Erhöhung der Frequenz bewirkt für beide Feststoffvolumenkonzentrationen kompaktere und trockenere Filterkuchen. Anfangs fällt die Restfeuchte für die beiden unterschiedlich formierten Filterkuchen sprunghaft ab, bis nach wenigen eingetragenen Schwingungen das Verdichtungsgleichgewicht erreicht ist und somit ein fortführender Schwingungseintrag keine weitere Flüssigkeit mehr aus dem Kuchen entfernt. Die Restfeuchteabnahme ist in allen Fällen exponentiell, weshalb die übliche Approximation der experimentellen Daten mithilfe der Gleichung 2.15 anwendbar ist. Die Parameter und korrigierten Bestimmtheitsmaße der Datenapproximation mittels des Levenberg-Marquardt-Algorithmus in Origin 2019b befinden sich in Tabelle A.5 für die homogenen Filterkuchen und in Tabelle A.8 für die segregierten Filterkuchen im Anhang.

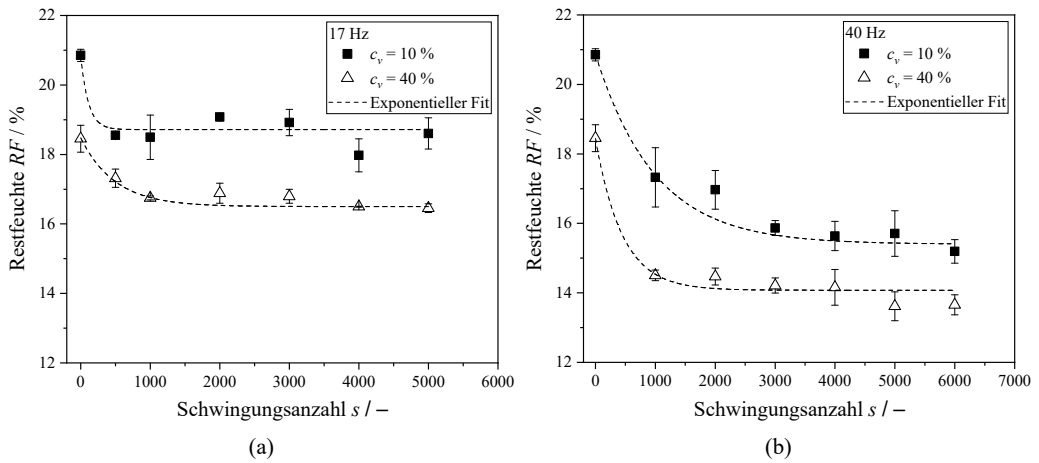


Abbildung 5.13: Restfeuchte der homogenen und segregierten Filterkuchen aus GCC 5 nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung bei einer Frequenz von (a) 17 Hz und (b) 40 Hz. Die exponentielle Datenanpassung mit Gleichung 2.15 ist dargestellt durch die gestrichelte Linie.

Die bereits erwähnte Ausgangssituation nach der Kuchenbildung ist für beide Feststoffvolumenkonzentrationen verschieden. Durch die Partikelsegregation ist der Filterkuchen bei 10 % feuchter nach der Kuchenbildung im Gegensatz zum homogen aufgebauten Filterkuchen bei 40 %. Sowohl nach der Vibrationsverdichtung bei 17 und 40 Hz ist die minimal erreichbare Filterkuchenrestfeuchte von $16,5 \pm 0,0 \%$ und $14,1 \pm 0,2 \%$ für die homogenen Filterkuchen bei 40 % niedriger im Vergleich zu den segregierten Filterkuchen bei 10 %. Eine Verminderung der Restfeuchte von segregierten Filterkuchen auf Werte von $18,7 \pm 0,1 \%$ und $15,4 \pm 0,0 \%$ ist durch die Anwendung der oszillierenden Scherung bei 17 und 40 Hz gegenwärtig. Allerdings ist die Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungswirkung durch die Methode deutlich geringer im Vergleich zu homogen aufgebauten Filterkuchen bei 40 %. Der Segregationseffekt während der Filterkuchenbildung durch die geringe Feststoffvolumenkonzentration der Suspension schränkt somit den Erfolg der darauffolgenden Vibrationsverdichtung ein.

Die Partikelgrößenverteilungen der ca. 1 mm dicken Kuchenschichten nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung bei der höchsten Frequenz von 40 Hz in den Abbildungen 5.14 (a) und (b) dienen der Charakterisierung der Partikelumlagerung während der Vibrationsverdichtung. Aufgrund der verringerten Kuchenhöhe nach der Vibrationsentfeuchtung von homogenen Filterkuchen ist die Anzahl der untersuchten Schichten um eine Schicht im Vergleich zum Zustand nach der Kuchenbildung vermindert. Die Partikelgrößen sind in homogenen Filterkuchen nach der Kuchenbildung gleichmäßig über die Kuchenhöhe verteilt. Auch nach der Vibrationsverdichtung sind die Partikelgrößenverteilungen in allen Kuchenschichten gleich. Somit liegt eine gleichmäßige Partikelgrößenverteilung innerhalb des Filterkuchens sowohl nach der Kuchenbildung als auch nach der Vibrationsverdichtung vor. Eine Entmischung der ursprünglich über die Kuchenhöhe

gleichmäßig verteilten Partikeln durch die Vibrationsanwendung tritt nicht auf. Da es zu keiner nennenswerten Höhenreduzierung des segregierten Filterkuchens durch den Schwingungseintrag kommt, ist die Anzahl der herausgeschnittenen Kuchenschichten nach der Kuchenbildung und dem Vibrationseintrag identisch. Die Verschiebung der Partikelgrößenverteilung zu feineren Partikelgrößen mit zunehmender Kuchenhöhe bzw. steigendem Abstand zum Filtermedium bleibt auch nach der Vibrationsverdichtung bestehen. Die Partikelgrößenverteilungen in den jeweiligen Schichten nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung decken sich ungefähr. Das heißt, dass keine Homogenisierung der Partikelgrößenverteilung innerhalb der Kuchenstruktur durch eine Bewegung von feineren Partikeln aus den oberen Schichten in die Lücken zwischen größeren Partikeln in den unteren Schichten stattfindet. Es ist davon auszugehen, dass sich die Partikelumlagerung nicht weitreichend über die Kuchenhöhe, sondern nur lokal im Mikroskalenbereich ereignet. Dies erklärt das deutlich geringere Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungspotential eines segregierten Filterkuchens durch die Vibrationsverdichtung im Gegensatz zu einem homogenen Filterkuchen.

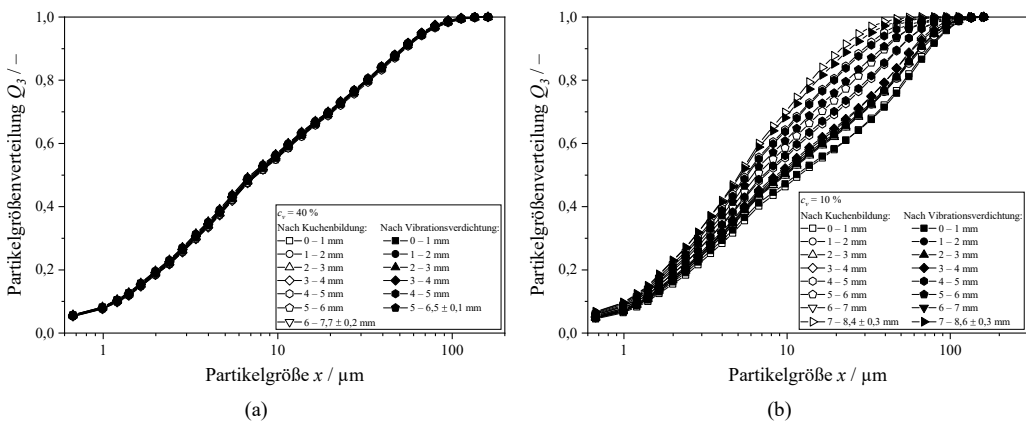


Abbildung 5.14: Kumulative Partikelgrößenverteilungen in den verschiedenen Schichten von (a) homogenen und (b) segregierten Filterkuchen aus GCC 5 nach der Kuchenbildung und Vibrationsverdichtung bei 40 Hz und 6000 Schwingungen. Die unterste Schicht direkt am Filtermedium stellt die Schicht 0 – 1 mm dar.

Die Tabelle 5.5 fasst die erreichten Restfeuchten in der unteren und oberen Schicht von homogenen und segregierten Filterkuchen nach der Vibrationsverdichtung bei 17 Hz (1000 Schwingungen) und 40 Hz (6000 Schwingungen) zusammen. Entsprechend der exponentiellen Verdichtungskinetiken der Filterkuchen in Abbildung 5.13 ist bei den gewählten eingetragenen Schwingungszahlen bei der jeweiligen Frequenz vom stationären Gleichgewichtszustand auszugehen. Eine Verminderung der Restfeuchte ist sowohl in der unteren als auch oberen Filterkuchenschicht für beide Feststoffvolumenkonzentrationen im Vergleich zum ursprünglichen Zustand nach der Kuchenbildung (siehe Tabelle 5.4) ersichtlich. Eine Frequenzerhöhung verbessert in beiden

Fällen die mechanische Entfeuchtung bzw. Verdichtung in der unteren und oberen Schicht. Daraus leitet sich ab, dass die mechanische Leistung durch die oszillierende Platte auf der Filterkuchenoberfläche nicht nur den oberen Filterkuchenbereich nahe der Platte, sondern auch die untere Filterkuchenschicht erreicht. Die Entfeuchtungszustände in der unteren und oberen Schicht sind für die homogen aufgebauten Filterkuchen bei 40 % nach der Vibrationsverdichtung wie auch nach der Kuchenbildung nahezu übereinstimmend. Auch bei den segregierten Filterkuchen bei 10 % bleibt der Restfeuchteunterschied zwischen unterer und oberer Schicht, der bereits nach der Kuchenbildung präsent ist, auch nach der Vibrationsverdichtung existent. Die obere Kuchenschicht weist weiterhin eine höhere Restfeuchte als die untere Kuchenschicht auf. Da es zu keiner gleichmäßigen Partikeldurchmischung zwischen den feineren Partikeln in der oberen Schicht und den größeren Partikeln in der unteren Schicht durch den Vibrationseintrag kommt, wie die Partikelgrößenanalysen in Abbildung 5.14 herausstellen, füllen die feinen Partikel nicht alle Hohlräume zwischen den größeren Partikeln aus. Darum ist nicht der gleiche Verdichtungszustand wie bei einem homogen aufgebauten Filterkuchen erzielbar.

Tabelle 5.5: Restfeuchte RF in der unteren und oberen Schicht von segregierten ($c_v = 10\%$) und homogenen ($c_v = 40\%$) Filterkuchen aus GCC 5 nach einer Vibrationsverdichtung bei 17 Hz (1000 Schwingungen) und 40 Hz (6000 Schwingungen).

| Frequenz / Hz | c_v / % | RF / % | |
|---------------|-----------|----------------|----------------|
| | | unten | oben |
| 17 | 40 | $15,8 \pm 0,2$ | $16,3 \pm 0,2$ |
| | 10 | $16,4 \pm 0,4$ | $19,7 \pm 0,3$ |
| 40 | 40 | $13,6 \pm 0,8$ | $13,8 \pm 1,0$ |
| | 10 | $13,5 \pm 0,1$ | $15,6 \pm 0,3$ |

In Abbildung 5.15 sind die minimal erreichbaren Restfeuchten von homogenen und segregierten Filterkuchen aus GCC 5 durch die Pressverdichtung in der CP-Zelle während und nach der Belastung und durch den Vibrationseintrag gegenübergestellt. Die Anwendung eines uniaxialen Pressdrucks in der CP-Zelle senkt die Restfeuchte erheblich, wobei die Entfeuchtung durch die Pressverdichtung für homogene Filterkuchen wirksamer als für segregierte Filterkuchen ist. Ein zunehmender Pressdruck verstärkt in beiden Fällen die Verdichtungs- und Entfeuchtungswirkung des Verfahrens. Betrachtet man die Ergebnisse von homogenen Filterkuchen während der Belastung durch den Pressdruck, kann lediglich die Vibrationsverdichtung bei der höchsten Frequenz von 40 Hz mit der Pressverdichtung bis ca. 480 kPa mithalten. Für segregierte Filterkuchen beseitigt die Vibrationsverdichtung bei 40 Hz sogar etwas mehr Flüssigkeit aus dem Filterkuchen als die Pressverdichtung bei ca. 480 kPa. Die Steigerung des Pressdrucks bis ca. 930 kPa erniedrigt die Filterkuchenrestfeuchte für homogene und segregierte Filterkuchen intensiver im Vergleich zur

Vibrationsverdichtung bis zu 40 Hz. Die Pressverdichtung hat folglich für beide unterschiedlich aufgebauten Filterkuchen in Bezug auf die Entfeuchtungswirkung einen Vorteil gegenüber der Vibrationsentfeuchtung, wenn man sich die Werte während der Belastung anschaut.

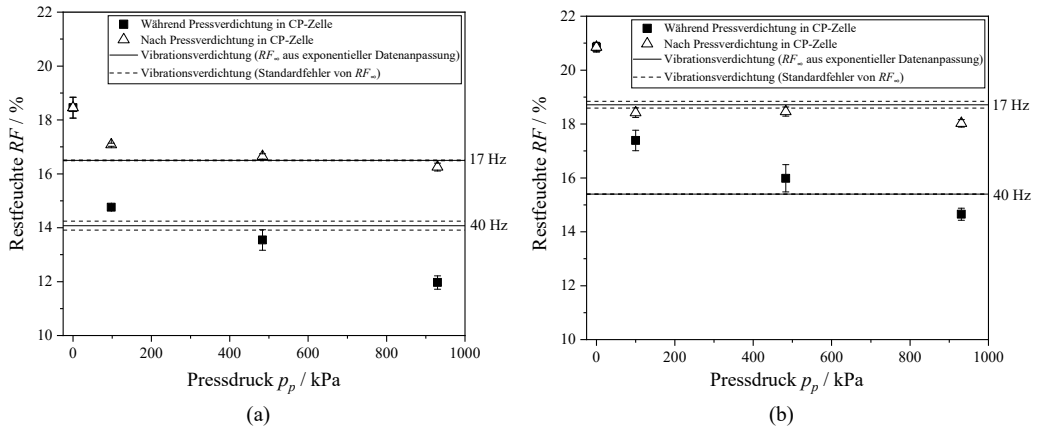


Abbildung 5.15: Minimal erreichbare Restfeuchte von (a) homogenen ($c_v = 40\%$) und (b) segregierten ($c_v = 10\%$) Filterkuchen aus GCC 5 während und nach dem Pressen in der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung (horizontale Linien).

Bei Betrachtung der Situation nach der Pressverdichtung sticht auch hier heraus, dass die Restfeuchtwerte der segregierten Filterkuchen wie bei den homogenen Filterkuchen aus GCC 5 nach der Entlastung größer als während der Belastung sind. Diese Beobachtung ist ebenfalls in der bereits ausgeführten elastischen Rückdehnung der Filterkuchen und daraus abgeleiteten Wiederbefeuchtung der Filterkuchen begründet (siehe Kapitel 5.1.1 und 5.1.2). Die relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c in Tabelle 5.6 kennzeichnet die elastische Filterkuchenrückdehnung.

Tabelle 5.6: Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c von homogenen ($c_v = 40\%$) und segregierten ($c_v = 10\%$) Filterkuchen aus GCC 5 nach der Pressverdichtung bei verschiedenen Pressdrücken in der CP-Zelle.

| Pressdruck / kPa | Δh_c / % | |
|------------------|------------------|----------------|
| | $c_v = 40\%$ | $c_v = 10\%$ |
| 100 | $11,9 \pm 1,2$ | $8,6 \pm 0,4$ |
| 480 | $11,9 \pm 0,4$ | $10,6 \pm 1,8$ |
| 930 | $15,9 \pm 1,0$ | $13,1 \pm 1,5$ |

Während die relative Kuchenhöhenzunahme der homogenen Filterkuchen von $11,9 \pm 1,2\%$ bei 100 kPa bis $15,9 \pm 1,0\%$ bei 930 kPa zunimmt, ist für segregierte Filterkuchen ein Zuwachs der Filterkuchenhöhe von $8,6 \pm 0,4\%$ bei 100 kPa auf $13,1 \pm 1,5\%$ bei 930 kPa auszumachen. Der

niedrigere Verdichtungszustand während der Belastung belegt die insgesamt geringe elastische Rückdehnung der segregierten Filterkuchen im Gegensatz zu den homogenen Filterkuchen. Vergleicht man die Restfeuchten nach dem Schwingungseintrag und nach der Pressverdichtung, verfügt die Vibrationsverdichtung über einen höheren Benefit hinsichtlich der Entfeuchtung für beide Filterkuchen mit abweichendem Filterkuchenaufbau. Bei 17 Hz sind die Restfeuchtwerte noch auf etwa gleicher Höhe wie die Werte nach einer Pressverdichtung bis 930 kPa. Bei 40 Hz ist der Vibrationseintrag wie bei den anderen gemahlenen Calciumcarbonaten wirksamer als die Pressverdichtung.

Die Restfeuchten in der unteren und oberen Schicht der Filterkuchen nach der Pressverdichtung bei 100 und 930 kPa sind in Tabelle 5.7 zusammengetragen. Die Pressverdichtung kompaktiert sowohl die untere als auch obere Schicht der homogenen Filterkuchen bei beiden Drücken, sodass danach ungefähr gleiche Restfeuchtwerte in beiden Schichten wie nach dem Schwingungseintrag (siehe Tabelle 5.5) aufzufinden sind. Der Restfeuchteunterschied zwischen den beiden Schichten des segregierten Filterkuchens, der schon nach der Kuchenbildung in Tabelle 5.4 existiert, ist gleichartig zur Vibrationsverdichtung auch nach der Pressverdichtung noch vorhanden. Gegensätzlich zur Vibrationsverdichtung widerfährt der unteren Schicht des segregierten Filterkuchens nahe des Filtermediums selbst bei einem Pressdruck von 930 kPa keine Änderung der Restfeuchte im Vergleich zur Ausgangslage nach der Kuchenbildung. Nur in der oberen Filterkuchenschicht mit den feinen Partikeln entfaltet die Pressverdichtung seine Entfeuchtungswirkung. Demgegenüber steht eine merkliche Filterkuchenentfeuchtung durch den Eintrag der oszillierenden Scherung in beiden Filterkuchenschichten. Aus der tiefergehenderen Wirkung des Vibrationseintrags folgt demnach eine wirksamere mechanische Entfeuchtung der segregierten Filterkuchen als bei der Pressverdichtung. Da die Anzahl der herausgeschnittenen Schichten bei gemahlenen Calciumcarbonaten aufgrund der geringen Restfeuchte auf zwei begrenzt ist (siehe Kapitel 4.2), behandelt das Kapitel 5.3 die höher aufgelöste Tiefenwirkung der Vibrations- und Pressverdichtung durch Schneiden von Filterkuchen aus PCC in mehr als zwei Schichten noch ausführlicher.

Tabelle 5.7: Restfeuchte RF in der unteren und oberen Schicht von homogenen ($c_v = 40\%$) und segregierten ($c_v = 10\%$) Filterkuchen aus GCC 5 nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle.

| Pressdruck / kPa | c_v / % | RF / % | |
|------------------|-----------|----------------|----------------|
| | | unten | oben |
| 100 | 40 | $16,3 \pm 0,7$ | $16,7 \pm 0,5$ |
| | 10 | $17,9 \pm 0,6$ | $19,1 \pm 0,3$ |
| 930 | 40 | $15,3 \pm 0,1$ | $15,7 \pm 0,2$ |
| | 10 | $17,9 \pm 0,1$ | $18,6 \pm 0,3$ |

5.2 Partikelgrößenverteilung und Feststoffmasse nach dem Vibrationseintrag

Für die industrielle Anwendbarkeit der Vibrationsverdichtung ist entscheidend, dass das Verfahren den Feststoffmassendurchsatz nicht beschränkt und das Produkt auch nach der oszillierenden Scherung dessen Partikelgrößenverteilung weiterhin beibehält. Hierfür ist einerseits zu überprüfen, ob aus der Partikelumlagerung im Filterkuchen, die die Schwingungsanwendung anregt, ein verringerter Feststoffmassendurchsatz infolge einer Partikelpenetration durch das Filtermedium resultiert. Eine geeignete Größe ist dafür der Feststoffmassenerhalt ϕ_s , der das Verhältnis zwischen der anfangs mit der Suspension auf die Vakuumfilterplatte aufgegebenen Feststoffmasse und der zurückgebliebenen Feststoffmasse des Filterkuchens auf dem Filtermedium nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung wiedergibt. Die Tabelle 5.8 trägt den Feststoffmassenerhalt ϕ_s für homogen und segregiert aufgebaute Filterkuchen aus GCC 5 nach der Kuchenbildung und Vibrationsverdichtung bei dem höchsten betrachteten Energieeintrag bei 40 Hz und 6000 Schwingungen zusammen.

Tabelle 5.8: Feststoffmassenerhalt ϕ_s nach der Kuchenbildung und Vibrationsverdichtung bei 40 Hz und 6000 Schwingungen von homogenen ($c_v = 40\%$) und segregierten ($c_v = 10\%$) Filterkuchen aus GCC 5.

| $c_v / \%$ | $\phi_s / \%$ | |
|------------|----------------|-----------------------|
| | Kuchenbildung | Vibrationsverdichtung |
| 40 | $99,4 \pm 0,1$ | $99,3 \pm 0,1$ |
| 10 | $99,2 \pm 0,0$ | $98,0 \pm 0,2$ |

Die Feststoffmasse, die nach der Kuchenbildung bei beiden Feststoffvolumenkonzentrationen im Filterkuchen bleibt, ist nahezu gleichwertig mit der Feststoffmasse der in die Vakuumfiltereinheit gefüllten Suspension. Für beide Feststoffvolumenkonzentrationen ist somit eine Partikelpenetration durch das Filtertuch während der Partikelbrückenbildung vernachlässigbar. Eine langsame Partikelbrückenbildung über den Poren des Filtermediums während der Kuchenbildung bei sehr niedriger Feststoffvolumenkonzentration bewirkt eine höhere Partikelpenetration, was sich in dem etwas geringeren Feststoffmassenerhalt für 10 % als für 40 % äußert. Die Feststoffmasse des homogenen Filterkuchens fällt selbst nach der Vibrationsverdichtung fast mit der zugeführten Feststoffmasse in der Suspension zusammen. Außerdem ändert sich der Feststoffmassenerhalt im Vergleich zur Kuchenbildung nicht. Eine geringfügige Verminderung von ϕ_s nach der Vibrationsverdichtung zeigt sich allerdings für 10 %. Dies hängt damit zusammen, dass der Filterkuchen bei dem vorliegenden Entfeuchtungszustand nach dem Vibrationseintrag stärker am Filtertuch anhaftet und so die vollständige Entnahme des Filterkuchens erschwert. Im Allgemeinen ergibt

sich aus der Anwendung der oszillierenden Scherung kein Feststoffmassenverlust durch eine Partikelpenetration durch das Filtertuch.

Die Partikelgrößenverteilungen des Ausgangsmaterials GCC 5, der homogenen und segregierten Filterkuchenproben aus GCC 5 über die gesamte Kuchenhöhe nach der Kuchenbildung und Vibrationsverdichtung in den Abbildungen 5.16 (a) und (b) fungieren zur Überprüfung des Erhalts der Partikelgrößenverteilung nach der Vibrationsverdichtung. Für die homogen aufgebauten Filterkuchen bei 40 % und der segregierten Filterkuchen bei 10 % überlappen sich alle Partikelgrößenverteilungen exakt. Die Übereinstimmung der Partikelgrößenverteilung des Ausgangsmaterials und der Proben nach der Kuchenbildung verrät wie der Feststoffmassenerhalt, dass die Partikelpenetration durch das Filtermedium während der Kuchenbildung vernachlässigbar klein ausfällt. Ebenso sind die Partikelgrößenverteilungen nach der Vibrationsverdichtung, nach der Kuchenbildung und des Ausgangsmaterials deckungsgleich. Deshalb ist eine Partikelzerkleinerung oder eine signifikante Penetration feiner Partikel durch das Filtermedium infolge des Schwingungseintrags auszuschließen. Die Partikelgrößenverteilung als wichtige Materialeigenschaft bleibt auch nach der Vibrationsverdichtung von mineralischen Filterkuchen aus Calciumcarbonat bei den untersuchten Vibrationsparameter bestehen. Eine Überprüfung der Partikelzerkleinerung nach der Pressverdichtung entfällt, da nach Wiedemann [23] erst bei extrem hohen Pressdrücken außerhalb des Anwendungsbereichs der Fest-Flüssig-Trennung Partikelbrüche auftreten.

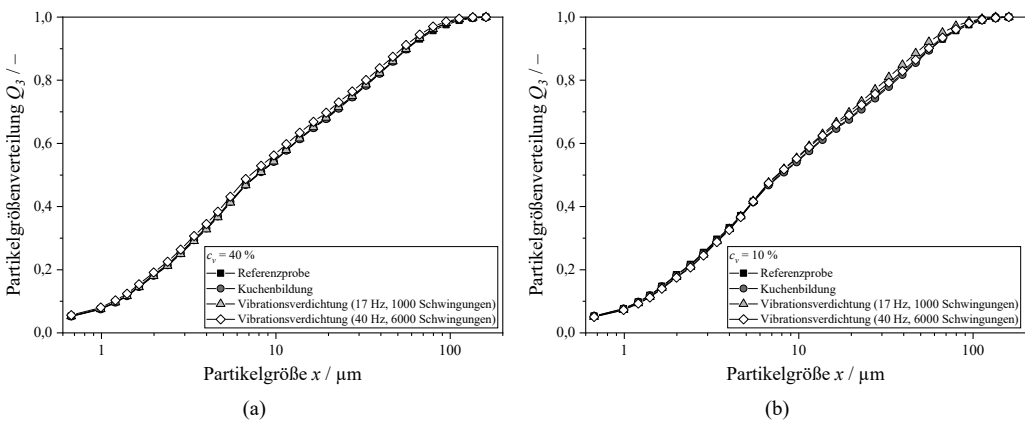


Abbildung 5.16: Kumulative Partikelgrößenverteilungen der (a) homogenen und (b) segregierten Filterkuchen aus GCC 5 über die gesamte Filterkuchenhöhe nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung bei 17 Hz (1000 Schwingungen) und bei 40 Hz (6000 Schwingungen). Die Referenzprobe bildet die kumulative Partikelgrößenverteilung von GCC 5 im Originalzustand ab.

5.3 Tiefenwirkung

Nachdem das Kapitel 5.1.5 bereits die Tiefenwirkung der Vibrationsverdichtung im Zuge der Partikelsegregationsstudie anreißt, befasst sich dieser Abschnitt detaillierter mit der Thematik. Das Modellpartikelsystem für die Analyse ist PCC, das sich aufgrund des hohen Restfeuchteniveaus bewährt, um mehr Schichten aus dem Filterkuchen als bei GCC 5 in Kapitel 5.1.5 zu schneiden und infolgedessen eine aufgelöstere Erfassung der Tiefenwirkung ermöglicht. Bevor die Filterkuchenentfeuchtung über die Filterkuchenhöhe im Fokus steht, ist zunächst der Entfeuchtungserfolg durch die oszillierende Scherung bei verschiedenen Anfangsfilterkuchenhöhen $h_{c,0}$ nach der Kuchenbildung zu vergleichen. Die Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungskinetik unter Vibrationseintrag bei 17 und 40 Hz von Filterkuchen aus PCC, die vor der Schwingungsanwendung über eine Anfangsfilterkuchenhöhe von ca. 4, 8 und 12 mm verfügen, sind in Abbildung 5.17 dargelegt. Anfangsfilterkuchenhöhen, die über 12 mm hinausgehen, sind bedingt durch die Konstruktion der Vibrationsanlage ausgeschlossen. Für feine, kompressible Filterkuchen, für die die Vibrationsentfeuchtung von Relevanz ist, sind angesichts der meist hohen Filterkuchenwiderstände in der Praxis sowieso nur geringe Filterkuchenhöhen nach der Kuchenbildung angemessen. Deshalb sind die gewählten Filterkuchenhöhen nach der Kuchenbildung hier passend.

Angesichts der ähnlichen Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung bei 0 Schwingungen ist die Ausgangslage bei den unterschiedlich hohen Filterkuchen vor dem Eintrag der oszillierenden Scherung dieselbe, was im Einklang mit dem Wissen aus der Literatur [24] ist. Für alle Anfangsfilterkuchenhöhen löst die Schwingungsverdichtung eine beträchtliche Minimierung der Restfeuchte bereits nach einer geringen Schwingungsanzahl aus, die für jede Frequenz exponentiell unter Erreichen eines stationären Gleichgewichtswerts analog zu den gemahlten Calciumcarbonaten verläuft. Eine höhere Frequenz ist auch hier mit einer gesteigerten Entfeuchtung gleichzusetzen. Die Werte im stationären Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungsgleichgewicht landen für alle Anfangsfilterkuchenhöhen im annähernd selben Bereich. Auch die erzielbaren Restfeuchten im Gleichgewicht, die die Datenangleichung durch den auch an dieser Stelle eingesetzten Exponentialansatz in 2.15 bestimmt und in den Tabellen A.9, A.10 und A.11 im Anhang mit weiteren Parametern der Datenanpassung angegeben sind, decken sich näherungsweise für beide Frequenzen. Darüber hinaus wird das Gleichgewicht in allen drei Fällen nach einer ähnlichen Schwingungsanzahl erreicht. In dem untersuchten Parameterbereich läuft die Vibrationsverdichtung also unabhängig von der Filterkuchenhöhe vor dem Vibrationseintrag gleichermaßen effektiv ab. Selbst bei einem hohen Filterkuchen gelangt die Vibrationsverdichtung zur äquivalenten Entfeuchtung wie bei einem kleinen Filterkuchen. Diese Begebenheit deutet daraufhin, dass sich die Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungswirkung durch die oszillierende Scherung auch in tiefen Schichten des Filterkuchens entfaltet.

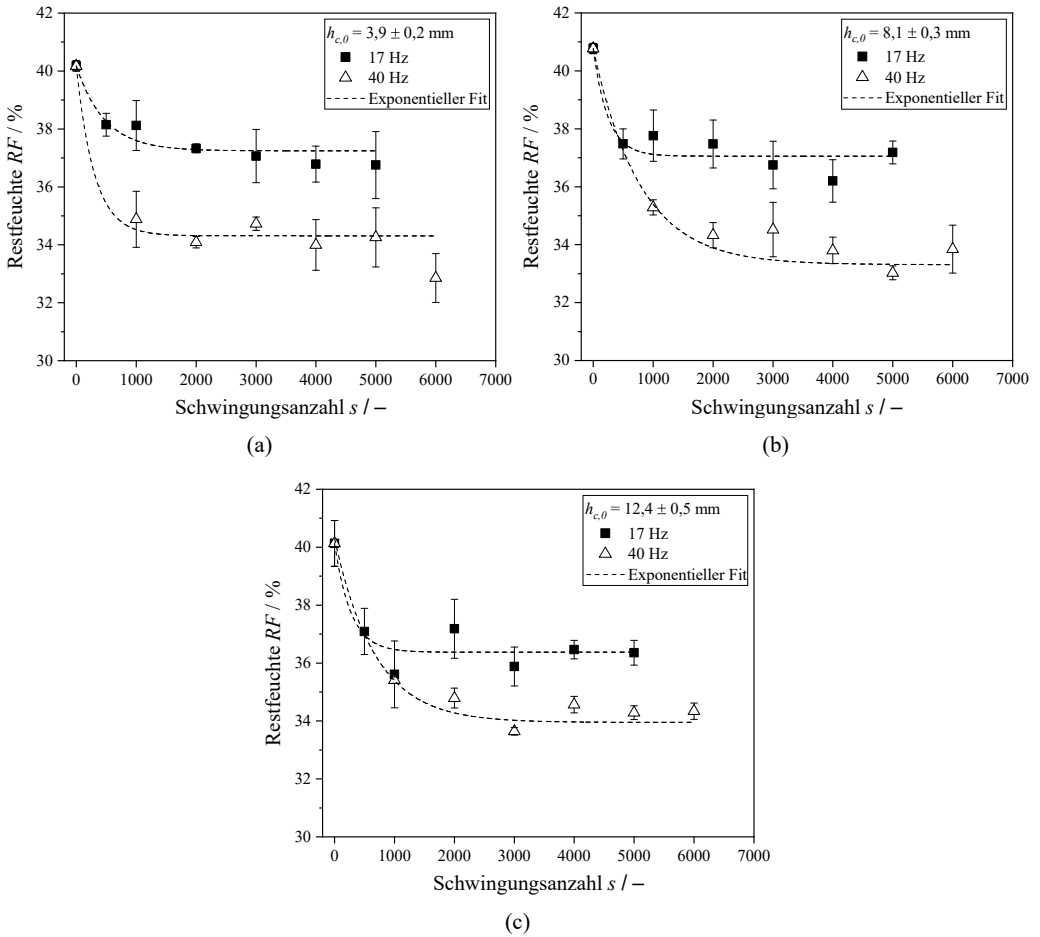


Abbildung 5.17: Verdichtungskinetik von Filterkuchen aus PCC mit einer Anfangsfilterkuchenhöhe $h_{c,0}$ von ca. (a) 4 mm, (b) 8 mm und (c) 12 mm unter oszillierender Scherung. Die gestrichelte Linie gibt die exponentielle Datenapproximation durch Gleichung 2.15 mittels des Levenberg-Marquardt-Algorithmus in Origin 2019b wieder.

Um der Tiefenwirkung der Vibrationsverdichtung genauer nachzugehen, ist in Abbildung 5.18 die Restfeuchte über die Höhe von Filterkuchen mit einer Anfangsfilterkuchenhöhe von ca. 13 mm nach der Kuchenbildung, der Vibrationsverdichtung und der Pressverdichtung aufgezeichnet. Die Beurteilung der Tiefenwirkung anhand der höchsten Filterkuchen ($h_{c,0} = 13 \text{ mm}$) gewährt eine maximale Auflösung des Restfeuchteprofils über die Kuchenhöhe, da die Apparatur in Abbildung 3.3 (b) bis zu sechs Schichten aus dem Filterkuchen schneiden kann. Auf Basis der Verdichtungskinetik der Filterkuchen mit vergleichbarer Anfangskuchenhöhe in Abbildung 5.17 (c) erfolgt die Erfassung des Restfeuchteprofils für drei verschiedene Frequenzen bei einer niedrigen Schwingungszahl, bei der noch kein Verdichtungs-gleichgewicht vorliegt, und bei einer höheren

Schwingungszahl im Verdichtungs-gleichgewicht. Die Presszeit beim Restfeuchteprofil nach der Verdichtung in der CP-Zelle in Abbildung 5.18 (d) beträgt für beide Drücke 120 s, bei der vom Erreichen des Gleichgewichtszustands auszugehen ist.

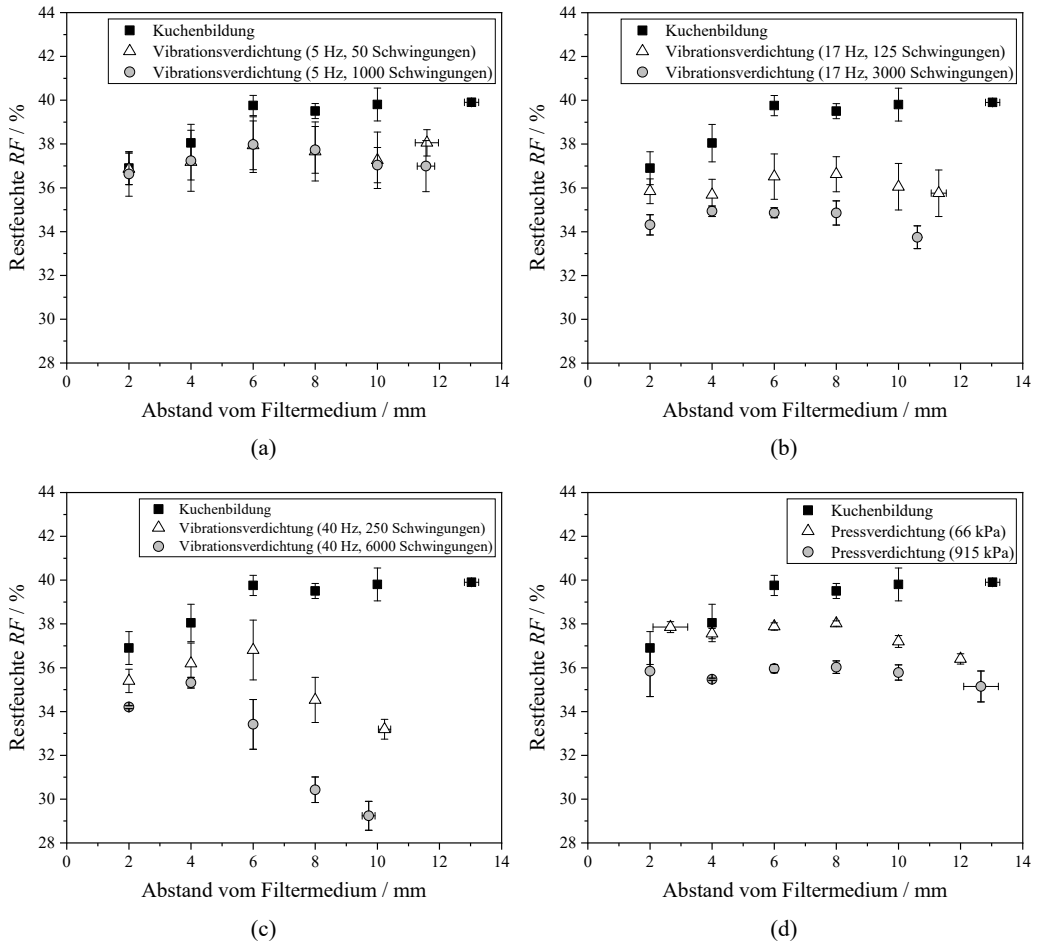


Abbildung 5.18: Restfeuchte von Filterkuchen aus PCC nach der Kuchenbildung, nach der Vibrationsverdichtung und nach der Pressverdichtung in Abhängigkeit der Filterkuchenhöhe bzw. des Abstands vom Filtermedium.

Den Ausführungen in Kapitel 2.2 zufolge ist nach der Kuchenbildung bei kompressiblen Haufwerken wie PCC zu erwarten, dass mit zunehmendem Abstand zum Filtermedium die Porosität und damit auch die Restfeuchte bei vollständiger Sättigung ansteigt [31]. Dieser Sachverhalt ist in Abbildung 5.18 nach der Kuchenbildung eindeutig zu identifizieren. Die Schicht nahe des Filtermediums ist am stärksten verdichtet und enthält den geringsten Flüssigkeitsanteil, wohingegen

die oberen Schichten mit steigendem Abstand zum Filtermedium porösere Strukturen mit höheren Flüssigkeitsanteilen aufweisen.

Bei 5 Hz erfahren im Falle der niedrigen Schwingungszahl lediglich die oberen Schichten eine Entfeuchtung durch Verdichtung. In den zwei untersten Schichten nahe des Filtermediums bleibt hierbei die Restfeuchte nahezu konstant im Vergleich zur Kuchenbildung. Mit der Erhöhung der Schwingungszahl auf 1000 Schwingungen, wo vom Verdichtungsgleichgewicht auszugehen ist, ist keine eindeutig höhere Verdichtungswirkung als bei 50 Schwingungen zu erkennen. Vermutlich ist eine etwas verbesserte Entfeuchtung mit Erhöhung der eingetragenen Schwingungen vor allem in den oberen Schichten zu erwarten, die jedoch im Rahmen der Standardabweichung der Messwerte nicht abbildbar ist. Durch die Frequenzerhöhung auf 17 Hz findet im Gegensatz zur geringeren Frequenz von 5 Hz bei einer niedrigen Schwingungszahl eine erhebliche Entfeuchtung auch in tieferen Schichten bis auf die unterste Schicht statt. Die Entfeuchtungswirkung ist auch hier in den oberen Schichten am höchsten. Im Verdichtungsgleichgewicht nach 3000 eingetragenen Schwingungen ist eine weitere Absenkung der Restfeuchte ungefähr im gleichen Umfang in allen Schichten inklusive der untersten Schicht erkennbar. Die Verdichtung bei 40 Hz senkt die Restfeuchte vor allem in den oberen Schichten bereits nach 250 Schwingungen immens. Gegenüber den geringeren Frequenzen äußert sich nach diesem kurzen Schwingungseintrag eine Entfeuchtung auch in der untersten Schicht nahe des Filtermediums, wobei die Dimension der Entfeuchtung im Vergleich zu den oberen Schichten geringer ausfällt. Infolge des Eintritts in das Verdichtungsgleichgewicht bei 6000 Schwingungen fällt die Restfeuchte in den oberen drei Schichten nochmal enorm ab. Auch in den unteren zwei Schichten ist noch ein leichter Abfall der Restfeuchte auszumachen. Die durch den Vibrationseintrag errungene Restfeuchte in den oberen drei Schichten ist nun deutlich unterhalb der Werte in den untersten zwei Schichten und sinkt mit steigendem Abstand zum Filtermedium bzw. zunehmender Nähe zur Überträgerplatte. Auffällig ist ebenfalls, dass mit steigender Entfeuchtungswirkung sich die Filterkuchenhöhe weiter verringert, was den Verdichtungseffekt durch das Verfahren zusätzlich unterstreicht.

Insgesamt ist festzuhalten, dass die Entfeuchtung durch die Vibrationsverdichtung vorwiegend in den oberen Schichten nahe der Überträgerplatte, die die Schwingungen an der Filterkuchenoberfläche in das Haufwerk einträgt, stattfindet. Die Frequenzerhöhung verursacht eine tiefergehende Verdichtung auch in den unteren, Filtermedium nahen Filterkuchenschichten sowie eine insgesamt höhere Verdichtung in allen Schichten. Dass selbst bei einem anfangs ca. 13 mm hohen Filterkuchen auch die unterste Schicht durch die Methode kompaktierbar ist, belegt die Filterkuchenentfeuchtung unabhängig von den Anfangsfilterkuchenhöhe in Abbildung 5.17. Das Entfeuchtungspotential überwiegt jedoch durchweg in den oberen Schichten, bis bei 40 Hz im Kontrast zum Ursprungszustand nach der Kuchenbildung die oberen Schichten sogar weniger Flüssigkeit als die unteren Schichten beinhalten. Auf der einen Seite erfahren die oberen Schichten durch die Platzierung der Überträgerplatte auf der Filterkuchenoberfläche den Eintrag

der oszillierenden Scherung direkter als die unteren Schichten. Auf der anderen Seite sind in diesem Zusammenhang die poröseren Strukturen in den oberen Filterkuchenebenen nach der Kuchenbildung zu nennen, in denen natürlich im Vergleich zu den bereits nach der Kuchenbildung kompakt vorliegenden Schichten nahe das Filtertuchs mehr Verdichtungspotential steckt. Fränkle et al. [118] zeigen durch Schertests mit Tailings-Filterkuchen aus einer Filterpresse, dass die Scherfestigkeit der Filterkuchen mit zunehmender Kompaktierung durch höhere Filtrationsdrücke in der Filterpresse ansteigt. Diese Feststellung ist auf die hier dargelegten Ergebnisse übertragbar. Der nach unten steigende Feststoffgerüstdruck ist nach Alles [31] verantwortlich für die stärkere Kompaktierung in den unteren Schichten von kompressiblen Filterkuchen nach der Kuchenbildung. Die Partikelumlagerung in den unteren Schichten zur Filterkuchenverdichtung benötigt daher höhere Scherkräfte, die eine Steigerung der Frequenz der oszillierenden Scherung bewerkstelligen kann. Dies erklärt auch, warum bei einer konstanten Frequenz der Filterkuchen nach einer gewissen Schwingungsanzahl in ein stationäres Verdichtungsgleichgewicht gelangt, indem durch weiteren Eintrag von Schwingungen keine weitere Verdichtung erzielbar ist. Im Gleichgewichtszustand bei einer konstanten Frequenz ist durch die Kompaktierung eine Scherfestigkeit erreicht, die die wirkenden Scherkräfte bei der jeweiligen Frequenz nicht mehr überschreiten können. Diese Erkenntnisse entsprechen den Erfahrungen aus der Schüttgutmechanik. Demnach sind bei feineren Partikeln höhere Kräfte zur Überwindung der unter Druckbeanspruchung angestiegenen Haftkräfte entsprechend notwendig [104, 105]. Außerdem komprimiert die stetige Scherung in einer Scherzelle trockene Pulver aufgrund der hohen Normalspannung in unteren Schichten überwiegend die oberen Bereiche unterhalb des Deckels [115].

In Abbildung 5.18 (d) ist zudem das Restfeuchteprofil von Filterkuchen aus PCC mit der gleichen Anfangsfilterkuchenhöhe von ca. 13 mm nach der Pressverdichtung bei 66 und 915 kPa veranschaulicht. Erfahrungsgemäß entsteht beim Pressen eines kompressiblen Filterkuchens mit einem höhenabhängigen Porositätsgradienten bis zum Konsolidierungsgleichgewicht ein homogenes Haufwerk mit konstanter Porosität [90, 91]. Diese Tatsache ist ebenso für die Filterkuchen aus PCC nach der Pressverdichtung bei beiden Drücken in der CP-Zelle annähernd zutreffend. Die Restfeuchte im Konsolidierungsgleichgewicht ist logischerweise für den höheren Pressdruck von 915 kPa niedriger. Die Vibrationsverdichtung bei 17 Hz kommt bereits auf eine geringfügig höhere Entfeuchtung als die Pressverdichtung bei 915 kPa. Bei einer Frequenz von 40 Hz übertrifft die Vibrationsverdichtung wiederum die Pressverdichtung bei 915 kPa bezüglich des Entfeuchtungseffekts deutlich. Hierbei ragt vor allem die stärkere Verdichtung in den oberen Filterkuchenschichten gegensätzlich zur Pressverdichtung, die über die Filterkuchenhöhe gleichmäßig ist, hervor. In Übereinstimmung mit den gemahlenen Kalksteinen offenbart sich ebenfalls für den gefällten Kalkstein ein höherer Entfeuchtungseffekt durch die Vibrationsverdichtung im mittleren bis hohen Frequenzbereich gegensätzlich zur Pressverdichtung bis 915 kPa.

5.4 Modellierungsansatz zur Beschreibung der Filterkuchenkompressibilität durch die Vibrationsverdichtung

Zur Beschreibung der Materialkompressibilität von Filterkuchen durch die Vibrationsverdichtung existiert bereits das Exponentialgesetz nach Illies et al. [55–57] in Gleichung 2.15, um die Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungswirkung über die Zeit bei konstanter Frequenz und Scherlänge abzubilden. Um den erreichbaren Verdichtungs- oder Entfeuchtungsgrads im stationären Gleichgewicht durch die Vibrationsverdichtung in Abhängigkeit einer Größe, die die wichtigen Prozessparameter Frequenz und Scherlänge der Vibrationsverdichtung vereint, zu beschreiben, liegt noch kein Modell vor.

Illies [57] berechnet die Energie anhand von Gleichung 2.18, die für das mehrmalige Auslenken der gesamten Filterkuchenmasse im Zuge der Vibrationsverdichtung notwendig ist, auf Grundlage der Gleichung 2.17 für die kinetische Energie. Die Verwendung der notwendigen Energie zur Schwingungserzeugung als zusammenfassenden Prozessparameter für den Modellierungsansatz ist nicht zweckmäßig. Die Entfeuchtungs- bzw. Verdichtungswirkung durch die Methode nimmt mit der Zeit bzw. eingetragenen Schwingungsanzahl ab, bis schon nach kurzer Zeit oder wenigen Schwingungen das stationäre Gleichgewicht erreicht ist. Aus einer Steigerung der eingetragenen Energie infolge einer weiteren Erhöhung der Schwingungsanzahl über das stationäre Gleichgewicht hinaus folgt keine weitere Filterkuchenverdichtung. Allein durch eine höhere Frequenz oder Scherlänge ist eine zunehmende Verdichtung bzw. Entfeuchtung erzielbar. Eine geeignetere Größe, die die entscheidenden Prozessparameter der Vibrationsverdichtung wie die Scherlänge und Frequenz zusammenträgt, ist die massenspezifische Leistung, die die Übertragerplatte pro Schwingung bezogen auf die Gesamtfilterkuchenmasse in den Filterkuchen einträgt. Die massenspezifische Leistung P_{osz} ergibt sich aus der Energie für die Schwingungserzeugung in Form der kinetischen Energie E_{kin} analog zu Illies [57] bezogen auf die Filterkuchenmasse m_{tot} und die Dauer T einer Schwingung (siehe Gleichung 5.2). Der Kehrwert der Frequenz f drückt dabei die Schwingungsdauer T aus und das Produkt aus doppelter Scherlänge l_s und Frequenz f ersetzt gemäß Illies [57] die Plattengeschwindigkeit v .

$$P_{osz} = \frac{E_{kin}}{m_{tot} \cdot T} = 2 \cdot l_s^2 \cdot f^3 \quad (5.2)$$

Im betrachteten Bereich liefert der geringe vibrationsüberlagerte Pressdruck keinen wesentlichen Beitrag zur Entfeuchtung bei der Vibrationsverdichtung (siehe Kapitel 4.2). Vielmehr ist die oszillierende Scherung die treibende Ursache für den Verdichtungs- und Entfeuchtungserfolg des Verfahrens (siehe Kapitel 5). Daher findet der Pressdruck hier keine Berücksichtigung.

Die Abbildung 5.19 zeigt die Filterkuchenporosität eines gefällten Calciumcarbonat-Materials im stationären Gleichgewicht nach der Vibrationsverdichtung bei einem konstanten Druck in der Laboranlage (siehe Abbildung 3.1) in Abhängigkeit der aufgebrachten spezifischen Leistung pro Schwingung nach Gleichung 5.2. Die Daten sind aus Illies [57], da diese auf einer Vielzahl verschiedener Scherlängen von 4,5 und 7,5 mm und Frequenzen zwischen 5 und 40 Hz im Gegensatz zu den aufgenommenen Werten in dieser Arbeit basieren.

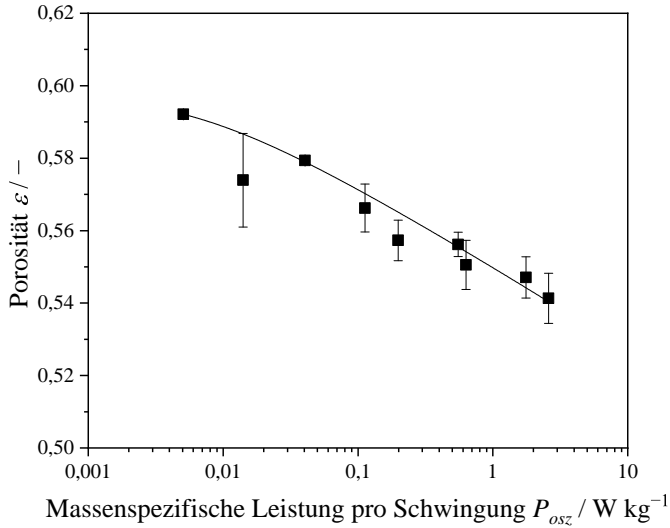


Abbildung 5.19: Stationäre Gleichgewichtsporosität von Filterkuchen eines gefällten Calciumcarbonat-Materials nach der Vibrationsverdichtung in der Laboranlage (siehe Abbildung 3.1) bei einem konstanten Unterdruck von 20 kPa in Abhängigkeit der dafür aufgebrachten spezifischen Leistung pro Schwingung. Die experimentellen Daten stammen aus Illies [57]. Die gestrichelte Linie steht für den Modellierungsansatz nach Gleichung 5.3.

Bei der Auftragung der beiden Größen offenbart sich ein eindeutiger Trend. Mit steigender massenspezifischen Leistung, die die Übertragerplatte pro Schwingung in den Filterkuchen einleitet, ist ein höherer Verdichtungsgrad im stationären Gleichgewicht durch das Verfahren erreichbar. Um die Änderung der Porosität ε durch die Vibrationsverdichtung über die massenspezifische Leistung pro Schwingung P_{osz} mathematisch auszudrücken, ist die Potenzfunktion in Gleichung 5.3 dienlich.

$$(1 - \varepsilon) = (1 - \varepsilon_0) \cdot \left(1 + \frac{P_{osz}}{P_{osz,0}} \right)^\tau \quad (5.3)$$

Die Gleichung steht in Analogie zu dem Materialgesetz nach Tiller et al. [93], das die Porositätsänderung bei der Verdichtung durch einen einaxialen Druck beschreibt (siehe Gleichung 2.13

in Kapitel 2.3.2). Die massenspezifische Leistung pro Schwingung P_{osz} substituiert dabei den Pressdruck p_p . Der Vibrationskompressibilitätsindex τ ist dabei ein spezifisches Maß für die Verdichtbarkeit eines Materials durch die Methode und nützt zum Vergleich von verschiedenen Materialien. Die Größe ε_0 steht für die Ausgangsporosität des unbelasteten Filterkuchens, wohingegen $P_{osz,0}$ nur ein empirischer Anpassungsparameter ohne physikalische Bedeutung ist. Durch die Datenapproximation in Origin 2019b mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus ergeben sich im Falle dieses Materials Werte von 0,60 für ε_0 , $0,00558 \text{ W kg}^{-1}$ für $P_{osz,0}$ und 0,022 für τ . Das hohe korrigierte Bestimmtheitsmaß der Datenanpassung R^2 von 0,9806 betont zudem die Zweckmäßigkeit der Potenzgleichung, um die Änderung des stationären Porositätswerts und somit die Verdichtbarkeit von Filterkuchen durch die Vibrationsverdichtung zu beschreiben.

5.5 Schlussfolgerungen

Das Kapitel zeigt auf, inwiefern sich Materialeigenschaften wie die Partikelgrößenverteilung und der Agglomerationszustand des zu entfeuchtenden Produkts sowie dessen Filterkucheneigenschaften nach der Kuchenbildung auf den Erfolg der Vibrationsverdichtung auswirken.

Das Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential durch den Schwingungseintrag bezogen auf den ursprünglichen Zustand nach der Kuchenbildung nimmt mit abnehmender Partikelgröße zu. Dies begründet sich vorwiegend durch die höhere Porosität von Filterkuchen aus feineren Partikeln nach der Kuchenbildung. Je mehr Porenvolumen den Partikeln bereitsteht, desto höher ist das Potential durch die angeregte Partikelumlagerung in einen dichteren Filterkuchenaufbau überzugehen. Neben der mittleren Partikelgröße beeinflusst auch die Partikelgrößenverteilungsbreite den Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungseffekt durch den Vibrationseintrag bedeutend. Kleine Partikel füllen das Hohlraumvolumen zwischen größeren Partikeln, wodurch die Vibrationsverdichtung für breiter verteilte Materialien kompaktere Strukturen und auch insgesamt ein etwas höheres Verdichtungspotential erzielt. Die Erhöhung der Partikelagglomeration kommt für feinpartikuläre Suspensionen bei der Vakuumkuchenfiltration aufgrund des begrenzten Filtrationsdrucks von max. 80 kPa zum Einsatz, um den Filterkuchenwiderstand zu vermindern und so die Filtrierbarkeit der Suspension zu steigern. Im niedrigen Frequenzbereich ist die Entfeuchtungswirkung durch den Vibrationseintrag bei Filterkuchen mit gesteigerter Partikelagglomeration leicht eingeschränkt. Bei einem ausreichend hohen Leistungseintrag im erhöhten Frequenzbereich ist hingegen trotz starker Partikelagglomeration die identische Filterkuchenentfeuchtung durch die oszillierende Scherung wie ohne Suspensionsvorbehandlung möglich.

Bei zeitlich schwankender Feststoffvolumenkonzentration der Suspension als reale Erscheinung in industriellen Kuchenfiltrationsapparaten nach Stickland [58] sind voruntersättigte oder segregierte Filterkuchen vor der Vibrationsverdichtung denkbar. In Anbetracht der maximalen

Scherfestigkeit von Filterkuchen, die nach Ozcan et al. [64, 65] bei einer Sättigung von ca. 80 % zu erwarten ist, ist es nicht verwunderlich, dass bei solch einem Filterkuchen keine Entfeuchtungswirkung durch die Vibrationsverdichtung nachweisbar ist. Für den Fall eines segregierten Filterkuchens mit einer heterogen verteilten Partikelgrößenverteilung innerhalb des Haufwerks initiiert der Schwingungseintrag zwar eine Entfeuchtung, wobei der Effekt merklich niedriger als für Filterkuchen mit homogen verteilter Partikelgrößenverteilung ist. Partikelgrößenanalysen über die Kuchenhöhe belegen, dass die feinen Partikel in den oberen Schichten des segregierten Filterkuchens durch den Vibrationseintrag nicht vollständig in die Hohlräume zwischen größeren Partikeln in den unteren Schichten wandern. Dadurch resultiert nicht der gleiche Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungszustand bei einem segregierten Filterkuchen durch die Vibrationsverdichtung wie bei einem homogen aufgebauten Filterkuchen. Daraus ist im Ganzen zu entnehmen, dass ein vollständig gesättigter und homogener Filterkuchenaufbau vor der Vibrationsverdichtung erstrebenswert ist, um eine maximale Entfeuchtung durch die Methode zu verwirklichen. Im Allgemeinen stellt sich zusätzlich heraus, dass tendenziell die gleichen Korrelationen zwischen Partikelgrößenverteilung oder Haufwerkseigenschaften nach der Kuchenbildung und dem Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungserfolg sowohl unter oszillierender Scherung als auch unter dem üblichen uniaxialen Pressen identifizierbar sind. Darüber hinaus wird ein Modellierungsansatz zur Beschreibung der Kompressibilität von Materialien durch die Vibrationsverdichtung basierend auf der massenspezifischen Leistung pro Schwingung und einer Potenzfunktion analog zu Tiller et al. [93] vorgestellt.

Das Schneiden des Filterkuchens in mehrere Schichten erlaubt umfassende Untersuchungen zum Prozessverständnis der Vibrationsverdichtung. Die Partikelgrößenanalyse der Filterkuchenschichten vor und nach der Vibrationsentfeuchtung verdeutlichen, dass es durch den Eintrag der oszillierenden Scherung zu keiner weitreichenden Partikelumlagerung innerhalb des Haufwerks, die als ein wichtiger Verdichtungsmechanismus des Verfahrens gilt, kommt. Da die Partikelgrößenanalyse der ca. 1 mm dicken Schichten die Partikelumlagerung nach der Vibrationsverdichtung nicht abbildet, ist eine lokale Partikelumlagerung im Mikrometerbereich anzunehmen. Zudem ist eine Partikelzerkleinerung und eine Partikelpenetration durch das Filtertuch infolge des Vibrationseintrags für mineralische Materialien auszuschließen, weil die Partikelgrößenverteilung des Materials und die Feststoffmasse auf dem Filtertuch nach dem Schwingungseintrag konstant bleiben. Der Erhalt der Feststoffmasse in Kombination mit der kurzen Prozesszeit für eine signifikante Entfeuchtung implizieren, dass die Vibrationsverdichtung mit Blick auf die Übertragung auf einen kontinuierlichen Kuchenfiltrationsapparat den Feststoffmassendurchsatz als wichtigen Parameter nicht beeinträchtigt. Die Restfeuchteanalyse von herausgeschnittenen Filterkuchenschichten macht deutlich, dass die Entfeuchtung durch die Vibrationsverdichtung vor allem in oberen Schichten erfolgt und das Verfahren mit zunehmender Schwingungsfrequenz auch tiefergehender wirkt. Als Gründe hierfür sind die Nähe der oberen Schichten zur Übertragerplatte

zu nennen und die für kompressible Filterkuchen übliche Porositätszunahme mit steigender Kuchenhöhe nach der Kuchenbildung gemäß Alles [31] zu erwähnen. Analog zu Fränkle et al. [118] und zu bekanntem Wissen aus der Schüttgutmechanik [104, 105, 115] besitzen kompaktere Filterstrukturen eine höhere Scherfestigkeit, wodurch höhere Scherkräfte infolge zunehmender Frequenzen zur Partikelumlagerung und damit zur weiteren Verdichtung nötig sind. Dies liefert auch eine Erklärung für das stationäre Verdichtungsgleichgewicht bei einer konstanten Frequenz. Die nachgewiesene tiefgreifende Verdichtung durch die oszillierende Scherung begründet ferner die Beobachtung, dass unabhängig von üblichen Anfangskuchenhöhen gleiche Entfeuchtungsergebnisse durch die Methode erzielbar sind.

Ein weiterer Schwerpunkt der Untersuchungen ist die Gegenüberstellung der Entfeuchtungsergebnisse durch konventionelle Methoden, zu der die Verdichtung durch einen uniaxialen Pressdruck und stetige Scherung sowie die Gasdifferenzdruckentfeuchtung zählen, mit der neuartigen Vibrationsentfeuchtung. Die Pressverdichtung in der CP-Zelle bei dem höchsten Pressdruck von ca. 900 bis 950 kPa realisiert während der Druckbelastung für alle untersuchten mineralischen Filterkuchen eine stärkere Entfeuchtung als die Vibrationsverdichtung. Je nach Material tritt dies sogar schon ab einem mittleren Pressdruck von ca. 500 kPa ein. Da in industriellen Kuchenfiltrationsapparaten auch wieder eine Entlastung des Filterkuchens vom Pressdruck erfolgt, ist die Begutachtung der Filterkuchenstruktur nach der Pressverdichtung näher an der Realität. Hinzu kommt, dass die Bestimmung der Entfeuchtungszustände ohnehin nur nach dem Schwingungseintrag in der Vibrationsanlage möglich ist und damit eine bessere Vergleichbarkeit der Methoden gegeben ist. Bei der Pressverdichtung kommt nach der Entlastung vom Pressdruck die elastische Rückdehnung bei allen untersuchten Filterkuchen zum Tragen, die mit Zunahme der mittlerer Partikelgröße bzw. Partikelgrößenverteilungsbreite der Materialien sinkt. Eine Voruntersättigung des Filterkuchens oder eine Partikelsegregation während der Kuchenbildung begrenzen die elastische Rückdehnung von kompressiblen Filterkuchen. Der Filterkuchen saugt durch die elastische Rückdehnung die bereits während der Belastung ausgepresste Flüssigkeit aus dem Filtertuch, der Stützstruktur und dem Filtratablauf der CP-Zelle zurück, wodurch sich das Entfeuchtungsergebnis durch das Verfahren verschlechtert. Durch diese Gegebenheit ist für alle untersuchten Materialien die Entfeuchtung durch die oszillierende Scherung schon ab 17 Hz ausgeprägter oder mindestens in etwa genauso wie durch die Pressverdichtung beim höchsten Pressdruck von ca. 900 bis 950 kPa. Um der Wiederbefeuchtung des Filterkuchens durch die elastische Rückdehnung nach der Entlastung entgegenzuwirken, ist die vollständige Entfernung der im Filtertuch und Stützgewebe gespeicherten Flüssigkeit und im Filtratablauf vorhandenen Restflüssigkeit während der Belastung nötig. Grundsätzlich ist in der industriellen Realität eine Bypass-Strömung von Luft an dem Filterkuchen vorbei durch das Filtertuch z.B. auf Trommel- oder Bandfilter denkbar. Allerdings resultieren daraus höhere Betriebskosten infolge eines erhöhten Gasverbrauchs der Vakuumpumpe und im schlimmsten Fall eine Absenkung der Druckdifferenz.

Für einzelne Materialien bietet sich die Gelegenheit, die Vibrationsverdichtung mit der Verdichtung durch einen Pressdruck bei stetiger Scherung sowie mit der Pressfiltration in einer Filterpresse basierend auf Literaturdaten zu vergleichen. Die oszillierende Scherung erwirkt eine signifikant stärkere Filterkuchenentfeuchtung als die stetige Scherverdichtung durch die High Pressure Dewatering Rolls von Höfgen et al. [49] für GCC 3 und durch die Ringscherzelle von Hammerich [47] für GCC 4. Dies hängt vor allem mit den höheren Scherraten bei der Vibrationsverdichtung zusammen, die nur eine oszillierende Scherung im Gegensatz zur stetigen Scherung apparativ umsetzen kann. Für GCC 3 und die Kupfer-Tailings entfernt die Vibrationsentfeuchtung auch erheblich mehr Flüssigkeit aus den Filterkuchen verglichen mit der Pressfiltration bis 1500 und 1250 kPa in einer Filterpresse bei Stickland [114] und Fränkle et al. [116, 117].

Da sich durch die Vibrationsverdichtung von Materialien, deren kapillarer Eintrittsdruck die maximale Druckdifferenz von 80 kPa übertrifft, eine Entfeuchtung äußert, ist die Methode gegenüber der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei der Vakuumfiltration in diesem Fall nützlicher. Gleichwohl gelangt die Vibrationsverdichtung bei Materialien wie GCC 3 oder den Kupfer-Tailings, bei denen der kapillare Eintrittsdruck sich unterhalb von 80 kPa befindet, zu ähnlichen Entfeuchtungserfolgen wie die Gasdifferenzdruckentfeuchtung. Bei den KUC-Tailings ist lediglich ab 180 s eine etwas geringere Restfeuchte durch die Gasdifferenzdruckentfeuchtung als durch die oszillierende Scherung erzielbar. Neben der mechanischen Verdrängung der Porenflüssigkeit beginnt nach wenigen Sekunden im Zuge des Auftretens von Gasbrüchen in mechanisch schon entleerten Porenkanälen auch eine thermische Entfeuchtung des Filterkuchens. Die Konsequenz ist ein enormer Anstieg des Gasdurchsatzes und hiermit eine erhebliche Zunahme der Betriebskosten der Vakuumpumpe, wie durch Huttunen et al. [83] demonstriert. Aufgrund dessen empfehlen Huttunen et al. [83] eine leicht höhere Restfeuchte bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung hinzunehmen, um diesen Betriebskostenanstieg zu vermeiden. Da bei den niedrigeren Druckdifferenzen von 20 kPa für GCC 3 und 10 kPa für die Kupfer-Tailings, bei denen die Vibrationsverdichtung eine ähnliche Entfeuchtung leistet, die Filterkuchen vollständig gesättigt sind, besteht das Problem des Gasdurchbruchs wie bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung nicht.

Neben den Erkenntnissen zum grundlegenden Prozessverständnis unterstreichen die Ergebnisse das Potential, die Methode zur Entfeuchtung von feinen, kompressiblen Filterkuchen nach der Kuchenbildung insbesondere in der Vakuumkuchenfiltration industriell einzusetzen. Neben dem Erhalt der Partikelgrößenverteilung und der Feststoffmasse auf dem Filtertuch trotz des Vibrationseintrags unterstützt auch die Anwendbarkeit der Methode für typische Anfangsfilterkuchenhöhen durch die tiefgehende Wirkung diese These. Ebenfalls ist in diesem Sinne der gleichbleibende Entfeuchtungserfolg trotz erhöhter Partikelagglomeration, die als gängiges Mittel zur verbesserten Filtrierbarkeit von feinpartikulären Suspensionen gilt, zu erwähnen. Die Vibrationsverdichtung erreicht mindestens gleiche oder meist sogar höhere Entfeuchtungsergebnisse als die konventionellen Methoden wie die Verdichtung durch einen uniaxialen Pressdruck und

stetige Scherung sowie die Gasdifferenzdruckentfeuchtung. Dabei ist hervorzuheben, dass die Vibrationsentfeuchtung einen wesentlich geringeren Pressdruck gegensätzlich zur Pressverdichtung und auch eine niedrigere Druckdifferenz verglichen mit der Gasdifferenzdruckentfeuchtung benötigt. Bandfilter als typische Vakuumfilterapparate kommen aufgrund der einfachen Bauweise und kontinuierlichen Betriebsweise oft in der Kuchenfiltration zum Einsatz [2, 12]. Die Umsetzung der hohen Drücke zur Pressverdichtung auf einen einfachen Bandfilter oder anderen kontinuierlichen Vakuumfiltrationsapparaten ist problematisch. Die hohe Belastung durch die Pressdrücke bedingt eine zusätzliche Auslegung der Apparatekomponenten des Bandfilters verbunden mit enormen Kosten, die sich von der vorteilhaften einfachen Bauweise des Apparats unterscheidet. Aufgrund des geringen überlagerten Pressdrucks und der niedrigen Prozesszeit, die für eine Filterkuchenentfeuchtung durch die Vibrationsverdichtung erforderlich ist, bietet das Verfahren die Möglichkeit, auf einem bestehenden einfachen Bandfilter umgesetzt zu werden. Dies prüft das anschließende Kapitel 6 im Detail.

6 Übertragung der Vibrationsverdichtung auf einen kontinuierlichen Filterapparat⁴

Um die industrielle Anwendbarkeit der Vibrationsverdichtung fortführend zu überprüfen, ist die Übertragung des Verfahrens auf einen kontinuierlichen Filterapparat im Pilotmaßstab von zentraler Bedeutung, mit dem sich dieses Kapitel ausführlich auseinandersetzt. Ein horizontaler Vakuumtaktbandfilter stellt dabei den kontinuierlichen Pilotfilterapparat dar, für den eine eigens entwickelte Vorrichtung zur Entfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen durch eine oszillierende Scherung bei einem geringen Pressdruck vorgesehen ist. Zuerst steht die Vorstellung des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Vibrationsmoduls sowie dessen Implementierung auf dem Taktbandfilter im Vordergrund. Daran schließt sich eine Begutachtung der Entfeuchtung von Filterkuchen eines Modellpartikelsystems durch die Vibrationsvorrichtung an. Ein weiterer Abschnitt stellt die Entfeuchtungs- bzw. Verdichtungsergebnisse der Methode auf dem Taktbandfilter und in der Vibrationsanlage im Labormaßstab gegenüber, um die Übertragbarkeit der Resultate aus der Laboranlage zu beurteilen. Danach erfolgt ein Vergleich zwischen der Vibrationsverdichtung auf dem Taktbandfilter und konventionellen Entfeuchtungsmethoden. Abschließend wird die Fähigkeit der Vibrationsvorrichtung zum Vorbeugen der Rissbildung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung auf dem Taktbandfilter bewertet. Das Modellpartikelsystem für jegliche Untersuchungen auf dem Taktbandfilter ist PCC, weil es neben der Verdichtbarkeit unter oszillierende Scherung auch eine Veranlagung zur Rissbildung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung hat [37, 55–57].

⁴ Die Verwendung der Beschreibung des entwickelten Vibrationsmoduls auf dem Bandfilter im Kapitel 6.1, der Ergebnisse in Kapitel 6.2, der Ergebnisse teilweise in Kapitel 6.3 und 6.4, der Abbildungen 6.1, 6.2, 6.4, 6.5, 6.6, 6.8, 6.9 und 6.10 sowie der Tabellen 6.1, 6.2 und 6.3 in angepassten und übersetzter Form aus Yildiz et al. [110] © 2023 ist dankenswerterweise von Informa UK Limited handelnd als Taylor & Francis Group (<http://www.tandfonline.com>) genehmigt.

6.1 Apparative Umsetzung

Detaillierte Beschreibungen der apparativen Umsetzung, die den Aufbau der Taktbandfilteranlage, die konstruktive Realisierung des Vibrationsmoduls und den Betriebsablauf des modifizierten Taktbandfilters umfassen, sind in den folgenden Abschnitten vorzufinden.

6.1.1 Aufbau des Bandfilters

Der eingesetzte horizontale Vakuumtaktbandfilter mit einer Filterfläche von $0,1 \text{ m}^2$, dessen Aufbau in Abbildung 6.1 dargelegt ist, stammt von der Fa. BHS-Sonthofen GmbH. Das Hauptmerkmal des Apparats ist das Filtermedium in Form eines endlosen Bands, das taktweise über zehn feststehende Vakuumkammern jeweils mit einer quadratischen Fläche von $0,01 \text{ m}^2$ transportiert wird.

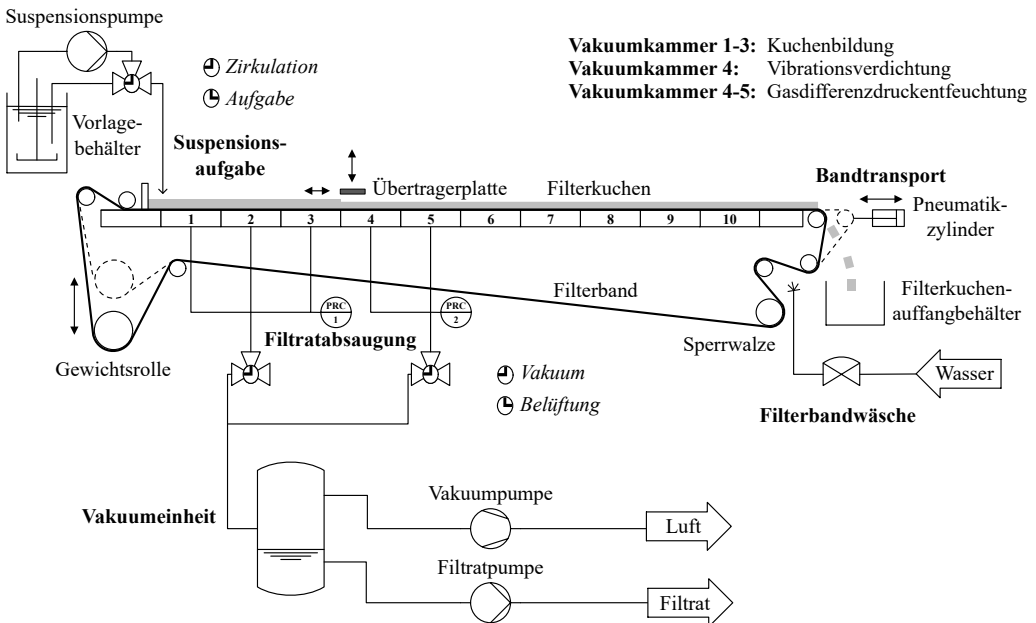


Abbildung 6.1: Schematische Darstellung des horizontalen Taktbandfilters.

Die meisten Prozessschritte finden beim Stillstand des Filterbands und unter angelegtem Unterdruck in den Vakuumkammern statt. Während des Bandtransports, für den eine Belüftung der Vakuumkammern erfolgt und somit keine Druckdifferenz über dem Filtertuch angelegt ist, laufen lediglich der Filterkuchenabwurf und die Filterbandwäsche ab. Das multifilamentäre Köpergewebe SEFAR TETEX[®] MULTI 05-4-660 K (Fa. SEFAR AG) aus Polypropylen mit einer

Luftdurchlässigkeit von $4 \text{ L m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ bei $20 \text{ mmH}_2\text{O}$ bildet das Filtermedium. Der Bandvorschub pro Takt beträgt 40 mm . Ein Pneumatikzylinder, der mit einer Rolle, über die das Filterband läuft, verbunden ist, führt den Bandtransport aus. Während des Bandtransports stellt eine beschichtete Sperrwalze, die aufgrund einer Sperrvorrichtung nur in eine Richtung rotiert, sicher, dass der Pneumatikzylinder nur Filterband oberhalb der Vakuumkammern nach vorne schiebt. Die Masse der vertikal beweglichen Gewichtsrolle sorgt für das Spannen des Filterbands. Zieht der Pneumatikzylinder das Filterband über die Vakuumkammern während des Bandtransports nach vorne, bewegt sich die Gewichtsrolle nach oben. Nach dem Bandvorschub fährt der Kolben des Pneumatikzylinders zurück in die Ausgangsposition. Die Masse der Gewichtsrolle zieht durch die Bewegung nach unten in die Ausgangslage den vorgeschobenen Bandteil unterhalb der Vakuumkammern zurück. Der beaufschlagte Unterdruck in den Vakuumkammern fixiert hierbei das Band auf der Vakuumkammern, um ein Zurückrutschen des Bands auf den Vakuumkammern nach dem Bandvorschub zu verhindern.

Ein Vorlagebehälter mit einem Volumen von 80 L ist für die stetige Suspendierung des Partikelsystems in vollentsalztem Wasser zusammen mit dem Rührwerk VJ 0.75 (Fa. RVT Rühr- und Verfahrenstechnik Maier & Richter GmbH) und einem Propellerrührer bereitgestellt. Die Suspendierung startet mindestens 30 min vor Beginn der Filtration. Die Schlauchpumpe VF10 (Fa. Verder Deutschland GmbH & Co. KG) fördert kontinuierlich Suspension mit einem konstanten Volumenstrom im Kreislauf. Durch Umschalten des Ventils für eine definierte Zeit, die die Filterkuchenhöhe nach der Kuchenbildung definiert, fließt die Suspension auf das Filterband. Nach der Kuchenbildung auf den ersten drei Vakuumkammern trägt im vorderen Bereich der vierten Vakuumkammer eine Übertragerplatte, die vor und nach dem Bandtransport nach oben bzw. unten vertikal bewegt wird, eine oszillierende Scherung in den Filterkuchen ein. Die abschließende Gasdifferenzdruckentfeuchtung spielt sich im hinteren Bereich der vierten Vakuumkammer und auf der fünften Vakuumkammer ab. Aufgrund der geringen Prozesszeiten der Verfahrensschritte und der fehlenden Filterkuchenwaschung befinden sich lediglich die ersten fünf der insgesamt zehn Vakuumkammern in Verwendung. Für die Erzeugung des Unterdrucks in den ersten fünf Vakuumkammern ist die Vakuumpumpe TR 40 V (Fa. Rietschle) mit einem Saugvermögen von $45 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ und einem Enddruck von 100 mbar verantwortlich. Die Vakuumerzeugung in den ersten drei Vakuumkammern sowie in der vierten und fünften Vakuumkammer ist unabhängig voneinander realisierbar. Zwei Drucksensoren messen die aufgebrachte Druckdifferenz in den jeweiligen Vakuumkammern. Nach dem Transport des Filterkuchens über die letzten fünf Vakuumkammern, auf denen keine weiteren Prozessschritte erfolgen und die nicht an die Vakuumeinheit angeschlossen sind, findet der Kuchenabwurf in einen Auffangbehälter statt. Wasserstrahlen aus Düsen einer Lanze reinigen das Filterband während des Bandvorschubs.

6.1.2 Anforderungen

Vor der genauen Ausführung der entwickelten Konstruktion, um Vibrationen in den Filterkuchen auf dem Taktbandfilter einzutragen, gilt es zuerst, die vorab definierten Anforderungen, die die Grundlage für die konstruktive Umsetzung bilden, aufzuzeigen. Die Anforderungen ergeben sich in erster Linie aus der vorhandenen Vibrationsanlage im Labormaßstab (siehe Abbildung 3.1) und den dazugehörigen Untersuchungen von Illies et al. [55–57] aber auch aus den Erfahrungen mit der Anlage in dieser Arbeit.

Grundsätzlich soll der Vibrationseintrag parallel zur Filterkuchenoberfläche über ein Übertragerplatte, die auf dem Filterkuchen aufliegt, und die Art der Vibrationserzeugung aufgrund der vielversprechenden Ergebnisse aus der bewährten Laboranlage auch auf dem Bandfilter bestehen bleiben. Die mechanisch-elektrische Vibrationserzeugung der Laboranlage über einen Exzenterantrieb hat gegenüber den üblichen Antriebsarten für lineare Schwingungen wie pneumatische Kolbenvibratoren oder Magnetvibratoren aufgrund der geringeren Betriebs- und Investitionskosten Vorteile [119]. Eine linear horizontale Vibrationserzeugung durch den oft genutzten elektromotorischen Antrieb mit Unwuchtmotoren erfordert bei dieser Anwendung die Platzierung von zwei gegenläufigen Unwuchtmotoren direkt auf der Übertragerplatte. Auch demgegenüber erweist sich der mechanische Exzenterantrieb als praktikabler, da nur ein Elektromotor nötig ist und durch das fehlende Zusatzgewicht der Unwuchtmotoren auf der Platte das spätere Anheben für den Bandtransport weniger aufwendig ist.

Zugleich ist von Bedeutung, dass der Schwingungseintrag auf dem Bandfilter exakt waagrecht bzw. parallel zur Filterkuchenoberfläche in den Filterkuchen geschieht, um ein Eingraben der Übertragerplatte in den Filterkuchen vorzubeugen. Das gelingt durch eine lineare Führung der Übertragerplatte und durch ein gleichmäßiges Pressen der oszillierenden Übertragerplatte an den Filterkuchen. Eine Bohrung im Rahmen, durch die der Stößel, an den die Übertragerplatte gekoppelt ist, geführt ist, setzt die lineare Führung der Übertragerplatte in der Laboranlage (siehe Abbildung 3.1) um. Die von einem Pneumatikzylinder deformierte Feder ist für das gleichmäßige Pressen der Übertragerplatte an den Filterkuchen verantwortlich. Die Umrandung der Übertragerplatte mit Moosgummi und der Rahmen sorgen in der diskontinuierlichen Vibrationsanlage für eine gewisse Abdichtung des Filterkuchens während des Schwingungseintrags. Die Abdichtung unterbindet einen Materialaustrag am Randbereich des Filterkuchens bei der Vibrationsverdichtung. Bei dem Bandfilter ist keine klare seitliche Abgrenzung des Filterkuchens wie durch den Rahmen in der Laboranlage vorhanden. Hierdurch besteht das Risiko eines seitlichen Filterkuchenausstrags vom Filtertuch und einer lokalen Filterkuchenverdickung durch Materialanhäufung vor allem vor und hinter der Übertragerplatte während der Vibrationsanwendung. Um dem entgegenzusetzen, ist eine Fixierung der Filterkuchenbereiche in unmittelbarer Umgebung der Übertragerplatte auf dem Bandfilter essenziell.

Die Pressverdichtung in der diskontinuierlichen Vibrationsanlage durch das Eigengewicht der Überträgerplatte, die Federkraft und die überlagerte Druckdifferenz von bis zu 80 kPa in der Vakuumfiltereinheit beeinflusst die Filterkuchenrestfeuchte aller Materialien nicht (siehe Tabelle 4.3 in Kapitel 4.2). Die Verdichtung der Materialien in der CP-Zelle bei einem Pressdruck von ca. 100 kPa senkt die Filterkuchenrestfeuchte allerdings eindeutig. Das weist nach, dass die Beteiligung des Unterdrucks in der Vakuumfiltereinheit, der laut Illies et al. [55, 56] den überlagerten Pressdruck während des Vibrationseintrags ausmacht, an der Verdichtung unerheblich ist. Die mechanische Aufbringung des vibrationsüberlagerten Pressdrucks von bis zu 80 kPa wie in der CP-Zelle ist insofern effektvoller als durch einen angelegten Unterdruck. Obendrein hat die mechanische Aufbringung des Pressdrucks den Nutzen, dass auch höhere Drücke, die über die begrenzte Druckdifferenz von 80 kPa durch einen Unterdruck hinausgehen, anwendbar sind. Die Überträgerplatte bedeckt den Filterkuchen im Randbereich aufgrund der oszillierenden Bewegung nicht vollständig. Demnach sind je nach Material bei der Erzeugung des vibrationsüberlagerten Pressdrucks durch einen angelegten Unterdruck selbst bei keiner signifikanten Untersättigung eine Normalschrumpfung und somit eine entsprechende Rissbildung im Randbereich nicht auszuschließen. Ein mechanisch generierter Pressdruck ermöglicht die Wahl eines geringeren Unterdrucks, bei dem eine Rissbildung in der Randzone gar nicht oder im geringeren Maß auftritt. Deswegen ist es für die Übertragung der Vibrationsentfeuchtung auf den Taktbandfilter sinnvoll, den überlagerten Pressdruck mechanisch aufzuwenden, um die Rolle des Pressdrucks bei der Methode genauer zu beleuchten und eine Rissbildung im Randbereich zu vermeiden.

Die taktweise Betriebsweise des Bandfilters verlangt ferner eine vertikale Beweglichkeit der Platte, um diese vor dem Bandtransport anzuheben und nach dem Bandtransport wieder herunterzulassen. Das Verfahren ist für neue oder bereits existierende Filtrationsapparate im gewöhnlichen, einfachen Design vorgesehen, ohne aufwendige konstruktive Änderungen an dem Filterapparat selbst vorzunehmen. Für dieses Ziel ist eine modulare Umsetzung des Verfahrens auf dem Bandfilter in Form eines entwickelten Vibrationsmoduls, das nach Implementierung auf dem Bandfilter eine oszillierende Scherung in den Filterkuchen einbringen soll, zweckmäßig. Die modulare Bauweise von Apparaten ist auf dem Vormarsch in der Verfahrenstechnik und verspricht eine hohe Flexibilität durch schnelleres Umrüsten bei Produktionswechseln, verkürzte Markteinführungszeiten und eine einfachere Anlagenwartung [120–122]. Trotz der marginalen Belastung des Filterapparats durch den geringen Pressdruck während der Vibrationsentfeuchtung ist eine potentielle Apparatbeanspruchung durch die erzeugten Schwingungen des Moduls zu berücksichtigen. Eine passende Maßnahme, diesem Risiko entgegenzutreten, ist eine Schwingungsentkopplung des Vibrationsmoduls vom Bandfilterapparat.

6.1.3 Konstruktive Umsetzung des Vibrationsmoduls

In Abbildung 6.2 ist die entwickelte Vorrichtung zur Anwendung einer oszillierenden Scherung sowie zur Auf- und Abwärtsbewegung der Überträgerplatte vor und nach dem Bandtransport auf dem Taktbandfilter wiedergegeben. Da zuerst die konstruktive Gestaltung der Schwingungserzeugung und der vertikalen Beweglichkeit der Überträgerplatte im Fokus steht, sind die restlichen Apparatekomponenten, die nicht direkt dafür relevant sind, sowie das Filterband der Übersichtlichkeit halber ausgeblendet.

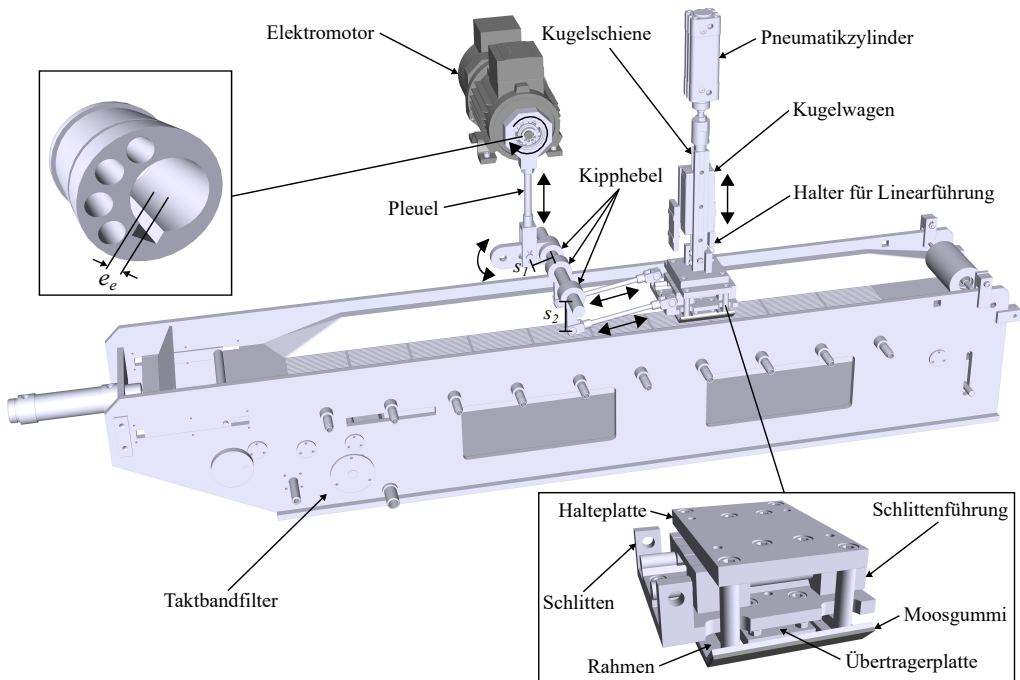


Abbildung 6.2: Vorrichtung zur Erzeugung einer oszillierenden Scherung und zur Auf- bzw. Abwärtsbewegung der Überträgerplatte vor und nach dem Bandtransport auf dem Taktbandfilter.

Die Erzeugung der horizontalen Vibrationen parallel zur Filterkuchenoberfläche funktioniert gleichartig zur diskontinuierlichen Vibrationsanlage von Illies et al. [55, 56]. Es beginnt mit einer Rotationsbewegung eines Elektromotors (Fa. Siemens AG) mit einer Leistung von 0,55 kW. Ein Exzenter mit der Exzentrizität e_e und ein Pleuel konvertieren die rotierende Bewegung in eine oszillierende Vertikalbewegung. Das Pleuel ist an einen Kipphebel gekoppelt, der an eine Welle befestigt ist. Im rechten Winkel zu dem ersten Kipphebel sind zwei weitere Kipphebel mit der Welle verbunden. Gleichzeitig besteht zwischen einem Schlitten und den zwei Kipphebeln eine

Verbindung. Infolgedessen resultiert eine horizontale Bewegung des Schlittens. Der Aufbau kann übereinstimmend mit der Laboranlage Frequenzen von bis zu maximal 50 Hz induzieren. Die Exzentrizität des Exzentrers e_e und die Kipphebelmaße s_1 und s_2 legen die Scherlänge l_s nach Gleichung 3.1 analog zur Laboranlage fest.

Eine rechteckige Platte, die 90 mm breit und 40 mm lang ist, ist unterhalb des Schlittens montiert und wendet ausschließlich die generierte oszillierende Schwingung auf den Filterkuchen an. Die Länge der sogenannten Überträgerplatte deckt sich folglich exakt mit dem Bandvorschub pro Takt von 40 mm. Eine lineare Schlittenführung stellt eine gerade horizontale Oszillation der Überträgerplatte parallel zur Filterkuchenoberfläche sicher. Ein rechteckiger, feststehender Rahmen, der die oszillierende Überträgerplatte umgibt, ist gemeinsam mit der Überträgerplatte an eine Halteplatte angebracht. Die Halteplatte ist über eine Kugelschiene mit einem Pneumatikzylinder verbunden, womit die gesamte Vibrationseinheit aufwärts und abwärts vor und nach dem Bandtransport bewegt werden kann. Eine lineare Führung der Kugelschiene in einem Kugelwagen, der an einen Halter montiert ist, garantiert einen geradlinigen, definierten Kontakt zwischen Überträgerplatte bzw. Rahmen und Filterkuchen für einen Schwingungseintrag genau parallel zur Filterkuchenoberfläche. Die zweite Funktion des Pneumatikzylinders ist die mechanische Aufbringung des Pressdrucks während der Vibrationsanwendung.

Beim Ablassen der Vibrationseinheit nach dem Bandtransport wird der feststehende Rahmen an die Filterkuchenbereiche, die am Rand der eigentlichen Vibrationszone direkt unterhalb der Überträgerplatte lokalisiert sind, angepresst. Insofern gewährleistet der Rahmen eine Fixierung der Randbereiche des Filterkuchens und eine Abdichtung der Vibrationszone unterhalb der Überträgerplatte während des Vibrationseintrags, sodass kein seitlicher Filterkuchenausrag und keine lokale Filterkuchenanhäufung auftritt. Die Unterseite des Rahmens ist mit Moosgummi beklebt. Weil zwischen Moosgummi und Überträgerplatte ein kleiner Abstand existent ist, setzt das Moosgummi zuerst auf den Filterkuchen im Randbereich auf und erfährt eine elastische Deformation. Dies sorgt dafür, dass der Rahmen den gesamten Filterkuchen im Randbereich, dessen Filterkuchenhöhe sich infolge der Verdichtung unterscheidet (siehe Abbildung 6.1), fixiert. Die schräge Filtrationskanalbegrenzung des Bandfilters macht obendrein einen angewinkelten Rahmen an der Seite notwendig.

Eine Gesamt- und Detailansicht der vollständigen Bandfilterapparatur inklusive Vibrationsapparatur, die auch die in Abbildung 6.2 noch ausgeblendeten Apparatekomponenten einschließt, ist in Abbildung 6.3 gegeben. Der Taktbandfilter, der auf einem Sockel platziert ist, steht auf einem durch Rollen einfach transportablen Gestell. An den länglichen Seiten des Gestells sind zwei Itemprofile fixiert. Zwei Halter sind jeweils an einem der beiden Itemprofile auf gleicher Höhe montiert und stützen eine Traverse aus zwei Itemprofilen, an die der Halter der Linearführung sowie die Halteplatte des Pneumatikzylinders über zylindrische Abstandshalter verbunden sind.

Ein L-Winkelprofil, das an die Motorhalterung geschweißt ist, hält die beiden Stehlager der Welle. Die Motorhalterung ist über zwei L-Winkelprofile an das Gestell befestigt. Zwischen L-Winkelprofil und Motorhalterung befinden sich jeweils im oberen und unteren Bereich vier Schwingungsdämpfer. Die Schwingungsdämpfer unterbinden somit eine Schwingungsübertragung ausgehend vom Motorhalter, an dem die gesamte Einheit zur Vibrationserzeugung angebracht ist, auf das Gestell und damit den Taktbandfilter, der nicht für solche Belastungen ausgelegt ist. Eine im Nachhinein installierte Halterung auf der gegenüberliegenden Seite der Motorhalterung sorgt für eine zusätzliche Stabilisierung des Motorhalters und der Traverse für die Linearführung. Eine Verbindung zwischen dem Motorhalter und der Zusatzhalterung besteht über einen Bolzen auf dem L-Winkelprofil und einen Schwingungsdämpfer auf der Zusatzhalterung, um ebenso hier eine Schwingungsentkopplung zwischen Vibrationseinheit und Gestell bzw. Bandfilter zu wahren. Die Schwingungsentkopplung zwischen Motorhalterung und Gestell ist für einen definierten Vibrationseintrag ausschließlich über die Überträgerplatte in den direkt darunter liegenden Filterkuchen und zur Verhinderung einer Bandfilterbeanspruchung fundamental. Der Motorhalter, die Traversenhalter und die Zusatzhalterung sind entlang des Bandfilters in Längsrichtung an das Gestell schnell und einfach variabel montierbar, sodass die Vibrationsverdichtung an allen Positionen des Bandfilters umsetzbar ist. Diese modulare Bauweise ermöglicht eine hohe Flexibilität bezüglich möglicher Produktwechsel, die eine Umpositionierung der Vibrationsverdichtung z.B. durch eine längere Kuchenbildungszone oder eine Filterkuchenwaschung verlangen.

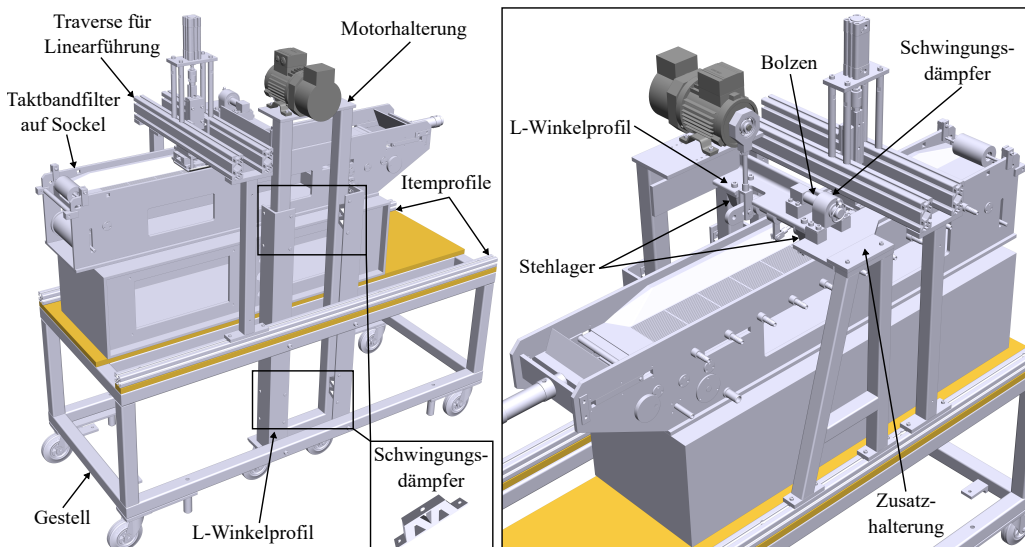


Abbildung 6.3: Gesamt- und Detailansicht der Bandfilterapparatur inklusive Vibrationsmodul.

6.1.4 Betriebsablauf und -bedingungen des Taktbandfilters mit Vibrationsmodul

Die Abbildung 6.4 demonstriert den vorderen Bereich des Taktbandfilters mit dem implementierten Vibrationsmodul in einer Detailansicht. Zu Beginn formiert sich ein Filterkuchen mit einer konstanten Höhe von ca. 8 mm, die durch die Aufgabezeit der Suspension bei konstantem Volumenstrom der Suspensionspumpe regulierbar ist, auf den ersten drei Vakuumkammern. Im Anschluss an die Suspensionsaufgabe bedarf es acht Bandvorschübe, bis ein vollständig gebildeter und gesättigter Kuchen die Kuchenbildungszone verlässt. Im vorderen Bereich der vierten Vakuumkammer ereignet sich nachfolgend für Vibrationszeiten zwischen 15 und 90 s bei konstanter Scherlänge von 4,5 mm und unterschiedlichen Frequenzen der Schwingungseintrag in den Filterkuchen, dessen Länge mit dem Bandvorschub pro Takt von 40 mm korrespondiert. Der Pneumatikzylinder wendet den mechanischen Pressdruck währenddessen an.

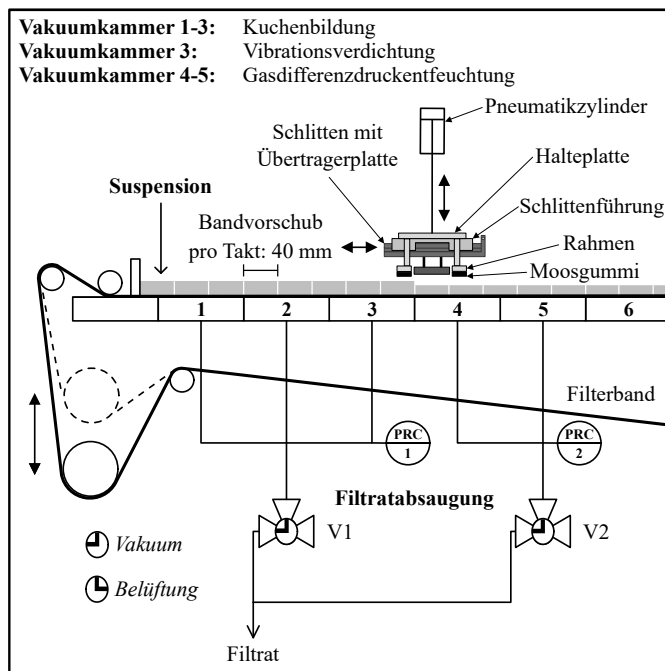


Abbildung 6.4: Schematische Illustration des entwickelten Vibrationsmoduls auf dem Taktbandfilter.

In der Abbildung 6.4 ist auch der in Kapitel 6.1.3 erwähnte Abstand zwischen Moosgummi und Überträgerplatte, der die Fixierung des Filterkuchens im Randbereich unabhängig von der Filterkuchenhöhe durch den Rahmen sicherstellt, veranschaulicht. Passend zur diskontinuierlichen

Vibrationsanlage befindet sich für eine rückstandlose Ablösung des Filterkuchens nach dem Anheben des Vibrationsmoduls das monofilamentale Nylonfiltertuch SEFAR NITEX® 03/5-1 (Fa. SEFAR AG) unterhalb des Rahmens und der Übertragerplatte. Abschließend findet die Gasdifferenzdruckentfeuchtung durch einen angelegten Unterdruck in der vierten und fünften Vakuumkammer statt. Die untersuchte Vibrationszeit definiert die Taktzeit des Bandfilters, die den Zeitraum zwischen zwei Bandvorschüben charakterisiert. Die Taktzeiten betragen je nach betrachteter Vibrationszeit zwischen 28 und 103 s mit spezifischen Festmassendurchsätzen zwischen 329 und 90 kg m⁻² h⁻¹. Die Erhebung der Filterkucheneigenschaften bei verschiedenen Betriebsbedingungen basiert auf Proben, die durch den Probenehmer in Abbildung 3.3 (a) entnommen werden.

Zur Verdeutlichung des Ablaufs eines Takts ist in Abbildung 6.5 der Differenzdruck in der Kuchenbildungszone (PRC 1) und in der Vibrations- bzw. Gasdifferenzdruckentfeuchtungszone (PRC 2) über die Zeit beispielhaft für eine Taktzeit von 43 s (Vibrationszeit 30 s) dargestellt.

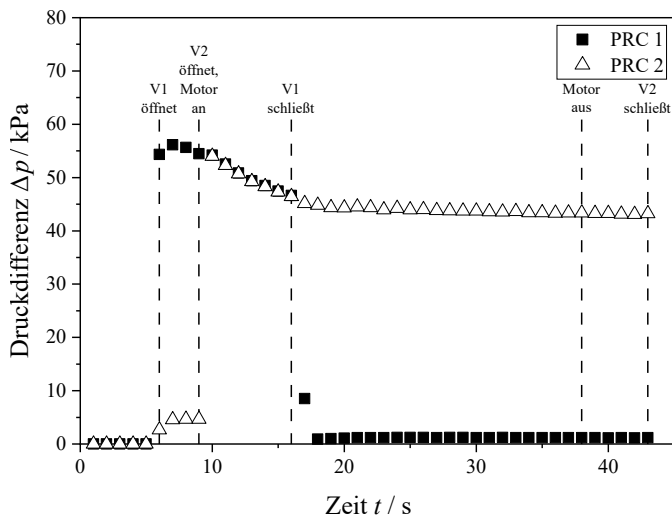


Abbildung 6.5: Zeitlicher Differenzdruckverlauf in den Vakuumkammern 1, 2 und 3 (PRC 1) und in den Vakuumkammern 4 und 5 (PRC 2) bei einem Taktdurchlauf (Taktzeit 43 s).

Im Zuge des Bandvorschubs, den der Pneumatikzylinder in den ersten fünf Sekunden ausführt, ist in keiner Vakuumkammer ein Unterdruck zugegen. Im Anschluss an den Bandvorschub öffnet das Ventil für die Suspensionsaufgabe für 3 s, womit Suspension auf das Filterband fließt und den vorgeschobenen Filterbandteil im vorderen Bereich der ersten Vakuumkammer bedeckt. Der Beginn der Suspensionsaufgabe geht mit der Vakuumversorgung in den ersten drei Vakuumkammern durch Öffnung des Ventils V1 einher. Unabhängig von der durchgeführten Taktzeit bleibt das Ventil V1 im Zuge dessen immer für 10 s geöffnet. Mit dem Schließen von

Ventil V1 und der Belüftung der ersten drei Vakuumkammern nach 10 s liegt für den Rest der Taktzeit kein Unterdruck mehr in den ersten drei Vakuumkammern an. Dies gewährleistet für jede untersuchte Vibrations- bzw. Taktzeit, dass ein vollständig gesättigter Filterkuchen nach dem Überqueren der Kuchenbildungszone auf den ersten drei Vakuumkammern vorliegt und keine Gasdifferenzdruckentfeuchtung in der Kuchenbildungszone auftritt. Diese Betriebsweise ermöglicht außerdem, dass die Vibrationsverdichtung immer an derselben Position im vorderen Bereich der vierten Vakuumkammer stattfindet und keine Umpositionierung des Vibrationsmoduls bei unterschiedlichen Vibrationszeiten nötig ist. Die Druckdifferenz in den ersten Vakuumkammern fällt in dieser Phase von anfänglich 56 auf 45 kPa ab. Der Grund für den Druckdifferenzabfall sind Undichtigkeiten am Filterband. Durch die schräge Filtrationskanalbegrenzung geht die Breite des Filterband über die ebene Vakuumkammer zur Vermeidung eines seitlichen Feststoffdurchschlag hinaus, sodass insbesondere eine Luftansaugung seitlich durch das Filterband stattfindet.

Die Vibrationsverdichtung und Gasdifferenzdruckentfeuchtung auf der vierten und fünften Vakuumkammer setzen erst nach der Suspensionsaufgabe mit Einschalten des Elektromotors und dem gleichzeitigen Öffnen des Ventils V2 für einen Unterdruck in den Vakuumkammern 4 und 5 ein. Die Druckdifferenz in der vierten und fünften Vakuumkammer flacht von ungefähr 55 kPa zu Beginn der Ventilöffnung auf einen stationären Gleichgewichtswert von 45 kPa ab. Nachdem die betrachtete Vibrationszeit abgelaufen ist, endet die Vibrationsverdichtung durch Ausschalten des Elektromotors des Vibrationsmoduls. Bis zum kompletten Stillstand der Übertragerplatte erfordert es nach Ausschalten des Elektromotors noch wenige Sekunden, weshalb noch Unterdruck in den Vakuumkammern 4 und 5 für weitere fünf Sekunden bis zum Schließen von Ventil V2 anliegt. Für diese Vibrations- bzw. Taktzeit dauert die Gasdifferenzentfeuchtung 35 s pro Takt an. Die Dauer der Gasdifferenzdruckentfeuchtung variiert in Abhängigkeit der untersuchten Vibrationszeit zwischen 20 und 95 s pro Takt. Weil sich keine weiteren Prozessschritte auf den restlichen Vakuumkammern 6 bis 10 ereignen und nur ein Transport des Filterkuchens über diese Kammern für den finalen Filterkuchenabwurf erfolgt, ist zu keinem Zeitpunkt ein Unterdruck in diesen Kammern vorhanden.

Um das Vermögen der Vibrationsverdichtung, während der darauffolgenden Gasdifferenzdruckentfeuchtung entstehende Schrumpfrisse vorzubeugen, zu beurteilen, ist ein etwas veränderter Aufbau des Taktbandfilters, der in Abbildung 6.6 zu sehen ist, erforderlich. Die geringe Rissbildung von PCC bei dem ursprünglichen Aufbau in Abbildung 6.1, die sich durch die geringe Druckdifferenz (siehe Abbildung 6.5) begründen lässt, erfordert für die Studie eine Veränderung des Taktbandfilteraufbaus. Die Anpassungen im Vergleich zum Aufbau in 6.5 umfassen eine verlängerte Gasdifferenzdruckentfeuchtungszone um eine weitere Vakuumkammer. Für den Aufbau des Unterdrucks in der hinzukommenden Vakuumkammer 6 ist ausschließlich die zweite Vakuumpumpe (VP2) UNO 6 (Fa. Pfeiffer Vacuum Technology AG) zuständig. Diese Maßnahme zielt auf eine höhere Druckdifferenz während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung für eine stärkere Rissbildung im Filterkuchen ab. Eine Kamera mit einem Ringlicht macht für die

Rissbildanalyse Aufnahmen von fünf Filterkuchenvorschüben auf den Vakuumkammern 8 und 9, nachdem der Filterkuchen die Gasdifferenzdruckentfeuchtungszone passiert ist.

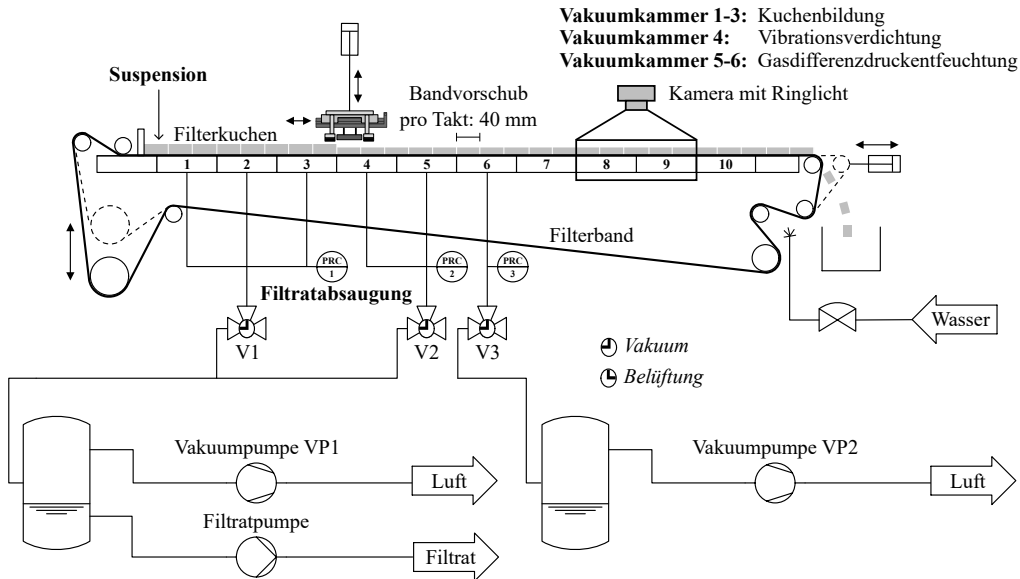


Abbildung 6.6: Schematische Darstellung des veränderten Taktbandfilteraufbaus für die Rissbildanalyse.

In Abbildung 6.7 ist die Druckdifferenz in den Vakuumkammern 4 und 5 (PRC 2) sowie in der Vakuumkammer 6 (PRC 3) für den Aufbau in Abbildung 6.1 und für den angepassten Aufbau in Abbildung 6.6 bei einer Taktzeit von 43 s gegen die Zeit aufgetragen. Beim ursprünglichen Aufbau erzeugt die Vakuumpumpe eine Druckdifferenz von anfangs 55 kPa in den Vakuumkammern 4 und 5 (PRC 2), die anschließend auf einen stationären Wert von 45 kPa abfällt. Ohne die zweite Vakuumpumpe liegt in der Vakuumkammer 6 (PRC 3) entsprechend keine Druckdifferenz an. Der in Abbildung 6.5 gezeigte Betriebsablauf des vorausgegangenen Aufbaus besteht genauso bei dem neuen Aufbau weiter. Das Ventil V3, das die Vakuumversorgung in der hinzugeschalteten Vakuumkammer 6 steuert, öffnet und schließt zu den gleichen Zeitpunkten wie das Ventil V2 für die Vakuumkammern 5 und 6. In der Vakuumkammer 6 (PRC 3) ist zu Beginn eine etwas höhere Druckdifferenz von ca. 60 kPa im Vergleich zum anfänglichen Aufbau in der Gasdifferenzdruckentfeuchtungszone erzielbar, die jedoch auf einen niedrigeren Wert von etwa 40 kPa im stationären Gleichgewicht abnimmt. Die zweite Vakuumpumpe führt in den Vakuumkammern 4 und 5 (PRC 2) sogar zu einer höheren Druckdifferenz von ca. 60 kPa direkt nach Öffnen von Ventil V2 sowie V3 und von ca. 55 kPa im stationären Gleichgewicht. Zwar sind die Vakuumkammern eigentlich durch eine Wand voneinander getrennt, allerdings saugt die zweite Vakuumpumpe Luft über das Filtermedium aus den Vakuumkammern 4 und 5 an. Auf diese Weise unterstützt die zweite

Vakuumpumpe die Bereitstellung der Druckdifferenz in den Vakuumkammern 4 und 5. Der gleiche Effekt ist beim Öffnen von Ventil V1 zu beobachten. Obwohl das Ventil V2 noch geschlossen ist, bringt das Öffnen von Ventil V1, das eigentlich für die Aufbringung eines Unterdrucks in den ersten drei Vakuumkammern vorgesehen ist, auch ein geringe Druckdifferenz in den Vakuumkammern 4 und 5 mit sich. Der Gebrauch der zweiten Vakuumpumpe an der sechsten Vakuumkammer trägt letztendlich zu einer höheren Druckdifferenz in der Gasdifferenzdruckentfeuchtungszone für die Rissbildanalyse in Kapitel 6.5 bei.

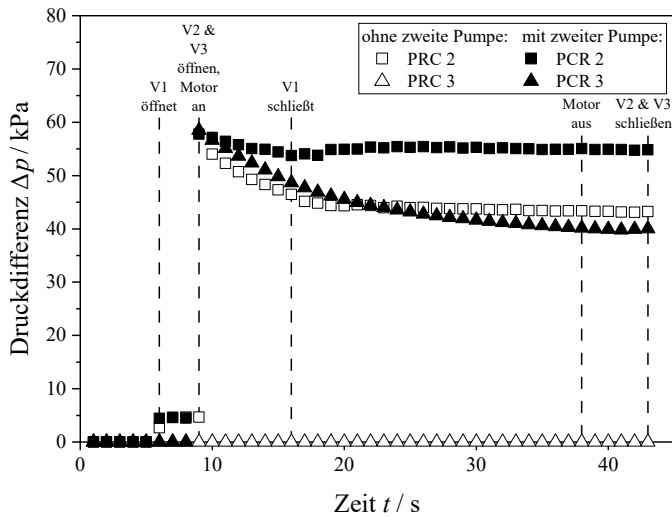


Abbildung 6.7: Zeitlicher Differenzdruckverlauf in den Vakuumkammern 4 und 5 (PRC 2) sowie in der Vakuumkammer 6 (PRC 3) ohne die zweite Vakuumpumpe (siehe Abbildung 6.1) und mit der zweiten Vakuumpumpe (siehe Abbildung 6.6) bei einem Taktdurchlauf (Taktzeit 43 s).

6.2 Entfeuchtungswirkung des Vibrationsmoduls auf dem Bandfilter

Wie im Kapitel 5 liegt der Bewertung der Entfeuchtungs- bzw. Verdichtungswirkung des entwickelten Vibrationsmoduls auf dem Bandfilter die Restfeuchte des Filterkuchens zu Grunde. Dies erlaubt die vollständige Filterkuchensättigung, die das Kapitel 4.2 für PCC bei einer Anwendung eines Gasdifferenzdrucks von 80 kPa nach der Kuchenbildung nachweist und so auch für die gesamten Prozesse auf dem Bandfilter bei einer maximal realisierbaren Druckdifferenz von ca. 60 kPa gilt. Die Abbildung 6.8 zeigt die Filterkuchenrestfeuchte nach der Verdichtung durch eine oszillierende Scherung bei einem überlagerten mechanischen Pressdruck von 80 kPa bei

unterschiedlichen Frequenzen und Vibrationszeiten pro Takt auf dem Bandfilter. Außerdem ist dort die Restfeuchte des Filterkuchens nach der Verdichtung durch den mechanischen Pressdruck von ca. 80 kPa ohne oszillierende Scherung (0 Hz) abgebildet. Die Werte beruhen auf einer Probenahme direkt unterhalb der Überträgerplatte im Anschluss an das Anheben der Vibrationseinheit nach Ende der Verdichtung und des Takts. Der Wert bei 0 s repräsentiert den Referenzwert des Filterkuchens nach der Kuchenbildung bzw. nach Passieren der ersten drei Vakuumkammern der Kuchenbildungszone. Da für die Übertragung der Vibrationsverdichtung auf den Bandfilter die notwendigen Prozesszeiten im Hinblick auf den Durchsatz von Relevanz sind und ohnehin für die Werte nach der Pressverdichtung keine Schwingungsanzahl zuzuordnen ist, sind die erzielbaren Filterkuchenrestfeuchten in Abhängigkeit der Zeit abgebildet.

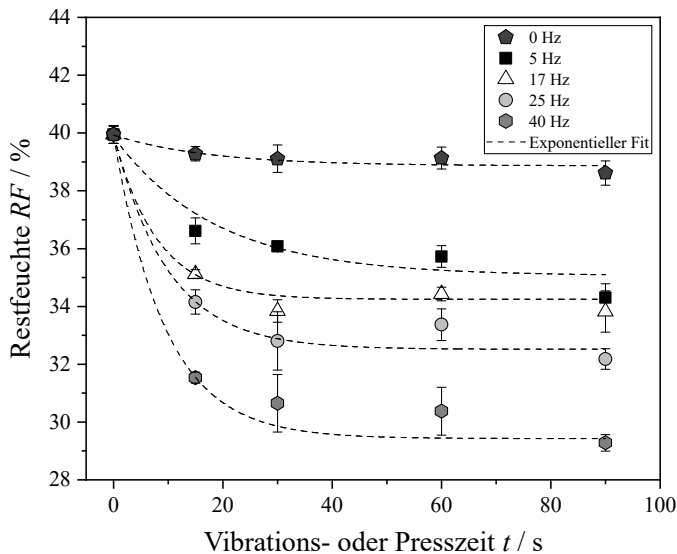


Abbildung 6.8: Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung sowie nach der Verdichtung durch eine oszillierende Scherung bei einem Pressdruck von 80 kPa und durch einen reinen Pressdruck bei 80 kPa auf dem Taktbandfilter. Die gestrichelte Linie demonstriert die exponentielle Datenanpassung mittels Gleichung 6.1.

Bereit nach einer kurzen Vibrationszeit von 15 s ist eine erhebliche Reduzierung der Restfeuchte durch die Vibrationsverdichtung für alle Frequenzen im Vergleich zur Kuchenbildung zu beobachten. Eine längere Vibrationszeit von 30 s senkt die Restfeuchte weiter etwas ab. Eine weitere Verlängerung der Vibrationszeit bringt keine signifikante Entwässerung mehr hervor, weshalb schon nach 30 s das stationäre Gleichgewicht anzunehmen ist. Was genauso hier klar zu sehen ist, dass die Vibrationsverdichtung mit wachsender Schwingungsfrequenz dem Filterkuchen weitere Flüssigkeit entzieht. Presst der Pneumatikzylinder die Überträgerplatte nur mit einem Druck von 80 kPa an den Filterkuchen ohne eine oszillierende Scherung, verringert sich die Restfeuchte nur minimal. Schon bei der niedrigsten betrachteten Frequenz von 5 Hz erwirkt die

Vibrationsverdichtung eine stärkere Entfeuchtung als die reine Pressverdichtung bei 80 kPa. Dies verdeutlicht, dass die hohe Entfeuchtungs- oder Verdichtungswirkung der Vibrationsverdichtung in erster Linie auf die oszillierende Scherung zurückgeht.

In Übereinstimmung mit den Untersuchungen in der diskontinuierlichen Vibrationsanlage in Kapitel 5 verhält sich die Verdichtungskinetik unter oszillierender Scherung bei geringem Pressdruck genauso auf dem Bandfilter exponentiell. Da hingegen auf dem Bandfilter die zeitliche Verdichtungskinetik betrachtet wird, ersetzt die Zeit t die Schwingungsanzahl s und die charakteristische Schwingungszeit ϑ_t die charakteristische Schwingungsanzahl ϑ in dem Exponentialmodell nach Illies et al. [55–57] in Gleichung 2.15. Daraus folgt die Gleichung 6.1 zur Anpassung der experimentellen Daten in Abbildung 6.8.

$$RF(t) = RF_{\infty} + B \cdot e^{-\frac{t}{\vartheta_t}} \quad (6.1)$$

Die Tabelle 6.1 führt die Parameter der exponentielle Datenangleichung in Origin 2019b mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus auf. Die reine Pressverdichtung bei 80 kPa vermindert die Restfeuchte nur um 1,1 Prozentpunkte, wohingegen eine Vibrationsverdichtung bei 5 Hz schon eine markante Minimierung der Restfeuchte um 4,8 Prozentpunkte leistet. Durch die Vibrationsverdichtung bei der höchsten Frequenz von 40 Hz ist sogar eine Verringerung der Restfeuchte um 10,5 Prozentpunkte möglich. Noch vor der Gasdifferenzdruckentfeuchtung im nächsten Schritt trägt die Vibrationsverdichtung demnach enorm zur Entfeuchtung des Filterkuchens aus PCC auf dem Bandfilter bei.

Tabelle 6.1: Parameter der exponentiellen Datenangleichung in Abbildung 6.8 mittels Gleichung 6.1. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | RF_{∞} / % | B / % | ϑ_t / s | R^2 / — |
|---------------|-------------------|----------------|-------------------|-----------|
| 0 | $38,9 \pm 0,2$ | $1,1 \pm 0,3$ | 17,5 | 0,7866 |
| 5 | $35,1 \pm 0,7$ | $4,8 \pm 0,8$ | 18,6 | 0,9213 |
| 17 | $34,2 \pm 0,2$ | $5,7 \pm 0,4$ | 7,9 | 0,9786 |
| 25 | $32,5 \pm 0,4$ | $7,4 \pm 0,5$ | 10,0 | 0,9607 |
| 40 | $29,4 \pm 0,3$ | $10,5 \pm 0,4$ | 9,4 | 0,9943 |

Die Filterkuchenrestfeuchte bei 0 s in Abbildung 6.8 steht für den Referenzzustand nach der Kuchenbildung auf den ersten drei Vakuumkammern ohne parallel stattfindende Vibrationsverdichtung im vorderen Bereich der vierten Vakuumkammer. Deshalb gilt es zu überprüfen, ob sich eine gleichzeitig ablaufende Vibrationsverdichtung schon auf die Kuchenbildung auswirkt. In

Abbildung 6.9 ist dafür die Restfeuchte der Filterkuchen nach der Kuchenbildung bei zeitgleicher Vibrationsverdichtung bei verschiedenen Vibrationszeiten und -frequenzen aufgeführt. Der Wert bei 0 s und 0 Hz drückt die Referenzrestfeuchte nach der Kuchenbildung ohne den Einfluss einer parallel laufenden Vibrationsverdichtung aus. Die Restfeuchte nach der Kuchenbildung ändert sich durch den zeitgleichen Schwingungseintrag bei allen Vibrationszeiten und -frequenzen kaum oder nur marginal. Im Rahmen der Standardabweichung der Werte ist keine merkliche Auswirkung des Vibrationseintrags im vorderen Bereich der vierten Vakuumkammer auf die Kuchenbildung, die sich auf den ersten drei Vakuumkammern ereignet, auszumachen. Diese Feststellung impliziert, dass das in Kapitel 6.1.3 dargelegte Konzept der Schwingungsentkopplung seine Funktion erfüllt und der Schwingungseintrag definiert über die Überträgerplatte nur in den darunter liegenden Filterkuchen erfolgt. Würde die Schwingungsentkopplung nicht funktionieren und die vom Vibrationsmodul generierten Vibrationen auf den Bandfilter übergehen, wäre eine Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungswirkung schon nach der Kuchenbildung, die nachweislich hier nicht eintritt, bemerkbar.

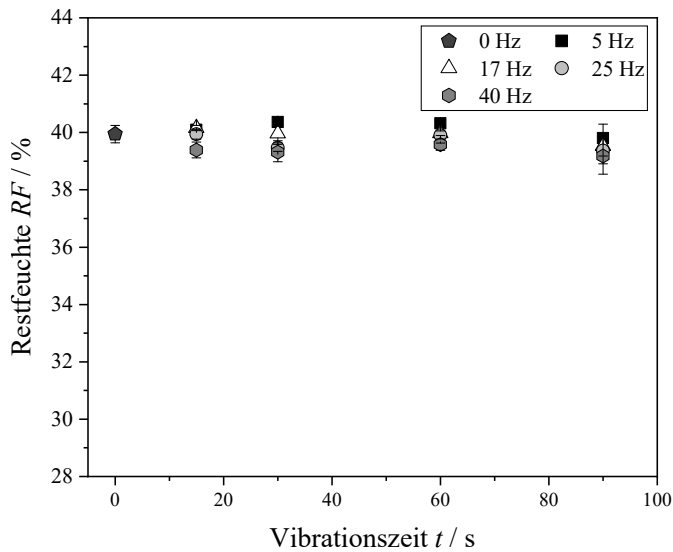


Abbildung 6.9: Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung auf den ersten drei Vakuumkammern mit und ohne parallel stattfindender Verdichtung durch eine oszillierende Scherung bei einem Pressdruck von 80 kPa.

6.3 Übertragbarkeit der Verdichtungsergebnisse aus dem Labormaßstab

In Abbildung 6.10 sind die erzielbaren Filterkuchenrestfeuchten nach der Kuchenbildung (0 s) und nach der Press- bzw. Vibrationsverdichtung in der diskontinuierlichen Vibrationsanlage im Labormaßstab (siehe Abbildung 3.1) für verschiedene Zeiten dargestellt. Zur Bewertung der Übertragbarkeit der Ergebnisse aus der Laboranlage sind die untersuchten Prozessbedingungen wie die Scherlänge, die Vibrations- bzw. Presszeiten und die Vibrationsfrequenzen deckungsgleich zu denen auf dem Taktbandfilter. Unterschiede bestehen lediglich in Bezug auf die Druckdifferenz bei der Kuchenbildung und des Pressdrucks bei der Press- bzw. Vibrationsverdichtung. Da die abfallende Druckdifferenz bei der Bandfilteranlage in Abbildung 6.5 in der Laboranlage schwer nachzubilden ist, beträgt die Druckdifferenz während der Kuchenbildung in der Laboranlage konstant 50 kPa. Eine mechanische Anwendung des Pressdrucks von 80 kPa wie auf dem Taktbandfilter fehlt in der Laboranlage. Der Pressdruck während der Vibrations- und Pressverdichtung setzt sich in der Laboranlage aus einer angelegten Druckdifferenz in der Vakuumfilterplatte von ca. 80 kPa und aus der Federdeformation zusammen mit dem Gewicht der Übertragerplatte von ca. 3 kPa zusammen.

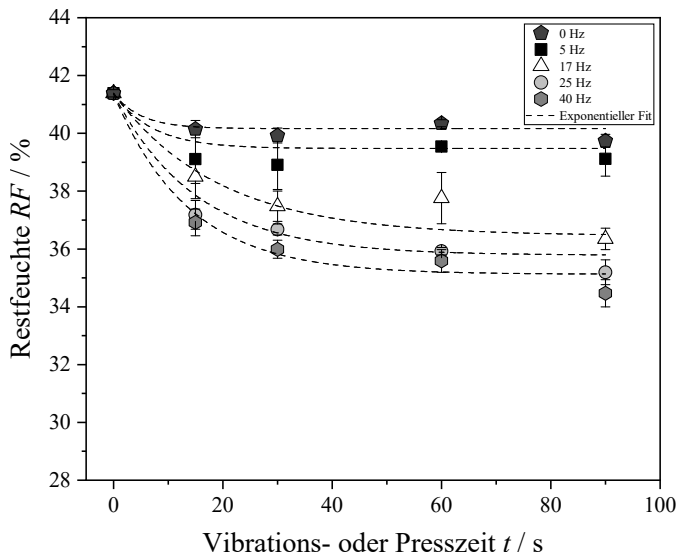


Abbildung 6.10: Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung bei 50 kPa sowie nach der Press- bzw. Vibrationsverdichtung bei einer angelegten Druckdifferenz in der Vakuumfilterplatte von ca. 80 kPa. Die gestrichelte Linie repräsentiert die exponentiellen Datenangleichung mittels Gleichung 6.1 in Origin 2019b mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus.

In Analogie zum Taktbandfilter sind in der Laboranlage genauso die exponentielle Verdichtungskinetik, die weitere Senkung der minimal erreichbaren Restfeuchte durch eine Frequenzerhöhung und der deutliche Nutzen des Schwingungseintrags zur Filterkuchenentfeuchtung wahrzunehmen. Die Parameter der exponentiellen Datenapproximation durch die Gleichung 6.1 sind der Tabelle 6.2 zu entnehmen.

Tabelle 6.2: Parameter der exponentiellen Datenapproximation in Abbildung 6.10 durch Gleichung 6.1. Die dargelegten Abweichungen der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B bilden die Standardfehler der Approximation.

| Frequenz / Hz | RF_{∞} / % | B / % | ϑ_t / s | R^2 / — |
|---------------|-------------------|---------------|-------------------|-----------|
| 0 | $40,2 \pm 0,1$ | $1,2 \pm 0,2$ | 5,0 | 0,8674 |
| 5 | $39,5 \pm 0,1$ | $1,9 \pm 0,1$ | 7,1 | 0,9788 |
| 17 | $36,5 \pm 0,4$ | $4,9 \pm 0,4$ | 19,2 | 0,9845 |
| 25 | $35,8 \pm 0,2$ | $5,6 \pm 0,3$ | 15,1 | 0,9921 |
| 40 | $35,1 \pm 0,4$ | $6,3 \pm 0,5$ | 13,7 | 0,9877 |

Vergleicht man die erreichten Restfeuchteniveaus in der Labor- und Pilotanlage, ergeben sich hingegen offensichtliche Unterschiede. Nach der Kuchenbildung ist die Restfeuchte auf dem Bandfilter kleiner als in der Laboranlage. Diese Diskrepanz ist begründet durch die Druckdifferenz beim Bandfilter, die anfangs etwas oberhalb der konstant gehaltenen Druckdifferenz von 50 kPa in der Laboranlage liegt, bevor sie auf den stationären Gleichgewichtswert von ca. 45 kPa absinkt. Die Pressverdichtung bei 80 kPa entfeuchtet den Filterkuchen bis zu einer Restfeuchte von $38,9 \pm 0,2$ % auf dem Bandfilter verglichen mit der minimal erzielbaren Restfeuchte in der Laboranlage von $40,2 \pm 0,1$ %. Die effektivere Pressverdichtung auf dem Bandfilter ist der unterschiedlichen Erzeugung des Pressdrucks, den gegensätzlich zur Laboranlage ein Pneumatikzylinder mechanisch erzeugt, zuzuschreiben. Wie im Kapitel 4.2 angemerkt, ist die ausgeübte Pressverdichtung durch die überlagerte Druckdifferenz in der Vakuumfilterplatte von ca. 80 kPa, die Federdeformation und das Übertragerplattengewicht in der Laboranlage vernachlässigbar. Verglichen mit dem Wert nach der Kuchenbildung bei 50 kPa ist dennoch ein Entfeuchtungseffekt durch die Pressung in der Laboranlage zu erkennen, weil während dem Pressen eine höhere Druckdifferenz von ca. 80 kPa in der Vakuumfilterplatte anliegt.

Illies et al. [37] geben Restfeuchtwerte für kompressible Filterkuchen aus einem ähnlichem PCC nach einer Konsolidierung durch einen Pressstempel mit 100 kPa und nach einer Konsolidierung durch einen Gasdifferenzdruck von 100 kPa an. Die Filterkuchenkonsolidierung bei einem Gasdifferenzdruck, die als Normalschrumpfung bekannt ist, kommt zustande, wenn sich der Gasdifferenzdruck von 100 kPa in diesem Fall unterhalb des kapillaren Eintrittsdrucks befindet

und somit der Druck keine Untersättigung auslöst (siehe Kapitel 2.3.1). Trotz des selben Drucks von 100 kPa kommt es bei Illies et al. [37] zu einer höheren Filterkuchenverdichtung und -entfeuchtung nach einer mechanischen Konsolidierung durch den Pressstempel. Nach Schubert [15] erscheint ein sprunghafter Zugfestigkeitsanstieg im Haufwerk schon bei einer minimalen Untersättigung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung noch vor der Überschreitung des kapillaren Eintrittsdrucks (siehe Abbildung 2.5 in Kapitel 2.3.1). Eine Filterkuchenverfestigung durch eine minimale Untersättigung, die in etwa zu einer niedrigeren Sättigung zwischen 95 und 100 % führt und sich noch nicht im Bereich der Überwindung des kapillaren Eintrittsdrucks abspielt, könnte entgegen der Konsolidierung durch den Gasdifferenzdruck wirken und so die schwächere Filterkuchenverdichtung erklären. Da die Übertragerplatte während der Pressverdichtung in der Laboranlage die Filterkuchenoberfläche im Randbereich nicht vollständig umschließt, ist ein anliegender Gasdifferenzdruck im Filterkuchenrandbereich der Vakuumfilterplatte durchaus denkbar. Ohnehin ist für PCC die Sättigung von $97,1 \pm 1,6$ % knapp unterhalb von 100 % bei einer reinen Gasdifferenzdruckentfeuchtung von ca. 80 kPa in der Laboranlage (siehe Tabelle 4.3 in Kapitel 4.2). Darum könnte die beschriebene Filterkuchenverfestigung während der Konsolidierung durch eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung auch für die Pressverdichtung in der Laboranlage zutreffen. Auf dem Bandfilter liegt zwar ebenso im Randbereich des Vibrationsmoduls ein Gasdifferenzdruck über den Filterkuchen an, allerdings fällt dieser mit ca. 50 kPa kleiner als in der Laboranlage aus. Zudem erfährt der Filterkuchen gleichzeitig mit dem angelegten Unterdruck direkt die mechanische Pressung durch einen Druck von 80 kPa durch den Pneumatikzylinder, der erheblich größer als der mechanische Pressdruck von 3 kPa durch die Feder und das Plattengewicht in der Laboranlage ist. Dies verhindert möglicherweise die ausgeführte Filterkuchenverfestigung und es findet eine überwiegend mechanische Konsolidierung durch den aufgebrachtten Pressdruck des Pneumatikzylinders statt, die die höhere Verdichtungswirkung auf dem Bandfilter gegenüber der Laboranlage herbeiführt.

Ebenso zeigen die niedrigeren erzielbaren Restfeuchten nach der Vibrationsverdichtung bei allen Frequenzen auf dem Bandfilter (siehe Tabelle 6.1) im Gegensatz zur Laboranlage (siehe Tabelle 6.2), dass die Methode auf dem Bandfilter erheblich wirksamer ist. Die Vibrationsverdichtung auf dem Bandfilter kommt bei 5 Hz auf eine Restfeuchte von $35,1 \pm 0,7$ %, die der Schwingungseintrag in der Laboranlage erst bei 40 Hz erwirkt. Die Restfeuchte nach der Vibrationsverdichtung bei 40 Hz liegt sogar um 5,7 Prozentpunkte tiefer als in der Laboranlage bei gleicher Frequenz. Die Versuchsbedingungen sowie die Erzeugung bzw. Übertragung der oszillierenden Scherung stimmen in beiden Anlagen überein. Deshalb ist davon auszugehen, dass die wirksamere Vibrationsentfeuchtung auf dem Bandfilter wie bei der Pressverdichtung aus dem vibrationsüberlagerten Pressdruck, den ein Pneumatikzylinder abweichend zur Laboranlage mechanisch auf dem Bandfilter anwendet, hervorgeht. Die Untersuchungen von Illies et al. [55–57] zum Einfluss der überlagerten Druckdifferenz auf die Vibrationsverdichtung in der Laboranlage zeigen für ein ähnliches PCC,

dass sich bei dem größeren Druck von 80 kPa eine stärkere Filterkuchenverdichtung als bei 20 kPa im niedrigen bis mittleren Frequenzbereich ergibt. Bei 40 Hz fallen die Werte der minimal erreichbare Restfeuchte nach der Vibrationsverdichtung bei 20 und 80 kPa hingegen zusammen. Illies et al. [55, 57] nennen in diesem Zusammenhang die interpartikulären Haftkräfte und die Verdrängung der Flüssigkeit, die durch die Druckdifferenz beeinflusst sind, als entscheidende Effekte. Hinzu kommt vermutlich die erwähnte Normalschrumpfung und Haufwerksverfestigung durch die überlagerte Gasdifferenzdruckentfeuchtung, die genauso abhängig von der angelegten Druckdifferenz in der Vakuumfilterplatte ist. Diese drei Effekte begründen den je nach Material unterschiedlichen Einfluss der überlagerten Druckdifferenz durch Unterdruck in der Laboranlage auf die Vibrationsentfeuchtung, den Illies [57] nach Untersuchung diverser Materialien feststellt.

Nun gilt es, die alleinige Rolle des vibrationsüberlagerten Pressdrucks auf die Vibrationsverdichtung auch bei höheren Pressdrücken als bei Illies et al. [55–57] zu analysieren. Der vibrationsüberlagerte Pressdruck auf dem Bandfilter ist über den Pneumatikzylinder einstellbar. Daher leitet sich eine mögliche Restfeuchteänderung bei gleichbleibenden Vibrationsparametern ausschließlich aus dem variablen vibrationsüberlagerten Pressdruck bei konstantem Unterdruck in der Vakuumkammer ab. Der Einfluss der besagten Haufwerksverfestigung infolge des Gasdifferenzdrucks, der auch auf dem Bandfilter im Randbereich der Übertragerplatte am Filterkuchen anliegt, bleibt bei Variation des Pressdrucks gleich. Die Abbildung 6.11 veranschaulicht die Filterkuchenrestfeuchte über die Press- bzw. Vibrationszeit bei verschiedenen Pressdrücke nach einer reinen Pressverdichtung (0 Hz) und nach einer Vibrationsverdichtung bei 17 und 40 Hz. Die Filterkuchenrestfeuchte bei 0 s zeigt den Referenzzustand nach der Kuchenbildung. Die Tabellen A.12, A.13 und A.14 im Anhang stellen die Anpassungsparameter, die sich aus der Approximation der bekannten exponentiellen Verdichtungskinetik mit Gleichung 6.1 ergeben, zusammen.

Der untersuchte Pressdruckbereich erstreckt sich von 10 bis 120 kPa. Die Nachbildung des Pressdrucks von 3 kPa wie in der Laboranlage durch die Federdeformation und das Platteneigengewicht ist wegen der Reibung zwischen Kugelschiene und -wagen (siehe Abbildung 6.2) ausgeschlossen. Höhere Pressdrücke als 120 kPa sind nicht mit der Anlage realisierbar. Ohnehin sind höhere Pressdrücke mit der Prämisse, das Verfahren auf bestehenden, kontinuierlichen Filterapparaten mit einfacher Bauweise, die nicht für solch hohe Druckbelastungen ausgelegt sind, umzusetzen, nicht vereinbar. Bezogen auf den Referenzzustand nach der Kuchenbildung ist nach einer reinen Pressverdichtung in Abbildung 6.11 (a) bei allen Drücken eine geringfügige Entfeuchtungswirkung erkennbar. Eine Pressverdichtung bei 3 kPa durch die Federdeformation und das Platteneigengewicht bei gleichem Unterdruck von ca. 50 kPa wie auf dem Bandfilter ruft keine weitere Entfeuchtung im Anschluss an die Kuchenbildung in der Laboranlage hervor. Dagegen ist durch einen Pressdruck von 10 kPa schon eine etwas höhere Verdichtung bzw. Entfeuchtung auf dem Bandfilter möglich. Das Ausmaß der Pressverdichtung bei 10, 20 und

80 kPa fällt näherungsweise zusammen, bis bei einem Pressdruck von 120 kPa eine erkennbar stärkere Pressverdichtung vorliegt.

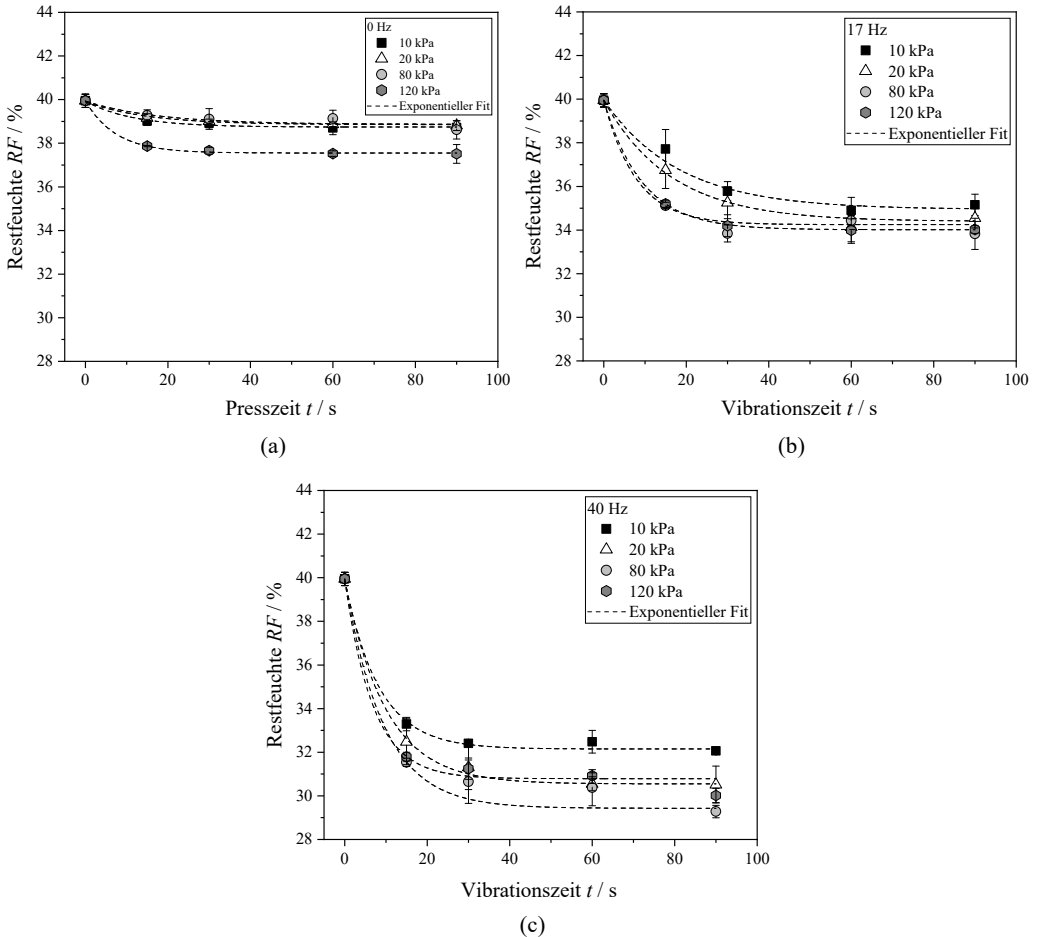


Abbildung 6.11: Filterkuchenrestfeuchte (a) nach der einer reinen Pressverdichtung bei verschiedenen Drücken, nach einer Vibrationsverdichtung mit unterschiedlichen vibrationsüberlagerten Pressdrücken bei (b) 17 Hz und (c) 40 Hz. Die gestrichelte Linie steht für die exponentiellen Datenanpassung mittels Gleichung 6.1 in Origin 2019b mit Hilfe des Levenberg-Marquardt-Algorithmus.

Der Eintrag einer oszillierenden Scherung bei 17 und 40 Hz in Abbildung 6.11 (a) und (b) begünstigt bei jedem vibrationsüberlagerten Pressdruck eine zusätzliche Entfeuchtung im Vergleich zur reinen Pressverdichtung. Ein Schwingungseintrag bei 17 Hz führt nach 30 und 60 s bei den höheren vibrationsüberlagerten Pressdrücken von 80 und 120 kPa schon zu einer leicht höheren Entfeuchtung als bei 10 und 20 kPa, das auf eine etwas schnellere Verdichtungskinetik bei

höheren Pressdrücken hindeutet. Im stationären Verdichtungs-gleichgewicht kommt die Vibrationsanwendung für 20, 80 und 120 kPa bei 17 Hz ungefähr zum gleichen Entfeuchtungsergebnis. Bloß bei dem niedrigsten Pressdruck von 10 kPa ist die minimal erreichbare Restfeuchte im stationären Verdichtungs-gleichgewicht geringfügig höher. Auch bei 40 Hz stechen die Werte bei dem kleinsten Pressdruck von 10 kPa gegenüber den höheren Pressdrücken heraus. Während die erzielten Restfeuchtwerte nach jeder Zeit bei 20, 80 und 120 kPa annähernd gleich ausfallen, ist die Entfeuchtung um ungefähr ein bis zwei Prozentpunkte der Restfeuchte bei 10 kPa für alle Zeiten weniger wirksam. Infolge einer Erniedrigung des Pressdrucks auf 10 kPa auf dem Bandfilter nähern sich die erreichbaren Restfeuchtwerte von ca. $34,9 \pm 0,3 \%$ (17 Hz) und $32,1 \pm 0,1 \%$ (40 Hz) denjenigen Werten von $36,5 \pm 0,4 \%$ (17 Hz) und $35,1 \pm 0,4 \%$ (40 Hz) aus der Laboranlage bei einem noch geringen Pressdruck von 3 kPa an.

Insgesamt machen die Ergebnisse deutlich, dass eine Erhöhung des mechanisch aufgebrauchten Pressdrucks, der gleichzeitig zur Schwingungsanwendung am Filterkuchen anliegt, im analysierten Bereich die Entfeuchtungsleistung des Verfahrens verbessert. Dies gelingt bis zu einem Pressdruck von ca. 20 kPa, ab dem durch weitere Druckerhöhung keine verbesserte Entfeuchtung eintritt und das Entfeuchtungsergebnis stagniert. Die Abweichungen zwischen den erreichbaren Restfeuchten der Laboranlage und der Bandfilteranlage bei gleichen Vibrationsparametern ergeben sich also aus den unterschiedlich hohen Pressdrücken während des Schwingungseintrags. Zur Erklärung des Druckeinflusses auf die Vibrationsverdichtung sind auch hier die zwei gegensätzlichen Effekte, die auch Illies et al. [55–57] aufführen, zu erwähnen. Die Steigerung des Drucks fördert Darcy [71] zufolge die Flüssigkeitsverdrängung aus dem Filterkuchen, woraus eine verstärkte Entfeuchtung durch die Vibrationsanwendung folgt. Ferner unterstützt ein höherer Pressdruck mehr die Partikelumlagerung in Filtrationsrichtung, wohingegen die oszillierende Scherung hauptsächlich die Umlagerung senkrecht zur Filtrationsrichtung stimuliert. Diese Effekte überwiegen, bis ab 20 kPa mit weiterer Druckzunahme die interpartikulären Haftkräfte, die ebenfalls mit zunehmenden Druck nach Youd [104] und Tomas [105] steigen, so stark anwachsen und den begünstigenden Effekten entgegenwirken, dass die Entfeuchtungswirkung mit weiterer Drucksteigerung stagniert.

6.4 Vergleich mit konventionellen Entfeuchtungsmethoden

An die Kuchenbildung schließt sich auf Bandfiltern oftmals eine einfache Gasdifferenzdruckentfeuchtung durch einen Unterdruck in den Vakuumkammern als Filterkuchenentfeuchtungsmethode an. Deswegen soll hier die Mitwirkung der Gasdifferenzdruckentfeuchtungszone auf der vierten und fünften Vakuumkammer zur Filterkuchenentfeuchtung für verschiedene Prozessführungen geprüft

werden. Die Prüfung umfasst die Auswirkung der Gasdifferenzdruckentfeuchtung unmittelbar nach der Kuchenbildung ohne vorherige Verdichtung, nach der Pressverdichtung bei einem Druck von 80 kPa und nach der Vibrationsverdichtung bei variierenden Frequenzen und konstantem Pressdruck von 80 kPa. Die Tabelle 6.3 stellt die erreichbaren Restfeuchten nach der Kuchenbildung als Referenz und für die genannten Prozessführungen auf dem Bandfilter exemplarisch für die längste Taktzeit von 103 s gegenüber. Bei einer Taktzeit von 103 s entspricht die gesamte Gasdifferenzdruckentfeuchungszeit ohne Press- oder Vibrationsverdichtung ca. 475 s und mit vorheriger Press- oder Vibrationsverdichtung für 90 s ca. 380 s. Eine Probenahme nach dem Durchlauf der ersten drei Vakuumkammern für die Kuchenbildung und der ersten fünf Vakuumkammern für die Gasdifferenzdruckentfeuchtung liegen den Werten zugrunde.

Tabelle 6.3: Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung und nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ohne und mit vorangegangener Verdichtung durch einen Pressdruck von 80 kPa oder durch eine oszillierende Scherung bei einem Pressdruck von 80 kPa für eine Taktzeit von 103 s.

| | Restfeuchte <i>RF</i> / % |
|---|------------------------------|
| Kuchenbildung | $39,9 \pm 0,3$ |
| Gasdifferenzdruckentfeuchtung ohne Verdichtung | $39,0 \pm 0,2$ |
| Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Pressverdichtung bei 80 kPa | $38,0 \pm 0,1$ |
| Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Vibrationsverdichtung bei 5 Hz und 80 kPa | $34,1 \pm 0,7$ |
| Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Vibrationsverdichtung bei 17 Hz und 80 kPa | $33,0 \pm 0,5$ |
| Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Vibrationsverdichtung bei 25 Hz und 80 kPa | $31,5 \pm 0,5$ |
| Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Vibrationsverdichtung bei 40 Hz und 80 kPa | $28,6 \pm 0,5$ |

Die Gasdifferenzdruckentfeuchtung umgehend nach der Kuchenbildung reduziert die Restfeuchte trotz der hohen Taktzeit von 103 s kaum. Der Beitrag der Gasdifferenzdruckentfeuchtung zur Filterkuchenentfeuchtung auf dem Bandfilter ist für das Modellsystem PCC folglich vernachlässigbar. In Anbetracht der in Kapitel 4.2 vollständigen Filterkuchensättigung nach einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa ist das Ergebnis auf dem Bandfilter bei der sogar geringeren Druckdifferenz von maximal 55 kPa nicht verwunderlich. Die Druckdifferenz ist für eine Überschreitung des kapillaren Eintrittsdrucks und somit für eine signifikante Filterkuchenuntersättigung bzw. -entfeuchtung nicht hinreichend. Die geringfügige Restfeuchteminderung leitet sich einzig aus der Filterkuchenschrumpfung im Normalbereich (siehe Kapitel 2.3.1) während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ab. Hinzu kommt ein Verdunstungseffekt aufgrund der hohen Verweilzeit des Filterkuchens auf dem Bandfilter, der den etwas kleineren Restfeuchtwert auf dem Bandfilter von $39,0 \pm 0,2$ % gegensätzlich zum Wert von $40,2 \pm 0,8$ % auf der Vakuumfilterplatte (siehe Tabelle 4.3) entgegen der höheren Druckdifferenz von 80 kPa erklärt.

Durchläuft der Filterkuchen vor der Gasdifferenzdruckentfeuchtung eine Pressverdichtung bei 80 kPa, ist eine zusätzliche Filterkuchenentfeuchtung von etwa 0,6 Prozentpunkten erreichbar. Während die alleinige Pressverdichtung bei 80 kPa bei gleicher Taktzeit (siehe Abbildung 6.8) die Restfeuchte auf $38,6 \pm 0,4 \%$ absetzt, kommt die darauffolgende Gasdifferenzdruckentfeuchtung auf eine Restfeuchte von $38,0 \pm 0,1 \%$. Die Entfeuchtungswirkung durch die Gasdifferenzdruckentfeuchtung fällt bei dieser Prozessführung ähnlich marginal wie ohne Pressverdichtung aus. Stellt man die erreichten Restfeuchten nach der Vibrationsverdichtung bei derselben Taktzeit ohne (siehe Abbildung 6.8) und mit anschließender Gasdifferenzdruckentfeuchtung (siehe Tabelle 6.3) nebeneinander, kommt ebenfalls nur ein geringe nachträgliche Entfeuchtung durch die Gasdifferenzdruckentfeuchtung zum Vorschein. Das Entfeuchtungspotential ist hierbei in der gleichen Größenordnung wie direkt nach der Kuchenbildung oder nach vorangegangener Pressverdichtung. Nach der Kuchenbildung ist insofern für die Filterkuchenentfeuchtung des feinen Modellprodukts, bei dem die maximale Druckdifferenz von 80 kPa nicht den kapillaren Eintrittsdruck überwindet und nicht den Filterkuchen untersättigt, hauptsächlich die Vibrationsverdichtung zuständig.

Die Filterkuchenentfeuchtung durch Verdichtung erfolgt üblicherweise durch Pressen des Filterkuchens mit einem Normaldruck in Filtrationsrichtung, wie es z.B. in Filterpressen oder durch zusätzliche Pressvorrichtungen auf Bandfiltern Anwendung findet. Zum Vergleich dieser konventionellen Methode mit der alternativen Vibrationsverdichtung führt die Abbildung 6.12 die minimal erreichbaren Restfeuchten während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle und nach der Vibrationsverdichtung bei einem Pressdruck von 80 kPa auf dem Bandfilter in Analogie zum Kapitel 5 auf. Ausgangspunkt bei der Pressverdichtung in der CP-Zelle ist ein Filterkuchen, der durch eine vakuumbasierte Druckdifferenz von ca. 50 kPa in Anlehnung an die Bedingungen auf dem Bandfilter in der Kuchenbildungseinheit der CP-Zelle entsteht (Wert bei 0 kPa). Gleichzeitig mit der Pressverdichtung besteht eine Druckdifferenz von 50 kPa durch ein aufgebrachtes Vakuum im Filtratablaufboden der CP-Zelle, damit die ausgepresste Flüssigkeit nach unten zum Filtratablaufboden abfließt.

Nach der Pressverdichtung des gebildeten Filterkuchens liegt schon ab ca. 100 kPa eine niedrigere Restfeuchte als nach der Kuchenbildung vor, die mit weiterer Drucksteigerung bis ca. 920 kPa nur etwas weiter absinkt. Zieht man die Werte während der Pressverdichtung in Betracht, ist ein stärkere Entfeuchtung, die mit zunehmenden Druck deutlich zunimmt, als nach der Pressverdichtung beobachtbar. Dies korrespondiert mit den bisherigen Beobachtungen aus Kapitel 5 in Bezug auf die Pressverdichtung von kompressiblen mineralischen Filterkuchen in der CP-Zelle. Der Filterkuchen, der sich nach der Entlastung des Pressdrucks typischerweise für kompressible Filterkuchen elastisch zurückdehnt, saugt ausgepresste Flüssigkeit im Filtertuch, der Stützstruktur und dem Filtratablaufboden nach der Pressverdichtung wieder an. Die relative Kuchenhöhenzunahme des Filterkuchens nach der Pressverdichtung, die mit der Druckerhöhung anwächst, in Tabelle 6.4 drückt dieses Filterkuchenverhalten aus.

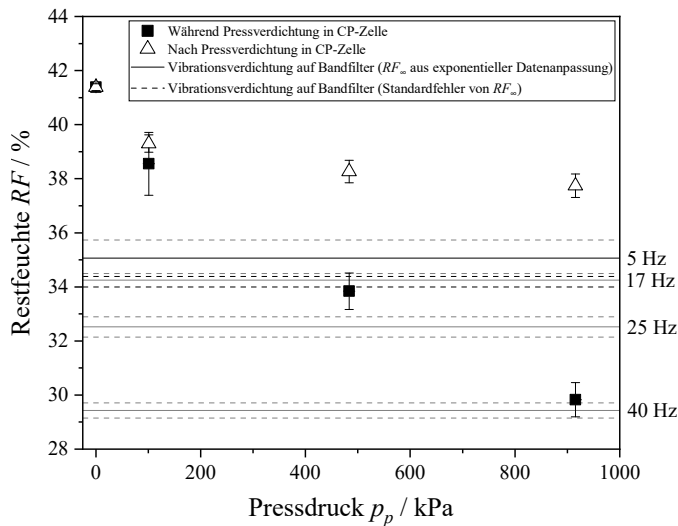


Abbildung 6.12: Minimal erreichbare Restfeuchte während und nach der Pressverdichtung der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung bei einem Pressdruck von 80 kPa auf dem Bandfilter (horizontale Linien).

Tabelle 6.4: Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c der Filterkuchen nach der Pressverdichtung bei verschiedenen Pressdrücken in der CP-Zelle.

| Pressdruck / kPa | Δh_c / % |
|------------------|------------------|
| 100 | $17,1 \pm 3,3$ |
| 480 | $26,3 \pm 1,4$ |
| 920 | $28,8 \pm 1,8$ |

Die Pressverdichtung gelangt auf dem Taktbandfilter bei einem Pressdruck von ca. 80 kPa auf eine minimal erreichbare Restfeuchte von $38,9 \pm 0,2$ % (siehe Abbildung 6.11 (a) bzw. Tabelle A.12 im Anhang). Unterdessen kommt die Pressverdichtung bei einem ähnlichen Druck von ca. 100 kPa auf nahezu identische Werte von $38,9 \pm 1,2$ % während der Belastung und $39,3 \pm 0,3$ % nach der Belastung in der CP-Zelle. Die Anwendung eines Pressdrucks von 120 kPa sorgt auf dem Bandfilter für eine Filterkuchenrestfeuchte von $37,6 \pm 0,0$ %, die sogar niedriger als der Wert von $38,3 \pm 0,4$ % nach der Pressverdichtung beim größeren Pressdruck von ca. 480 kPa in der CP-Zelle ist. Die in Kapitel 6.1.4 beschriebene seitliche Luftansaugung durch das Filtertuch ermöglicht auf dem Bandfilter die Verdrängung der Flüssigkeit im Filtertuch bei aufgebrachtem Unterdruck in den Vakuumkammern und verhindert so eine Wiederbefeuchtung des Filterkuchens durch eine elastische Rückdehnung nach Anheben der Übertragerplatte. Die vollständige Abdichtung der CP-Zelle verhindert hingegen eine Luftansaugung bzw. eine Entfernung der gespeicherten Flüssigkeit im Filtertuch und in der Stützstruktur bei angelegtem Unterdruck im Filtratablaufboden.

So eignet sich eine Wiederbefeuchtung in der CP-Zelle nach Entlastung des Pressdrucks wie in der Filterpresse. Dadurch ist die Pressverdichtung bei 120 kPa auf dem Bandfilter wirksamer als die Pressverdichtung bei 480 kPa in der CP-Zelle. Die Restfeuchte nach dem Pressen bei 120 kPa auf dem Bandfilter passt eher in den Verlauf der Restfeuchte während der Pressverdichtung in der CP-Zelle. Dies deutet daraufhin, dass die CP-Zelle neben dem Reproduzieren der Pressverdichtung in einer Filterpresse (siehe Kapitel 5.1.4) auch zur Nachbildung der Verdichtung durch Pressvorrichtungen auf einem kontinuierlichen Vakuumfilterapparat wie einem Bandfilter mit nicht abgedichtetem Filtertuch geeignet ist.

Mit der Entfeuchtungswirkung des Materials während der Pressverdichtung, die die elastische Rückdehnung des Filterkuchens außer Betracht lässt, kann die Vibrationsverdichtung mit der Pressverdichtung in dem untersuchten Druck- und Frequenzbereich mithalten. Der Vibrationseintrag bei 5 und 17 Hz bringt eine Entfeuchtung des Filterkuchens, die in etwa einer Pressverdichtung von ca. 480 kPa entspricht, hervor. Die Vibrationsverdichtung bei 40 Hz ist sogar mit einer Pressverdichtung bei dem höchsten untersuchten Druck von 920 kPa gleichzusetzen. Für die Erzielung der äquivalenten Entfeuchtungsergebnisse der Pressverdichtung ist allerdings nur ein geringer Pressdruck von 80 kPa bei der Vibrationsverdichtung erforderlich. Verglichen mit der Entfeuchtungswirkung nach der Pressverdichtung, bei der die elastische Rückdehnung und Wiederbefeuchtung des Filterkuchens einbezogen ist, gelangt der Schwingungseintrag bei allen analysierten Frequenzen und bei dem geringen Druck von 80 kPa zu niedrigeren Filterkuchenrestfeuchten. Allein bei der kleinsten Frequenz von 5 Hz überwiegt der Schwingungseintrag der Pressverdichtung beim größten Pressdruck von 920 kPa in Bezug auf die Entfeuchtungswirkung immens. Die Vibrationsverdichtung bei 40 Hz erringt eine um ca. 9 Prozentpunkte kleinere Restfeuchte als die Pressverdichtung beim höchsten Druck von ca. 920 kPa. Hinsichtlich der Entfeuchtung ist für diesen Fall die Vibrationsverdichtung der Pressverdichtung im hohen Maße überlegen.

6.5 Beeinflussbarkeit der Rissbildung mittels Vibrationsverdichtung

Die Filterkuchenverdichtung ist eine bewährte Maßnahme zur Vermeidung der problematischen Rissbildung bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung kompressibler Filterkuchen [22, 23, 36, 87]. Aus diesem Grund ist das Potential der oszillierenden Filterkuchenschering bei geringem Pressdruck als innovative Verdichtungsmethode, die ungewollte Schrumpfrissbildung während der darauffolgenden Gasdifferenzdruckentfeuchtung vorzubeugen, Gegenstand der abschließenden Analyse. Hierzu kommt der veränderte Aufbau des Bandfilters in Abbildung 6.6 zum Einsatz,

der die Möglichkeit bietet, potentielle Risse in der Filterkuchenoberfläche nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung mittels einer Kamera zu erfassen.

Exemplarische Filterkuchenbilder, die sich über eine Länge von fünf Bandvorschüben erstrecken, sind nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung mit und ohne Vorverdichtung für 30 s bei konstanter Taktzeit von 43 s in Abbildung 6.13 zu sehen. Die gestrichelten Linien kennzeichnen die seitlichen Grenzen der Verdichtungszone, deren Abstand der Breite der Überträgerplatte, die die Vibrationen in den Filterkuchen einleitet, gleichkommt.

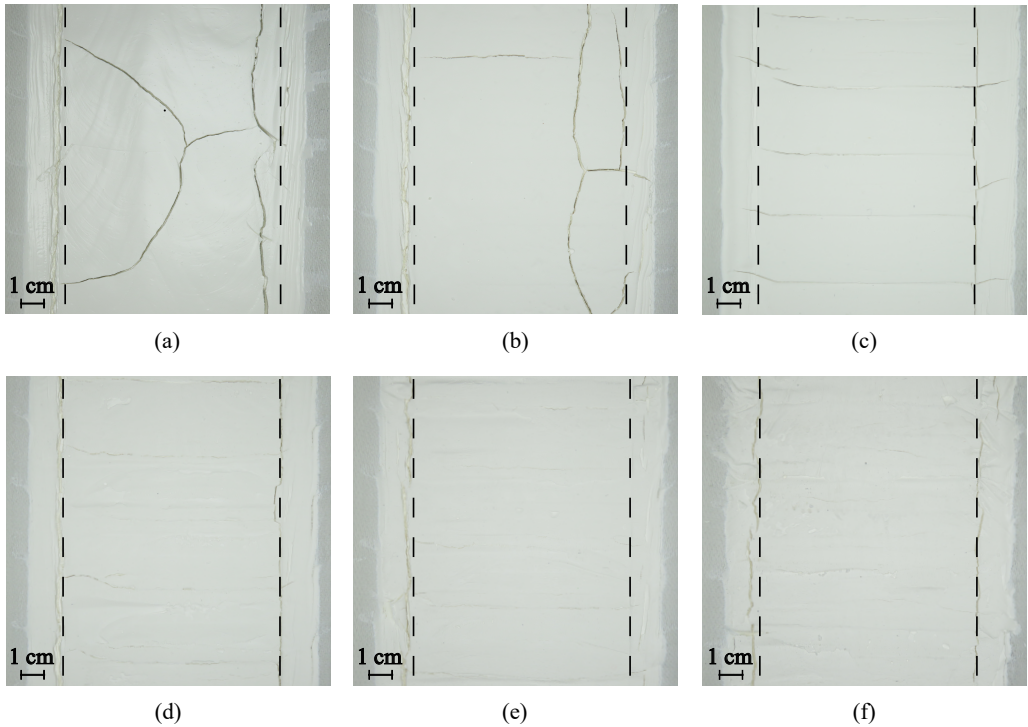


Abbildung 6.13: Filterkuchenaufnahmen von fünf Bandvorschüben nach einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei dem Bandfilteraufbau in Abbildung 6.6 (a) ohne Vorverdichtung, (b) mit vorangegangener Pressverdichtung für 30 s bei 80 kPa und mit vorheriger Vibrationsverdichtung für 30 s bei 80 kPa und einer Frequenz von (c) 5 Hz, (d) 17 Hz, (e) 25 Hz und (f) 40 Hz. Die Taktzeit ist in allen Fällen konstant bei 43 s. Die gestrichelten Linien markieren die seitliche Abgrenzung der Überträgerplatte bzw. der Verdichtungszone.

Die Abbildung 6.13 (a) zeigt eine Filterkuchenaufnahme nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ohne eine vorherige Press- oder Vibrationsverdichtung durch das Modul. Ohne die Vorverdichtung entstehen während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ausgeprägte, tiefe Risse. In der Mitte des Filterkuchens verläuft die Rissbildung isotrop. Entgegengesetzt dazu sind im Randbereich des Filterkuchens direkt an der Grenze der Verdichtungszone vertikal gerichtete Risse auffallend.

Diese Beobachtung geht zurück auf die schräge Filtrationskanalbegrenzung (siehe Abbildung 6.2) zurück, die dort zu einem Übergang von einem ebenen, horizontalen Filterkuchen zu einem geneigten Filterkuchen führt. Solch eine Filterkuchenheterogenität bewirkt in diesem Bereich eine hohe innere Spannung im Filterkuchen, woraus die Rissbildung resultiert [24]. Auf der rechten Seite ist sogar ein vertikaler Riss ersichtlich, der seinen Ursprung in der rechten Randzone hat und bis in den mittleren Bereich hineinragt.

Erfolgt eine alleinige Pressverdichtung bei einem Druck von ca. 80 kPa für 30 s durch das Vibrationsmodul vor der Gasdifferenzdruckentfeuchtung, erscheinen in Abbildung 6.13 (b) weiterhin Risse, die jedoch weniger breit als ohne Vorverdichtung sind. Die Risse treten sowohl in der Filterkuchenmitte, die die direkte Verdichtung durch die Überträgerplatte erfährt, als auch außerhalb der Verdichtungszone am Rand auf. Die Rissbildung in der Verdichtungszone belegt, dass die reine Pressverdichtung bei 80 kPa lediglich für eine Minderung und nicht für eine komplette Vermeidung der Rissbildung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ausreicht. Angesichts der schrägen Filtrationskanalbegrenzung, die durch die Konstruktion des Bandfilters bedingt ist, und der geringen Presswirkung durch den mit Moosgummi beklebten Rahmen entstehen Risse auch weiterhin außerhalb der Verdichtungszone am Rand. Dies trifft genauso auf die Bilder von Filterkuchen mit Vorverdichtung durch die oszillierende Scherung bei einem geringen Pressdruck von 80 kPa in Abbildung 6.13 (c), (d), (e) und (f) zu. Bei den vorverdichteten Filterkuchen kommt hinzu, dass unmittelbar an den seitlichen Grenzen der Verdichtungszone Risse bei allen Frequenzen in Erscheinung treten. Durch die starke Verdichtung der Filterkuchenmitte unter der Überträgerplatte besteht ein großes Porositätsgefälle zwischen der Mitte und dem Randbereich außerhalb der Verdichtungszone, den der Rahmen kaum verdichtet und der keinen direkten Vibrationseintrag erfährt. Dieser Porositätsgradient als Filterkuchenheterogenität direkt an der Verdichtungszonebegrenzung sorgt für hohe Spannungen, die dort in einer Rissbildung münden, die teilweise sogar leicht in die verdichtete Filterkuchenmitte reicht.

Hinsichtlich des Einflusses auf das Rissbildungspotential des verdichteten Filterkuchens in der Mitte weicht die Vibrationsverdichtung bei allen Frequenzen deutlich von der Pressverdichtung ab. Schon bei 5 Hz tauchen nur noch wenige dünne Mikrorisse gegenüber der Pressverdichtung auf, deren Vorkommen mit weiterer Frequenzsteigerung stetig verringert werden. Bei 25 und 40 Hz existieren nahezu gar keine Risse mehr. Im Hinblick auf die merklich höheren Verdichtungszustände durch die Vibrationsverdichtung verglichen mit der Pressverdichtung (siehe Abbildung 6.8) ist diese Feststellung plausibel. Sofern sich Risse im mittigen Filterkuchen während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung im Anschluss an die Vibrationsverdichtung ausbreiten, verlaufen sie rechtwinklig zur Oszillationsrichtung der Überträgerplatte. Die vertikalen Risse im Randbereich verbinden dabei die horizontalen Mikrorisse. Diese gerichtete Rissbildung nach der Vibrationsverdichtung korreliert mit dem gezeigten Rissbild aus den Untersuchungen von Illies et al. [56, 57] für ein ähnliches PCC in der diskontinuierlichen Vibrationsanlage in Abbildung

3.1. Illies [57] verweist in Bezug auf dieses leiterartige Risswachstum als bekanntes Phänomen aus der Trocknung dünner Filme auf Kitsunozaki et al. [106], die als Ursache für die anisotrope Rissbildung die unterschiedliche Festigkeit in vertikaler und horizontaler Richtung nach einer Schwingungsverdichtung in nur eine Richtung nennen.

Zur genauen Quantifizierung der Rissbildung nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung mit und ohne Vorverdichtung ist der Rissflächenanteil für verschiedene Verdichtungszeiten in Abbildung 5.2 dargestellt. Der Wert bei 0 s kennzeichnet den Referenzrissflächenanteil nach einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung ohne jegliche Vorverdichtung. Die Rissflächenanalyse beruht allein auf der in Abbildung 6.13 gekennzeichneten Fläche, die sich über eine Länge von fünf Bandvorschüben erstreckt und durch die gestrichelten Linien begrenzt ist. Dabei handelt es sich um die Filterkuchenfläche, die auch tatsächlich von der Übertragerplatte komplett bedeckt ist und damit den unmittelbaren Schwingungseintrag empfängt. Eine Einbeziehung der gesamten Filterkuchenfläche, die auch den Randbereich außerhalb dieser Verdichtungszone umschließt, ist ungeeignet, da keine Vibrationsverdichtung in diesem Bereich erfolgt. Vielmehr ist eine Fixierung dieses Bereichs nötig, um den Filterkuchen vor einem seitlichen Austrag während des Vibrationseintrags abzuhalten. Die Rissbildung im Randbereich, die infolge der schrägen Filtrationskanalbegrenzung und des Porositätsgradienten zwischen dem unverdichteten Rand und der stark verdichteten Mitte durchaus ausgeprägt ausfällt, hätte aufgrund der geringen Filterfläche einen hohen Einfluss auf den Rissflächenanteil in der Gesamtbetrachtung. Im Hinblick auf industrielle Bandfilter mit einer großen Filterfläche ist der Einfluss der Rissbildung am Rand ohnehin im Vergleich zum stark verdichteten Filterkuchen in der Mitte vernachlässigbar. Dies trifft erst recht zu, wenn eine zum Filtertuch senkrechte Filtrationskanalbegrenzung beim Bandfilter existiert, die eine Filterkucheninhomogenität in Form eines unebenen Filterkuchens wie bei dem angewinkelten Filtrationskanal verhindert.

Durch die alleinige Pressverdichtung bei 80 kPa und 0 Hz ist schon eine Verringerung der Rissbildung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung möglich, ohne jedoch eine Rissbildung komplett vorzubeugen. Zwar gelingt durch die Vibrationsverdichtung bei der niedrigsten Frequenz von 5 Hz eine weitere Minderung der Rissbildung, allerdings bleibt auch hier eine vollständige Vorbeugung der Rissbildung aus. Bei einer etwas höheren Frequenz von 17 Hz erscheinen nur bei kurzen Vibrationszeiten noch Risse, bis sich bei längeren Vibrationszeiten nahezu keine Risse mehr entwickeln. Im Falle der Vibrationsverdichtung bei 25 und 40 Hz passiert dies schon bei kurzer Vibrationszeit. Somit hängt die Rissbildung hier eindeutig mit dem durch die Vibrationsverdichtung erzielbaren Verdichtungszustand im Einklang mit den Erkenntnissen von Wiedemann und Stahl [22, 23, 87] zusammen. Trotz der kleinen Unebenheiten im Filterkuchen, die z.B. aus geringen Filterkuchenrückständen am Vibrationsmodul nach dem Anheben hervorgehen und Rissbildung fördern, kommt es vor allem bei mittleren und hohen Frequenzen zu keiner nennenswerten

Rissbildung. Diese effektive Vermeidung der Rissbildung durch den Vibrationseintrag liegt vermutlich an den hohen erzielbaren Verdichtungszuständen bei diesen Frequenzen.

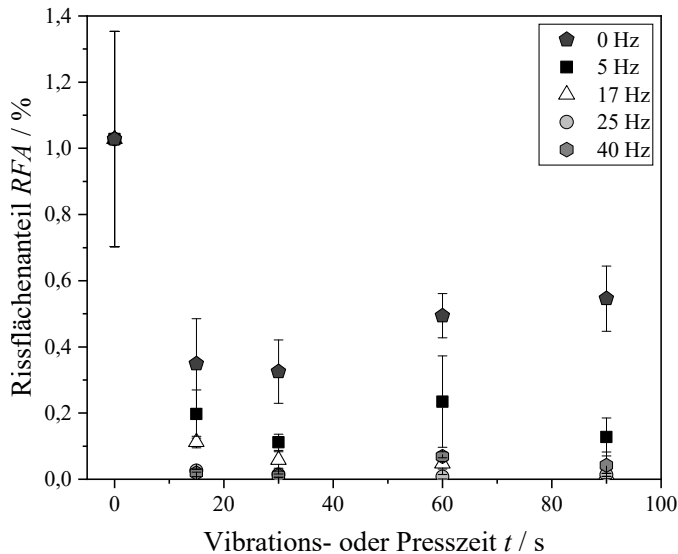


Abbildung 6.14: Rissflächenanteil nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei dem Bandfilteraufbau in Abbildung 6.6 ohne Vorverdichtung und mit vorangegangener Press- bzw. Vibrationsverdichtung bei 80 kPa für verschiedene Zeiten.

6.6 Schlussfolgerungen

Die Untersuchungen demonstrieren, dass die Verdichtung bzw. Entfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen durch oszillierende Scherung bei einem geringen Pressdruck auf einen bestehenden kontinuierlichen Taktbandfilter mittels einer entwickelten modularen Vorrichtung übertragbar ist. Die Vibrationsvorrichtung verringert die Restfeuchte des industriell relevanten Modellprodukts auf dem Bandfilter von ursprünglich 39 % Restfeuchte nach der Kuchenbildung signifikant um bis zu ca. 10,5 Prozentpunkte, was einem zusätzlichen Entfeuchtungspotential von bis zu 26 % entspricht. Auch die kurze notwendige Prozesszeit der Vibrationsverdichtung zwischen 15 und 30 s für eine maximale Filterkuchenentfeuchtung auf dem Bandfilter unterstreicht die Umsetzbarkeit der Methode auf industriellen kontinuierlichen Kuchenfiltrationsapparate. Eine kurze Prozesszeit ist entscheidend für die Umsetzung der Methode auf industriellen Apparaten, die zur Aufrechterhaltung der hohen Durchsätze durch die kontinuierliche Betriebsweise nur ein limitierendes Zeitfenster zur Verfügung haben. Hervorzuheben ist ebenso, dass nachweislich ausschließlich der Filterkuchen direkt unterhalb des Vibrationsmoduls die Schwingungen durch

die Überträgerplatte empfängt und somit die entwickelte Schwingungsentkopplung zwischen dem Vibrationsmodul und dem Bandfilterapparat gelingt. Dieser Nachweis ist bedeutsam im Hinblick auf die Realisierung der Methode auf einfachen bestehende Filterapparaten, deren Apparatekomponenten möglicherweise nicht für eine Schwingungsbeanspruchung vorgesehen sind. Zudem schließt eine erfolgreiche Schwingungsentkopplung eine potentielle negative Beeinflussung von anderen Prozessschritten durch die Vibrationen aus.

Der Vergleich der Ergebnisse der Vibrationsverdichtung auf dem kontinuierlichen Bandfilter und in der diskontinuierlichen Laboranlage offenbart eine wirkungsvollere Verdichtung bzw. Entfeuchtung auf dem Bandfilter. Der mechanisch mittels eines Pneumatikzylinders aufgebrauchte Normaldruck auf dem Bandfilter verfügt trotz des selben Werts von 80 kPa über eine höhere Presswirkung als der Normaldruck in der Laboranlage, den ein Gasdifferenzdruck durch ein Vakuum in der Filterplatte herbeiführt. Die stärkere Wirkung des Pressdrucks begünstigt letztlich die Vibrationsverdichtung auf dem Bandfilter. Eine Studie zur Rolle des mechanisch erzeugten Pressdrucks während der Vibrationsverdichtung zeigt, dass ein Druck von 20 kPa schon für eine effektive Entfeuchtung des Materials genügt und eine weitere Druckerhöhung bis 120 kPa zu keiner wesentlichen Verbesserung gelangt. Abgesehen von der höheren Presswirkung erweist sich die mechanische Aufbringung des vibrationsüberlagerten Pressdrucks auch bezüglich weiterer Aspekte als vorteilhafter als die Erzeugung durch einen angelegten Unterdruck. Einerseits sind auch höhere Pressdrücke, die gegebenenfalls für andere Materialien zur effizienten Vibrationsentfeuchtung nötig sind, als die limitierte Druckdifferenz durch Vakuum von 80 kPa umsetzbar. Andererseits gewährt eine mechanische Pressdruckanwendung einen niedrigeren Unterdruck, der dann ausschließlich die Abführung der verdrängten Flüssigkeit in Filtratablaufrichtung während des Schwingungseintrags sicherstellt. Dies kann eine Rissbildung durch eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung von Filterkuchenteilen, die im Randbereich nicht durch die Überträgerplatte bedeckt sind (siehe Abbildung 6.13), und damit einen Betriebskostenanstieg der Vakuumpumpe infolge eines höheren Gasdurchsatzes verhindern.

Das eingesetzte Modellpartikelsystem PCC formt Filterkuchen, dessen kapillarer Eintrittsdruck bei einer maximalen Druckdifferenz von 80 kPa auf einem vakuumbasierten kontinuierlichen Filterapparat nicht überwindbar ist und die somit durch den Gasdifferenzdruck als übliche Nachentfeuchtungsmethode keine signifikante Entfeuchtung erfahren. Für diesem Fall trägt die Vibrationsverdichtung ausschließlich zur mechanischen Nachentfeuchtung des Filterkuchens auf dem Bandfilter bei. Zur effizienten mechanischen Fest-Flüssig-Trennung kommen für solche feinen, kompressiblen Filterkuchen üblicherweise Druckfilter wie eine diskontinuierliche Filterpresse, kontinuierliche Pressfilterapparate oder Pressvorrichtungen auf kontinuierlichen Bandfiltern statt einfache Vakuumfilterapparate zum Einsatz [11–14]. Die diskontinuierliche Betriebsweise der Filterpresse beschränkt jedoch die erreichbaren Durchsätze des Apparats gegenüber kontinuierlichen Bandfiltern [12]. Kontinuierliche Pressfilterapparate oder Bandfilter mit zusätzlichen Pressvorrichtungen erfordern hingegen höhere Investitionskosten als einfache kontinuierliche

Kuchenfilterapparate, da die Apparateteile aufgrund der intensiven Belastung durch die hohen Pressdrücke eine kostenaufwendige Dimensionierung verlangen [11, 12, 107]. Daher ist eine Realisierung von Pressvorrichtungen auf bestehenden kontinuierlichen Vakuumfilterapparate mit einfacher Bauweise kurzerhand nicht möglich. Die erfolgreiche Implementierung des entwickelten Vibrationsmoduls auf einem bestehenden Bandfilter ermöglicht jedoch nun, derartige Materialien dennoch auf einem einfachen Vakuumfilterapparat unter Ausnutzung der kontinuierlichen Betriebsweise und ohne aufwendige Umrüstung am Apparat selbst effizient zu entfeuchten.

Dass die Vibrationsverdichtung durch die modulare Vorrichtung auf dem Bandfilter bezüglich der Entfeuchtungsleistung mit Pressfilterapparaten wettbewerbsfähig ist, bekräftigt die Gegenüberstellung der erreichbaren Restfeuchtwerte auf dem Bandfilter und in der CP-Zelle. Die Resultate nach der Belastung des Filterkuchens durch den Pressstempel der CP-Zelle, die die Wiederbefeuchtung des Filterkuchens durch dessen elastisches Rückdehnungsverhalten einbeziehen, bilden den Filterkuchenzustand nach der Pressfiltration in einer Filterpresse nach. Für dieses Szenario überragt die Vibrationsverdichtung schon bei der niedrigsten Schwingungsfrequenz von 5 Hz die Pressverdichtung bis 920 kPa in Bezug auf die Entfeuchtungswirkung erheblich. Die Filterkuchenrestfeuchte während der Druckbelastung durch den Stempel in der CP-Zelle spiegelt den Entfeuchtungszustand dar, der maximal durch die Methode erzielbar ist, sofern vor der Entlastung die im Filtertuch, der Stützstruktur oder im Filtratablauf gespeicherte Flüssigkeit entfernt wird. Bei Bandfiltern mit zusätzlichen Pressvorrichtungen oder anderen kontinuierlichen Pressfilterapparate, ist ein Austausch der gespeicherten Flüssigkeit während der Belastung durch Luft möglich, falls eine Verbindung zwischen Filtertuch und Umgebung sowie ein Unterdruck unterhalb des Filtertuchs wie beim Bandfilter existiert, machbar. Dies beugt einer Wiederbefeuchtung durch die elastische Filterkuchenrückdehnung nach der Druckentlastung vor. Die Vibrationsverdichtung bis 40 Hz auf dem Bandfilter hält für diesen Fall mit der Pressverdichtung bis 920 kPa mit.

Darüber hinaus verfügt die Vibrationsverdichtung bei einer nachgeschalteten Gasdifferenzdruckentfeuchtung auf dem Bandfilter über die Fähigkeit, die unerwünschte Rissbildung drastisch zu reduzieren oder sogar nahezu gänzlich zu vermeiden. Dies trifft auf den verdichteten Teil und nicht auf den unverdichteten Randteil, wo durch die vorgegebene Apparatekonstruktion weiterhin Risse entstehen, zu.

7 Abschließendes Fazit und Ausblick

Die vorliegende Arbeit trägt zur Aufklärung des Prozessverständnisses der Vibrationsverdichtung als alternativen Ansatz zur mechanischen Entfeuchtung kompressibler Filterkuchen bei und erprobt die Übertragung der Methode auf einen kontinuierlichen Vakuumfilterapparat. Dies ist zweckmäßig, um die industrielle Eignung des Verfahrens zu überprüfen.

Für Filterkuchen aus feinen, mineralischen Partikeln mit einer mittleren Partikelgröße unter $30\text{ }\mu\text{m}$, die aufgrund ihrer Kompressibilität üblicherweise für eine bewährte Pressverdichtung zur mechanischen Entfeuchtung in Betracht kommen, ergibt sich grundsätzlich auch ein Entfeuchtungserfolg durch die Vibrationsverdichtung. Das Entfeuchtungspotential durch diese neue Methode ist dabei umso höher, je kleiner die mittlere Partikelgröße und je höher der Partikelagglomerationsgrad ist. Das hohe Porenvolumen nach der Kuchenbildung durch feine Partikel und eine gesteigerte Partikelagglomeration erklärt diesen Zusammenhang. Zugleich wirkt sich die Breite der Partikelgrößenverteilung auf das Entfeuchtungspotential durch die Vibrationsverdichtung aus. Bei gleicher mittlerer Partikelgröße ist die Verdichtbarkeit durch die Methode bei einem breit verteilten Material ausgeprägter als bei einem eng verteilten Material, da die feinen Partikel in die Hohlräume zwischen größeren Partikeln eindringen.

Wie bei anderen mechanischen Entfeuchtungsmethoden hemmen Abweichungen vom Idealzustand des vollständig gesättigten Filterkuchens mit gleichmäßig verteilten Partikeln, die aus einer zeitlich schwankenden Suspensionskonzentration folgen, ebenfalls die Vibrationsverdichtung. Die maximale Scherfestigkeit des Haufwerks als Folge einer Voruntersättigung des Filterkuchen dämmt die Verdichtungs- bzw. Entfeuchtungswirkung des Prozesses ähnlich zur Pressverdichtung nahezu vollständig ein. Ein Filterkuchen, in dem nach der Kuchenbildung aus einer Partikelsegregation eine unregelmäßige Verteilung der Partikelgröße entsteht, ist die Entfeuchtungswirkung der Vibrations- und Pressverdichtung gegenüber eines homogen aufgebauten Filterkuchen lediglich vermindert. Beim Vibrationseintrag ist dieses Verhalten damit zu erklären, dass die Partikelumlagerung als maßgeblicher Verdichtungsmechanismus nur im Mikrometerbereich erfolgt und keine weitgehende Partikelumlagerung zur Erreichung eines homogenen, kompakteren Filterkuchens stattfindet. Daher empfiehlt es sich analog zu konventionellen Entfeuchtungsverfahren und zur Kuchenbildung selbst eine hohe, konstante Suspensionskonzentration, die eine vollständige Sättigung und Homogenität des Filterkuchens bedingt, für eine effiziente Vibrationsverdichtung

sicherzustellen. Vor allem die vollständige Filterkuchensättigung vor der Vibrationsverdichtung ist hervorzuheben, da im schlimmsten Fall einer Voruntersättigung gar kein Entfeuchtungserfolg durch den Schwingungseintrag stattfindet. Eine variierende Filterkuchenhöhe als Konsequenz von Suspensionskonzentrationsschwankungen beeinträchtigt die Filterkuchenentfeuchtung durch die oszillierende Scherung hingegen im betrachteten Bereich nicht, da die Methode auch in tieferen Filterkuchenschichten wirkt. Der gleichbleibende Entfeuchtungseffekt der Vibrationsverdichtung trotz Erhöhung der Partikelagglomeration, die oft zur verbesserten Filtrierbarkeit bei feinen Suspensionen dient, sowie der Erhalt der Partikelgrößenverteilung und der Feststoffmasse trotz Vibrationseintrag unterstreichen zudem die industrielle Realisierbarkeit des Verfahrens.

Die Vibrationsverdichtung hat das Vermögen, in Bezug auf die Entfeuchtungswirkung mit der konventionellen Pressverdichtung mithalten. Für die gemahlenen Kalksteinen und die Kupfer-Taillings gelangt die Pressverdichtung allerdings bei hohen Drücken bis 1000 kPa zu einer ausgeprägteren Entfeuchtung als die Vibrationsverdichtung. Dies gilt, wenn man vom Zustand während der Pressverdichtung ausgeht und ein Aufsaugen von gespeicherter Flüssigkeit im Filtermedium oder Filtratablauf infolge einer elastischen Filterkuchenrückdehnung nach der Druckentlastung ausschließt. Eine Bypass-Luftströmung durch das Filtermedium während der Pressverdichtung kann eine Einspeicherung von ausgepresster Flüssigkeit und somit eine Wiederbefeuchtung abwehren, wobei der hohe Gasdurchsatz zu gesteigerten Betriebskosten führt. Bei einer Wiederbefeuchtung infolge der elastischen Filterkuchenrückdehnung, die nach der Druckentlastung bei Filterpressen auftritt, sind die erzielbaren Entfeuchtungszustände nach der Vibrationsverdichtung für alle Materialien signifikant niedriger als nach der Pressverdichtung.

Bei feinen, kompressiblen Filterkuchen, bei denen einfache, kontinuierliche Vakuumfiltrationsapparaten aufgrund der begrenzten Druckdifferenz durch eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung keine Entfeuchtung erzielen, kommen diskontinuierliche Filterpressen zum Einsatz. Dabei wird die diskontinuierliche Betriebsweise der Filterpresse für eine effektive Entfeuchtung solcher Filterkuchen durch die Pressverdichtung gebilligt. Die erfolgreiche Implementierung einer entwickelten modularen Vorrichtung auf einen kontinuierlichen Vakuumtaktbandfilter, die in kurzer Zeit bei einem geringen Pressdruck durch eine oszillierende Scherung einen feinen, kompressiblen Filterkuchen erheblich entfeuchtet, weist die apparative Umsetzbarkeit der Methode nach. Suspensionen, die ein begrenzter Gasdifferenzdruck auf einem Vakuumfilterapparat nicht ausreichend entfeuchten kann, sind mit der adäquaten Entfeuchtungswirkung durch ein implementiertes Vibrationsmodul nun auf einem bestehenden oder neuen Vakuumfilterapparat in einfacher Bauweise prozessierbar. Dabei ist kein Verzicht auf die bevorzugte kontinuierliche Betriebsweise wie bei Filterpressen und kein Einsatz von speziellen kontinuierlichen Pressfilterapparaten, die aufgrund der hohen Pressdruckbelastung eine aufwendige Auslegung des Apparats selbst erfordern, notwendig. Die gelungene Implementierung der Vibrationsverdichtung auf einem Vakuumfilterapparat, der aufgrund des kontinuierlichen Betriebs und der simplen Bauweise

bevorzugt bei der Kuchenfiltration in Verwendung ist, weitet damit dessen Anwendungsspektrum aus. Hervorzuheben ist zudem, dass sich die mechanische Anwendung des vibrationsüberlagerten Pressdruck durch einen Pneumatikzylinder gegenüber einer Aufbringung durch einen hohen Unterdruck für die Filterkuchenentfeuchtung durch den Vibrationseintrag als förderlicher erweist. Die mechanische Erzeugung des Pressdrucks bei der Methode erlaubt geringe Betriebskosten der Vakuumpumpe durch einen niedrigeren Unterdruck, den die Vakuumpumpe lediglich zur Vorgabe der Abflussrichtung der verdrängten Flüssigkeit durch das Filtermedium generiert.

Für den Fall einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung von zwei kompressiblen Filterkuchen, die bei einer maximalen vakuumbasierten Druckdifferenz von 80 kPa eine merkliche Untersättigung erfahren, gelangt die Vibrationsverdichtung zu einer vergleichbaren Entfeuchtung. Problematisch bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ist, dass schon nach kurzer Zeit der Gasdurchsatz durch Gasdurchbrüche bei schnell entleerten Porenkanälen stark ansteigt, aus der ein Betriebskostenanstieg der Vakuumpumpe folgt [83]. Diese Problematik verschärft sich, wenn die Filterkuchen zur Rissbildung während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung tendieren. Die Vibrationsverdichtung hat den Vorteil, dass die Filterkuchen währenddessen vollständig gesättigt bleiben und kein Gasdurchsatz durch den Filterkuchen erscheint. Für die beiden Filterkuchen erwirkt die Vibrationsverdichtung die gleiche Entfeuchtung bei einer sehr geringen überlagerten Druckdifferenz von 10 bzw. 20 kPa wie die Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei einem hohen Gasdifferenzdruck von 80 kPa. Dies macht die Vibrationsverdichtung für kompressible Filterkuchen, die eine maximale Druckdifferenz durch Unterdruck von 80 kPa untersättigt, nicht nur zur Vermeidung der Rissbildung, sondern auch zur alleinigen mechanischen Entfeuchtung interessant.

Insgesamt machen die gezeigten Ergebnisse deutlich, dass die Vibrationsverdichtung eine reale Alternative zur mechanischen Entfeuchtung von mineralischen kompressiblen Filterkuchen darstellt. Es ist davon auszugehen, dass abgesehen von der Partikelgrößenverteilung auch die Partikelform eine entscheidende Rolle für den Verdichtungserfolg durch die Methode einnimmt. Daher ist die Untersuchung verschiedener Materialklassen künftig sinnvoll, um den Einsatzbereich des Verfahrens weiter zu ergründen. Bezüglich des Einsatzbereichs ist ferner von Interesse, ob die Vibrationsverdichtung abgesehen von dem Entfeuchtungseffekt auch energetisch mit der Gasdifferenzdruckentfeuchtung von kompressiblen Filterkuchen mithalten kann. Angesichts der sehr geringen Druckdifferenz, die für eine erhebliche Filterkuchenentfeuchtung durch den Vibrationseintrag notwendig ist, ist dies durchaus vielversprechend. Da das Schneiden der Filterkuchen in ca. 1 mm Schichten und die folgende Partikelgrößenanalyse der Schichten die Partikelumlagerung nach der Vibrationsverdichtung nicht abbildet, ist eine lokale Partikelumlagerung im Mikrometerbereich anzunehmen. Um diese Partikelumlagerung als wesentlichen Verdichtungsmechanismus nachzuvollziehen, wäre die Verwendung von bildgebenden Verfahren mit einer höheren Auflösung nützlich. Auch eine Übertragung des Verfahrens auf einen vollkontinuierlichen Bandfilter ist denkbar, sofern sich das Vibrationsmodul mit dem Filterband mitbewegt.

A Anhang

Tabelle A.1: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 1 in Abbildung 5.1 (a) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | RF_{∞} / % | B / % | ϑ / — | R^2 / — |
|---------------|-------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 5 | $25,9 \pm 0,1$ | $2,3 \pm 0,2$ | 183 | 0,9547 |
| 17 | $23,2 \pm 0,2$ | $5,0 \pm 0,3$ | 408 | 0,9848 |
| 40 | $18,4 \pm 0,4$ | $9,8 \pm 0,4$ | 1455 | 0,9929 |

Tabelle A.2: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 2 in Abbildung 5.1 (b) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | RF_{∞} / % | B / % | ϑ / — | R^2 / — |
|---------------|-------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 5 | $20,7 \pm 0,1$ | $1,3 \pm 0,2$ | 266 | 0,8162 |
| 17 | $18,5 \pm 0,1$ | $3,6 \pm 0,2$ | 613 | 0,9803 |
| 40 | $16,4 \pm 0,0$ | $5,8 \pm 0,2$ | 455 | 0,9910 |

Tabelle A.3: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 3 in Abbildung 5.1 (c) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | RF_{∞} / % | B / % | ϑ / — | R^2 / — |
|---------------|-------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 17 | $15,6 \pm 0,2$ | $2,2 \pm 0,3$ | 321 | 0,8940 |
| 40 | $14,0 \pm 0,1$ | $3,8 \pm 0,3$ | 424 | 0,9626 |

Tabelle A.4: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 4 in Abbildung 5.5 (a) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | $RF_{\infty} / \%$ | $B / \%$ | $\vartheta / -$ | $R^2 / -$ |
|---------------|--------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 5 | $20,6 \pm 0,0$ | $1,2 \pm 0,2$ | 164 | 0,9247 |
| 17 | $19,0 \pm 0,1$ | $2,9 \pm 0,2$ | 379 | 0,9565 |
| 40 | $16,7 \pm 0,1$ | $5,2 \pm 0,2$ | 800 | 0,9943 |

Tabelle A.5: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 5 ($c_v = 40 \%$) in Abbildung 5.5 (b) und Abbildung 5.13 mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | $RF_{\infty} / \%$ | $B / \%$ | $\vartheta / -$ | $R^2 / -$ |
|---------------|--------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 5 | $17,8 \pm 0,1$ | $1,4 \pm 0,2$ | 50 | 0,8832 |
| 17 | $16,5 \pm 0,0$ | $2,8 \pm 0,2$ | 415 | 0,9818 |
| 40 | $14,1 \pm 0,2$ | $5,2 \pm 0,3$ | 408 | 0,9872 |

Tabelle A.6: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 1 (NaCl) in Abbildung 5.8 (b) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | $RF_{\infty} / \%$ | $B / \%$ | $\vartheta / -$ | $R^2 / -$ |
|---------------|--------------------|----------------|-----------------|-----------|
| 5 | $27,7 \pm 0,1$ | $6,8 \pm 0,3$ | 88 | 0,9866 |
| 17 | $25,8 \pm 0,2$ | $8,7 \pm 0,4$ | 258 | 0,9886 |
| 40 | $18,7 \pm 0,1$ | $15,8 \pm 0,2$ | 1061 | 0,9989 |

Tabelle A.7: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von den Kupfer-Tailings in Abbildung 5.9 (a) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | $RF_{\infty} / \%$ | $B / \%$ | $\vartheta / -$ | $R^2 / -$ |
|---------------|--------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 5 | $19,2 \pm 0,2$ | $2,6 \pm 0,3$ | 213 | 0,9260 |
| 17 | $17,5 \pm 0,2$ | $4,2 \pm 0,3$ | 541 | 0,9685 |

Tabelle A.8: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 5 ($c_v = 10\%$) in Abbildung 5.13 mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | $RF_\infty / \%$ | $B / \%$ | $\vartheta / -$ | $R^2 / -$ |
|---------------|------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 17 | $18,7 \pm 0,1$ | $2,1 \pm 0,4$ | 111 | 0,8352 |
| 40 | $15,4 \pm 0,0$ | $5,5 \pm 0,1$ | 990 | 0,9919 |

Tabelle A.9: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 5.17 (a) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | $RF_\infty / \%$ | $B / \%$ | $\vartheta / -$ | $R^2 / -$ |
|---------------|------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 17 | $37,0 \pm 0,2$ | $3,7 \pm 0,3$ | 244 | 0,9748 |
| 40 | $34,3 \pm 0,2$ | $5,9 \pm 0,3$ | 301 | 0,9818 |

Tabelle A.10: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 5.17 (b) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | $RF_\infty / \%$ | $B / \%$ | $\vartheta / -$ | $R^2 / -$ |
|---------------|------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 17 | $37,2 \pm 0,1$ | $2,9 \pm 0,1$ | 472 | 0,9875 |
| 40 | $33,3 \pm 0,2$ | $7,4 \pm 0,3$ | 787 | 0,9911 |

Tabelle A.11: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 5.17 (c) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Frequenz / Hz | $RF_\infty / \%$ | $B / \%$ | $\vartheta / -$ | $R^2 / -$ |
|---------------|------------------|---------------|-----------------|-----------|
| 17 | $36,4 \pm 0,2$ | $3,8 \pm 0,6$ | 271 | 0,8801 |
| 40 | $33,9 \pm 0,2$ | $6,3 \pm 1,7$ | 676 | 0,8164 |

Tabelle A.12: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 6.11 (a) mittels Gleichung 6.1. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Pressdruck / kPa | RF_{∞} / % | B / % | ϑ_t / s | R^2 / — |
|------------------|-------------------|---------------|-------------------|-----------|
| 10 | $38,7 \pm 0,1$ | $1,2 \pm 0,1$ | 11,5 | 0,9594 |
| 20 | $38,9 \pm 0,0$ | $1,1 \pm 0,1$ | 14,8 | 0,9533 |
| 80 | $38,9 \pm 0,2$ | $1,1 \pm 0,3$ | 17,5 | 0,7866 |
| 120 | $37,6 \pm 0,0$ | $2,4 \pm 0,1$ | 7,4 | 0,9922 |

Tabelle A.13: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 6.11 (b) mittels Gleichung 6.1. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Pressdruck / kPa | RF_{∞} / % | B / % | ϑ_t / s | R^2 / — |
|------------------|-------------------|---------------|-------------------|-----------|
| 10 | $34,9 \pm 0,3$ | $5,0 \pm 0,3$ | 18,1 | 0,9877 |
| 20 | $34,4 \pm 0,2$ | $5,6 \pm 0,2$ | 16,3 | 0,9939 |
| 80 | $34,2 \pm 0,2$ | $5,7 \pm 0,4$ | 7,9 | 0,9786 |
| 120 | $34,0 \pm 0,0$ | $5,9 \pm 0,0$ | 9,3 | 0,9999 |

Tabelle A.14: Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 6.11 (c) mittels Gleichung 6.1. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_{∞} und des Konsolidierungspotentials B dar.

| Pressdruck / kPa | RF_{∞} / % | B / % | ϑ_t / s | R^2 / — |
|------------------|-------------------|----------------|-------------------|-----------|
| 10 | $32,1 \pm 0,1$ | $7,8 \pm 0,2$ | 8,3 | 0,9963 |
| 20 | $30,5 \pm 0,1$ | $9,4 \pm 0,1$ | 9,9 | 0,9996 |
| 80 | $29,4 \pm 0,3$ | $10,5 \pm 0,4$ | 9,4 | 0,9943 |
| 120 | $30,8 \pm 0,2$ | $9,2 \pm 0,6$ | 6,8 | 0,9822 |

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|------|---|----|
| 2.1 | Schematische Darstellung der Prozessschritte der Kuchenfiltration. | 8 |
| 2.2 | Porositäts- und Durchströmungswiderstandsverlauf über die Kuchenhöhe von inkompressiblen und kompressiblen Filterkuchen. Angelehnt an Alles [31]. | 12 |
| 2.3 | Ursachen von kompressiblem Filterkuchenverhalten. Angelehnt an Alles [31]. . . . | 13 |
| 2.4 | Modellvorstellung einer Pore als Kapillare. | 15 |
| 2.5 | (a) Kapillardruckverteilung und (b) Zugfestigkeit von Filterkuchen in Abhängigkeit der Sättigung nach Schubert [15]. | 16 |
| 2.6 | Untersättigungskinetik der Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Anlauf [24]. | 18 |
| 2.7 | Schematische Darstellung des Schrumpfungsverhalten von kompressiblen Filterkuchen während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach Wiedemann [23]. | 19 |
| 2.8 | Verdichtungskinetik von einem gefällten Kalkstein unter oszillierender Scherung bei einer überlagerten Druckdifferenz von 20 kPa und einer Scherlänge von 4,5 mm nach Illies et al. [55]. Die gestrichelte Linie repräsentiert die mathematische Datenanpassung nach Gleichung 2.15. | 27 |
| 2.9 | Vereinfachte Darstellung eines Bandfilters. | 30 |
| 2.10 | Schematische Illustration einer Kammerfilterpresse. | 31 |
| 3.1 | Von Illies et al. [55] entwickelte, diskontinuierliche Laborapparatur zur Verdichtung von Filterkuchen durch oszillierende Scherung bei einem geringen Pressdruck. . . . | 36 |
| 3.2 | Vereinfachte Darstellung der von Alles [31] entworfenen CP-Zelle. | 38 |
| 3.3 | (a) Filterkuchenprobenahme mit dem zylindrischen Probenehmer von der Vakuumfilterplatte der Vibrationsapparatur in Abbildung 3.1 und (b) Vorrichtung zum Schneiden von Filterkuchenproben in mehrere Schichten. | 41 |
| 4.1 | Einzelpartikel, aufgenommen mittels eines Rasterelektronenmikroskops, vom (a) GCC 4 (Vergrößerung: 5000x, Hochspannung: 5 kV, Arbeitsabstand: 19 mm), vom (b) PCC (Vergrößerung: 5000x, Hochspannung: 2,5 kV, Arbeitsabstand: 16 mm) und der (c) Kupfer-Tailings (Vergrößerung: 2500x, Hochspannung: 10 kV, Arbeitsabstand: 15 mm). | 48 |
| 4.2 | Partikelgrößenverteilung der verwendeten Partikelsysteme in deionisiertem Wasser. . . . | 49 |
| 4.3 | Kompressibilität der verschiedenen Materialien während der Pressverdichtung. Die Angleichung der experimentellen Daten erfolgt mittels der Gleichung 2.13. | 55 |

| | | |
|------|--|----|
| 5.1 | Restfeuchte der Filterkuchen von (a) GCC 1 ($x_{50,3} = 2,3 \mu\text{m}$), (b) GCC 2 ($x_{50,3} = 8,2 \mu\text{m}$) und (c) GCC 3 ($x_{50,3} = 23,5 \mu\text{m}$) nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung. Die gestrichelte Linie illustriert die exponentielle Datenanpassung mit Gleichung 2.15. | 59 |
| 5.2 | Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential b der Materialien GCC 1, GCC 2 und GCC 3 durch die Vibrationsverdichtung. | 61 |
| 5.3 | Minimal erreichbare Restfeuchte von (a) GCC 1 ($x_{50,3} = 2,3 \mu\text{m}$), (b) GCC 2 ($x_{50,3} = 8,2 \mu\text{m}$) und (c) GCC 3 ($x_{50,3} = 23,5 \mu\text{m}$) während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung (horizontale Linien). | 62 |
| 5.4 | Restfeuchte von GCC 3 nach dem Schwingungseintrag bei unterschiedlichen Frequenzen und nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa. | 65 |
| 5.5 | Restfeuchte der Filterkuchen von (a) GCC 4 ($span = 4,2$) und (b) GCC 5 ($span = 9,6$) nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung. Die gestrichelte Linie zeigt die exponentielle Datenanpassung mit Gleichung 2.15. | 66 |
| 5.6 | Konsolidierungs- bzw. Entfeuchtungspotential b der Materialien GCC 4 und GCC 5 durch die Vibrationsverdichtung. | 67 |
| 5.7 | Minimal erreichbare Restfeuchte von (a) GCC 4 ($span = 4,2$) und (b) GCC 5 ($span = 9,6 \mu\text{m}$) während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung (horizontale Linien). | 68 |
| 5.8 | Restfeuchte der Filterkuchen von GCC 1 (a) ohne und (b) mit hinzugegebenen Natriumchlorid-Ionen nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung. Die gestrichelte Linie steht für die exponentielle Datenanpassung mit Gleichung 2.15 in Origin 2019b mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus. | 71 |
| 5.9 | Verdichtungskinetik unter oszillierender Scherung der Kupfer-Tailings im gesättigten und voruntersättigten Zustand basierend auf (a) der Filterkuchenrestfeuchte und (b) der Filterkuchenporosität. Während im vollständig gesättigten Zustand die Werte bei 0 Schwingungen die Werte nach der Kuchenbildung bei 80 kPa repräsentieren, stellen die Werte bei 0 Schwingungen im voruntersättigten Zustand die Werte nach einer Kuchenbildung bei 80 kPa und einer folgenden Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa für 30 s dar. Zur Vermeidung einer Untersättigung beträgt die angelegte Druckdifferenz während der Vibrationsverdichtung 10 kPa. Die gestrichelte Linie steht für die exponentielle Datenanpassung durch Gleichung 2.15 in Origin 2019b mithilfe des Levenberg-Marquardt-Algorithmus. | 72 |
| 5.10 | (a) Minimal erreichbare Restfeuchte von vollständig gesättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung (horizontale Linien). (b) Minimal erreichbare Porosität von voruntersättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen während und nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle. | 74 |

| | | |
|------|---|-----|
| 5.11 | Zeitliche Änderung der Restfeuchte von Kupfer-Tailings-Filterkuchen (a) nach der Vibrationsverdichtung bei unterschiedlichen Frequenzen und nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei 80 kPa in der Vibrationsapparatur ($h_{c,0} = 8$ mm) und (b) nach einer Pressfiltration in einer Filterpresse mit anschließender Gasdifferenzdruckentfeuchtung ($h_{c,0} = 40$ mm) aus Fränkle et al. [116, 117]. | 76 |
| 5.12 | Kumulative Partikelgrößenverteilungen in den verschiedenen Filterkuchenschichten aus GCC 5 nach der Kuchenbildung auf der Vakuumfilterplatte der Vibrationsanlage ausgehend vom einer Suspension mit einer Feststoffvolumenkonzentration von (a) 40 % und (b) 10 %. Die Filterkuchenschicht 0 – 1 mm beschreibt die unterste Filterkuchenschicht direkt am Filtermedium. | 79 |
| 5.13 | Restfeuchte der homogenen und segregierten Filterkuchen aus GCC 5 nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung bei einer Frequenz von (a) 17 Hz und (b) 40 Hz. Die exponentielle Datenanpassung mit Gleichung 2.15 ist dargestellt durch die gestrichelte Linie. | 81 |
| 5.14 | Kumulative Partikelgrößenverteilungen in den verschiedenen Schichten von (a) homogenen und (b) segregierten Filterkuchen aus GCC 5 nach der Kuchenbildung und Vibrationsverdichtung bei 40 Hz und 6000 Schwingungen. Die unterste Schicht direkt am Filtermedium stellt die Schicht 0 – 1 mm dar. | 82 |
| 5.15 | Minimal erreichbare Restfeuchte von (a) homogenen ($c_v = 40$ %) und (b) segregierten ($c_v = 10$ %) Filterkuchen aus GCC 5 während und nach dem Pressen in der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung (horizontale Linien). | 84 |
| 5.16 | Kumulative Partikelgrößenverteilungen der (a) homogenen und (b) segregierten Filterkuchen aus GCC 5 über die gesamte Filterkuchenhöhe nach der Kuchenbildung und der Vibrationsverdichtung bei 17 Hz (1000 Schwingungen) und bei 40 Hz (6000 Schwingungen). Die Referenzprobe bildet die kumulative Partikelgrößenverteilung von GCC 5 im Originalzustand ab. | 87 |
| 5.17 | Verdichtungskinetik von Filterkuchen aus PCC mit einer Anfangsfilterkuchenhöhe $h_{c,0}$ von ca. (a) 4 mm, (b) 8 mm und (c) 12 mm unter oszillierender Scherung. Die gestrichelte Linie gibt die exponentielle Datenapproximation durch Gleichung 2.15 mittels des Levenberg-Marquardt-Algorithmus in Origin 2019b wieder. | 89 |
| 5.18 | Restfeuchte von Filterkuchen aus PCC nach der Kuchenbildung, nach der Vibrationsverdichtung und nach der Pressverdichtung in Abhängigkeit der Filterkuchenhöhe bzw. des Abstands vom Filtermedium. | 90 |
| 5.19 | Stationäre Gleichgewichtsporosität von Filterkuchen eines gefällten Calciumcarbonat-Materials nach der Vibrationsverdichtung in der Laboranlage (siehe Abbildung 3.1) bei einem konstanten Unterdruck von 20 kPa in Abhängigkeit der dafür aufgebrauchten spezifischen Leistung pro Schwingung. Die experimentellen Daten stammen aus Illies [57]. Die gestrichelte Linie steht für den Modellierungsansatz nach Gleichung 5.3. | 94 |
| 6.1 | Schematische Darstellung des horizontalen Taktbandfilters. | 102 |

| | | |
|------|--|-----|
| 6.2 | Vorrichtung zur Erzeugung einer oszillierenden Scherung und zur Auf- bzw. Abwärtsbewegung der Überträgerplatte vor und nach dem Bandtransport auf dem Taktbandfilter. | 106 |
| 6.3 | Gesamt- und Detailansicht der Bandfilterapparatur inklusive Vibrationsmodul. . . . | 108 |
| 6.4 | Schematische Illustration des entwickelten Vibrationsmoduls auf dem Taktbandfilter. | 109 |
| 6.5 | Zeitlicher Differenzdruckverlauf in den Vakuumkammern 1, 2 und 3 (PRC 1) und in den Vakuumkammern 4 und 5 (PRC 2) bei einem Taktdurchlauf (Taktzeit 43 s). . . . | 110 |
| 6.6 | Schematische Darstellung des veränderten Taktbandfilteraufbaus für die Rissbildungsanalyse. | 112 |
| 6.7 | Zeitlicher Differenzdruckverlauf in den Vakuumkammern 4 und 5 (PRC 2) sowie in der Vakuumkammer 6 (PRC 3) ohne die zweite Vakuumpumpe (siehe Abbildung 6.1) und mit der zweiten Vakuumpumpe (siehe Abbildung 6.6) bei einem Taktdurchlauf (Taktzeit 43 s). | 113 |
| 6.8 | Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung sowie nach der Verdichtung durch eine oszillierende Scherung bei einem Pressdruck von 80 kPa und durch einen reinen Pressdruck bei 80 kPa auf dem Taktbandfilter. Die gestrichelte Linie demonstriert die exponentielle Datenanpassung mittels Gleichung 6.1. | 114 |
| 6.9 | Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung auf den ersten drei Vakuumkammern mit und ohne parallel stattfindender Verdichtung durch eine oszillierende Scherung bei einem Pressdruck von 80 kPa. | 116 |
| 6.10 | Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung bei 50 kPa sowie nach der Press- bzw. Vibrationsverdichtung bei einer angelegten Druckdifferenz in der Vakuumfilterplatte von ca. 80 kPa. Die gestrichelte Linie repräsentiert die exponentiellen Datenangleichung mittels Gleichung 6.1 in Origin 2019b mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus. | 117 |
| 6.11 | Filterkuchenrestfeuchte (a) nach der einer reinen Pressverdichtung bei verschiedenen Drücken, nach einer Vibrationsverdichtung mit unterschiedlichen vibrationsüberlagerten Pressdrücken bei (b) 17 Hz und (c) 40 Hz. Die gestrichelte Linie steht für die exponentiellen Datenanpassung mittels Gleichung 6.1 in Origin 2019b mit Hilfe des Levenberg-Marquardt-Algorithmus. | 121 |
| 6.12 | Minimal erreichbare Restfeuchte während und nach der Pressverdichtung der CP-Zelle (Datenpunkte) und nach der Vibrationsverdichtung bei einem Pressdruck von 80 kPa auf dem Bandfilter (horizontale Linien). | 125 |
| 6.13 | Filterkuchenaufnahmen von fünf Bandvorschüben nach einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei dem Bandfilteraufbau in Abbildung 6.6 (a) ohne Vorverdichtung, (b) mit vorangegangener Pressverdichtung für 30 s bei 80 kPa und mit vorheriger Vibrationsverdichtung für 30 s bei 80 kPa und einer Frequenz von (c) 5 Hz, (d) 17 Hz, (e) 25 Hz und (f) 40 Hz. Die Taktzeit ist in allen Fällen konstant bei 43 s. Die gestrichelten Linien markieren die seitliche Abgrenzung der Überträgerplatte bzw. der Verdichtungszone. | 127 |

| | | |
|------|--|-----|
| 6.14 | Rissflächenanteil nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung bei dem Bandfilteraufbau in Abbildung 6.6 ohne Vorverdichtung und mit vorangegangener Press- bzw. Vibrationsverdichtung bei 80 kPa für verschiedene Zeiten. | 130 |
|------|--|-----|

Tabellenverzeichnis

| | | |
|-----|---|----|
| 4.1 | Mediandurchmesser $x_{50,3}$, $span$ als Maß für die Breite der Partikelgrößenverteilung und Feststoffdichte ρ_s der eingesetzten Materialsysteme. | 49 |
| 4.2 | Eigenschaften der eingesetzten Materialsysteme. | 50 |
| 4.3 | Filtrations-, Untersättigungs- und Kompressionsverhalten der Materialien in Vakuumfiltereinheit der diskontinuierlichen Vibrationsanlage in Abbildung 3.1. Der Filtrationsdruck zur Ermittlung des höhenspezifischen Filterkuchenwiderstands r_c und der Filterkuchenrestfeuchte RF nach der Kuchenbildung ist für alle Materialien 80 kPa. Die Druckdifferenz während der Gasdifferenzdruckentfeuchtung und dem Pressen mit der Überträgerplatte für 60 s beträgt in der Regel 80 kPa. Lediglich für GCC 3 und die Kupfer-Tailings liegt die in der Vakuumfilterplatte angelegte Druckdifferenz bei 20 kPa und 10 kPa. | 51 |
| 4.4 | Parameter und korrigierte Bestimmtheitsmaße R^2 der Datenanpassung in Abbildung 4.3 mittels Gleichung 2.13. | 55 |
| 5.1 | Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c von GCC 1, GCC 2 und GCC 3 infolge der elastischen Filterkuchenrückdehnung bei der Pressverdichtung in der CP-Zelle. . . | 64 |
| 5.2 | Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c von GCC 4 und GCC 5 infolge der elastischen Filterkuchenrückdehnung bei der Pressverdichtung in der CP-Zelle. | 69 |
| 5.3 | Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c von vollständig gesättigten und voruntersättigten Kupfer-Tailings-Filterkuchen durch die elastische Filterkuchenrückdehnung bei der Pressverdichtung in der CP-Zelle. | 75 |
| 5.4 | Filterkuchenhöhe h_c und Restfeuchte RF in der unteren und oberen Filterkuchenschicht nach der Kuchenbildung aus Suspensionen mit GCC 5 bei zwei ausgewählten Feststoffvolumenkonzentrationen c_v auf der Vakuumfilterplatte der Vibrationsanlage. 80 | |
| 5.5 | Restfeuchte RF in der unteren und oberen Schicht von segregierten ($c_v = 10\%$) und homogenen ($c_v = 40\%$) Filterkuchen aus GCC 5 nach einer Vibrationsverdichtung bei 17 Hz (1000 Schwingungen) und 40 Hz (6000 Schwingungen). | 83 |
| 5.6 | Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c von homogenen ($c_v = 40\%$) und segregierten ($c_v = 10\%$) Filterkuchen aus GCC 5 nach der Pressverdichtung bei verschiedenen Pressdrücken in der CP-Zelle. | 84 |
| 5.7 | Restfeuchte RF in der unteren and oberen Schicht von homogenen ($c_v = 40\%$) und segregierten ($c_v = 10\%$) Filterkuchen aus GCC 5 nach der Pressverdichtung in der CP-Zelle. | 85 |

| | | |
|-----|---|-----|
| 5.8 | Feststoffmassenerhalt ϕ_s nach der Kuchenbildung und Vibrationsverdichtung bei 40 Hz und 6000 Schwingungen von homogenen ($c_v = 40\%$) und segregierten ($c_v = 10\%$) Filterkuchen aus GCC 5. | 86 |
| 6.1 | Parameter der exponentiellen Datenangleichung in Abbildung 6.8 mittels Gleichung 6.1. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 115 |
| 6.2 | Parameter der exponentiellen Datenapproximation in Abbildung 6.10 durch Gleichung 6.1. Die dargelegten Abweichungen der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B bilden die Standardfehler der Approximation. | 118 |
| 6.3 | Filterkuchenrestfeuchte nach der Kuchenbildung und nach der Gasdifferenzdruckentfeuchtung ohne und mit vorangegangener Verdichtung durch einen Pressdruck von 80 kPa oder durch eine oszillierende Scherung bei einem Pressdruck von 80 kPa für eine Taktzeit von 103 s. | 123 |
| 6.4 | Relative Kuchenhöhenzunahme Δh_c der Filterkuchen nach der Pressverdichtung bei verschiedenen Pressdrücken in der CP-Zelle. | 125 |
| A.1 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 1 in Abbildung 5.1 (a) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 137 |
| A.2 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 2 in Abbildung 5.1 (b) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 137 |
| A.3 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 3 in Abbildung 5.1 (c) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 137 |
| A.4 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 4 in Abbildung 5.5 (a) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 138 |
| A.5 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 5 ($c_v = 40\%$) in Abbildung 5.5 (b) und Abbildung 5.13 mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 138 |
| A.6 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 1 (NaCl) in Abbildung 5.8 (b) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 138 |
| A.7 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von den Kupfer-Tailings in Abbildung 5.9 (a) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 138 |

| | | |
|------|---|-----|
| A.8 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von GCC 5 ($c_v = 10\%$) in Abbildung 5.13 mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 139 |
| A.9 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 5.17 (a) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 139 |
| A.10 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 5.17 (b) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 139 |
| A.11 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 5.17 (c) mittels Gleichung 2.15. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 139 |
| A.12 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 6.11 (a) mittels Gleichung 6.1. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 140 |
| A.13 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 6.11 (b) mittels Gleichung 6.1. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 140 |
| A.14 | Parameter der exponentiellen Datenanpassung von PCC in Abbildung 6.11 (c) mittels Gleichung 6.1. Die Standardfehler der Anpassung stellen die Abweichung der minimalen Restfeuchte RF_∞ und des Konsolidierungspotentials B dar. | 140 |

Eigene Veröffentlichungen

Journalartikel

- Bächler, P., Müller, T., Warth, T., Yildiz, T. und Dittler, A.: Impact of ambient air filters on PM concentration levels at an urban traffic hotspot (Stuttgart, Am Neckartor). *Atmospheric Pollution Research* **2021**, 12.6, 101059. DOI: 10.1016/j.apr.2021.101059.
- Yildiz, T., Klein, S., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Vibration compaction of compressible filter cakes for mechanical deliquoring on a horizontal vacuum belt filter. *Drying Technology* **2022**, 1–14. DOI: 10.1080/07373937.2022.2163497.
- Yildiz, T., Gegenheimer, J., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Influence of particle properties on filter cake compaction behavior under oscillatory shear. *Processes* **2023**, 11.7. DOI: 10.3390/pr11072076.
- Yildiz, T., Stankovic, U., Zolg, J., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Mechanical dewatering of homogeneous and segregated filter cakes by vibration compaction. *ChemEngineering* **2024**, 8.3. DOI: 10.3390/chemengineering8030049.
- Yildiz, T., Wiechers, P., Nirschl, H. und Gleiß, M.: Direct recycling of carbon black and graphite from an aqueous anode slurry of lithium-ion batteries by centrifugal fractionation. *Next Energy* **2024**, 2, 100082. DOI: 10.1016/j.nxener.2023.100082.

Konferenzbeiträge

- Yildiz, T. und Nirschl, H.: Verdichtung von kompressiblen Filterkuchen durch Überlagerung von geringem Pressdruck und oszillierender Scherung. *Jahrestreffen der ProcessNet Fachgruppen Mechanische Flüssigkeitsabtrennung, Zerkleinern und Klassieren sowie Agglomerations- und Schüttguttechnik* (Online-Event, 15.–16. März 2021). 2021.
- Yildiz, T., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Compaction of compressible filter cakes by applying low pressure and oscillatory shear. *AIChE Annual Meeting* (Boston, MA, USA, 7.–11. Nov. 2021). 2021.

- Yildiz, T. und Nirschl, H.: Vibrationsverdichtung kompressibler Filterkuchen auf einem Vakuumtaktbandfilter. *Jahrestreffen der ProcessNet Fachgruppen Mehrphasenströmungen, Mechanische Flüssigkeitsabtrennung sowie Zerkleinern und Klassieren* (Online-Event, 21.–22. Feb. 2022). 2022.
- Yildiz, T. und Nirschl, H.: Vibration-enhanced compaction of compressible filter cakes for mechanical dewatering on a vacuum belt filter. *FILTECH* (Köln, 8.–10. März 2022). 2022.
- Yildiz, T. und Nirschl, H.: Continuous vibration compaction of filter cakes for deliquoring and avoiding cracking. *13th World Filtration Congress* (San Diego, CA, USA, 5.–9. Okt. 2022). 2022.
- Yildiz, T., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Fraktionierung von Funktionsmaterialien der Lithium-Ionen-Batterie in wässriger Suspension mittels Zentrifugation. *Jahrestreffen der DECHEMA-Fachgruppen Kristallisation, Grenzflächenbestimmte Systeme und Prozesse und Mechanische Flüssigkeitsabtrennung* (Frankfurt, 9.–10. März 2023). 2023.
- Yildiz, T., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Direct recycling of lithium-ion battery cathode materials from aqueous suspension by centrifugation. *FILTECH* (Köln, 14.–16. Feb. 2023). 2023.

Literaturverzeichnis

- [1] Davies, M.: Filtered dry stacked tailings: The fundamentals. *Proc. Tailings and Mine Waste 2011* **2011**. DOI: 10.14288/1.0107683.
- [2] Chaedir, B. A., Kurnia, J. C., Sasmito, A. P. und Mujumdar, A. S.: Advances in dewatering and drying in mineral processing. *Drying Technology* **2021**, 39.11, 1667–1684. DOI: 10.1080/07373937.2021.1907754.
- [3] Freeman, G.: Filtration and stabilisation of beer. In: *Brewing*. Elsevier, 2006, 275–292. DOI: 10.1533/9781845691738.275.
- [4] Mushtaq, M.: Extraction of fruit juice: An overview. *Fruit Juices* **2018**, 131–159. DOI: 10.1016/B978-0-12-802230-6.00008-4.
- [5] Christensen, M. L., Keiding, K., Nielsen, P. H. und Jørgensen, M. K.: Dewatering in biological wastewater treatment: A review. *Water Research* **2015**, 82, 14–24. DOI: 10.1016/j.watres.2015.04.019.
- [6] Zhang, X., Ye, P. und Wu, Y.: Enhanced technology for sewage sludge advanced dewatering from an engineering practice perspective: A review. *Journal of Environmental Management* **2022**, 321, 115938. DOI: 10.1016/j.jenvman.2022.115938.
- [7] Couturier, S., Valat, M., Vaxelaire, J. und Puiggali, J.: Enhanced expression of filter cakes using a local thermal supply. *Separation and Purification Technology* **2007**, 57.2, 321–328. DOI: 10.1016/j.seppur.2007.04.020.
- [8] Kudra, T. und Mujumdar, A. S.: *Advanced drying technologies*. CRC press, 2009. DOI: 10.1201/9781420073898.
- [9] Vaxelaire, J., Bongiovanni, J. M. und Puiggali, J. R.: Mechanical dewatering and thermal drying of residual sludge. *Environmental Technology* **1999**, 20.1, 29–36. DOI: 10.1080/09593332008616789.
- [10] Kemp, I. C.: Reducing dryer energy use by process integration and pinch analysis. *Drying Technology* **2005**, 23.9-11, 2089–2104. DOI: 10.1080/07373930500210572.
- [11] Anlauf, H.: Entwicklungen bei der Druck- und Vakuumfiltration. *Chemie Ingenieur Technik* **1988**, 60.8, 575–583. DOI: 10.1002/cite.330600803.

-
- [12] Sparks, T.: Solid-liquid filtration: Understanding filter presses and belt filters. *Filtration+ Separation* **2012**, 49.4, 20–24. DOI: 10.1016/S0015-1882(12)70193-3.
- [13] Fernando Concha, A.: *Solid-liquid separation in the mining industry*. Springer. DOI: 10.1007/978-3-319-02484-4.
- [14] Tomasko, F.: Vacuum filtration – System and equipment technology, range and examples of applications, designs. In: *Vacuum Technology in the Chemical Industry*. John Wiley Sons, Ltd, 2014. Kap. 18, 331–362. DOI: 10.1002/9783527653898.ch18.
- [15] Schubert, H.: *Untersuchungen zur Ermittlung von Kapillardruck und Zugfestigkeit von feuchten Haufwerken aus körnigen Stoffen*. Diss. Universität Karlsruhe (TH), 1972.
- [16] Wu, Z., Hu, Y., Lee, D., Mujumdar, A. und Li, Z.: Dewatering and drying in mineral processing industry: Potential for innovation. *Drying Technology* **2010**, 28.7, 834–842. DOI: 10.1080/07373937.2010.490485.
- [17] Furnell, E., Bilaniuk, K., Goldbaum, M., Shoaib, M., Wani, O., Tian, X., Chen, Z., Boucher, D. und Bobicki, E. R.: Dewatered and stacked mine tailings: A review. *ACS ES&T Engineering* **2022**, 2.5, 728–745. DOI: 10.1021/acsestengg.1c00480.
- [18] Rushton, A. und Hameed, M.: The effect of concentration in rotary vacuum filtration. *Filt. and Sep* **1969**, 6, 136.
- [19] Lloyd, P. und Dodds, J.: Liquid retention in filter cakes. *Filtr. Sep* **1972**, 9, 91–96.
- [20] Anlauf, H., Bott, R., Stahl, W. und Krebber, A.: Die Bildung von Schrumpfrissen in Filterkuchen bei der Entwässerung feinkörniger Erze. *Aufbereitungs-Technik* **1985**, 26.4, 188–196.
- [21] Bierck, B. R., Wells, S. A. und Dick, R. I.: Compressible cake filtration: Monitoring cake formation and shrinkage using synchrotron X-rays. *Journal (Water Pollution Control Federation)* **1988**, 645–650.
- [22] Wiedemann, T. und Stahl, W.: Schrumpfs- und Reißungsverhalten feinkörniger Filterkuchen bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung. *Chemie Ingenieur Technik* **1995**, 67.11, 1486–1489. DOI: 10.1002/cite.330671113.
- [23] Wiedemann, T.: *Das Schrumpfs- und Reißungsverhalten von Filterkuchen*. Diss. Universität Karlsruhe (TH), 1996.
- [24] Anlauf, H.: *Wet Cake Filtration: Fundamentals, Equipment, and Strategies*. John Wiley & Sons, 2019. DOI: 10.1002/9783527820665.
- [25] Tiller, F. M. und Yeh, C.: The role of porosity in filtration. Part XI: Filtration followed by expression. *AIChE journal* **1987**, 33.8, 1241–1256. DOI: 10.1002/aic.690330803.
- [26] Shirato, M., Murase, T., Kato, H. und Fukaya, S.: Fundamental analysis for expression under constant pressure. *Filtration and Separation* **1970**, 7, 277–282.

- [27] Shirato, M., Murase, T., Negawa, M. und Senda, T.: Fundamental studies of expression under variable pressure. *Journal of Chemical Engineering of Japan* **1970**, 3.1, 105–112. DOI: 10.1252/jcej.3.105.
- [28] Alt, C.: Preß-Filterapparate zur Verminderung der Restfeuchte von Filterkuchen. *Chemische Industrie* **1975**, 26, 422–426.
- [29] Alt, C.: Schlammentwässerung mit Preßfiltern. *Chemie Ingenieur Technik* **1976**, 48.21, 115–124. DOI: 10.1002/cite.330480209.
- [30] Riemenschneider, H.: *Entfeuchten durch Pressen*. Diss. Universität Stuttgart, 1983.
- [31] Alles, C. M.: *Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen*. Diss. Universität Fridericiana Karlsruhe (TH), 2000.
- [32] Yu, A.-B., Zou, R.-P. und Standish, N.: Packing of ternary mixtures of nonspherical particles. *Journal of the American Ceramic Society* **1992**, 75.10, 2765–2772. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1992.tb05502.x.
- [33] Anlauf, H. und Sorrentino, J. A.: The influence of particle collective characteristics on cake filtration results. *Chemical Engineering & Technology: Industrial Chemistry-Plant Equipment-Process Engineering-Biotechnology* **2004**, 27.10, 1080–1084. DOI: 10.1002/ceat.200403248.
- [34] Wakeman, R. J., Thuraishingham, S. und Tarleton, S.: Colloid science in solid/liquid separation technology: Is it important? **1989**.
- [35] Bourcier, D., Féraud, J., Colson, D., Mandrick, K., Ode, D., Brackx, E. und Puel, F.: Influence of particle size and shape properties on cake resistance and compressibility during pressure filtration. *Chemical Engineering Science* **2016**, 144, 176–187. DOI: 10.1016/j.ces.2016.01.023.
- [36] Redeker, D., Steiner, K.-H. und Esser, U.: Das mechanische Entfeuchten von Filterkuchen. *Chemie Ingenieur Technik* **1983**, 55.11, 829–839. DOI: 10.1002/cite.330551103.
- [37] Illies, S., Anlauf, H. und Nirschl, H.: Avoiding filter cake cracking: Influence of consolidation on desaturation characteristics. *Drying Technology* **2016**, 34.8, 944–952. DOI: 10.1080/07373937.2015.1087023.
- [38] Gösele, W., Leibnitz, R., Pongratz, E. und Tichy, J.: Filterapparate – Physikalische Einflüsse auf den Filterwiderstand. In: Luckert, K. (Hrsg.). Vulkan, 2004. Kap. Handbuch der mechanischen Fest-Flüssig-Trennung, 176–181.
- [39] Ripperger, S.: Trennprozesse: Abschnitte 7.4.2.2 – 7.4.2.6. In: *Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik*. John Wiley & Sons, Ltd, 2002. Kap. 7, 846–882. DOI: 10.1002/3527603352.ch7o.

- [40] Sentmanat, J. M. und Perlmutter, B. A.: Chapter 5 – Cake-building filter technologies. In: *Integration and Optimization of Unit Operations*. Perlmutter, B. A. (Hrsg.). Elsevier, 2022, 125–132. DOI: 10.1016/B978-0-12-823502-7.00018-9.
- [41] Reichmann, B. und Tomas, J.: Expression behaviour of fine particle suspensions and the consolidated cake strength. *Powder Technology* **2001**, 121.2, 182–189. DOI: 10.1016/S0032-5910(01)00336-9.
- [42] Tomas, J. und Reichmann, B.: Compression, permeation and flow behavior of wet nanoparticle cakes, in situ tested with a press-shear cell. *Chemical Engineering & Technology: Industrial Chemistry-Plant Equipment-Process Engineering-Biotechnology* **2002**, 25.11, 1053–1060.
- [43] Koenders, M., Liebhart, E. und Wakeman, R.: Dead-end filtration with torsional shear: Experimental findings and theoretical analysis. *Chemical Engineering Research and Design* **2001**, 79.3, 249–259. DOI: 10.1205/026387601750281626.
- [44] Wakeman, R. und Tarleton, S.: *Solid/liquid separation: Principles of industrial filtration*. Elsevier, 2005.
- [45] Vaxelaire, J. und Olivier, J.: Compression dewatering of particulate suspensions and sludge: Effect of shear. *Drying Technology* **2014**, 32.1, 23–29. DOI: 10.1080/07373937.2013.807282.
- [46] Hammerich, S., Stickland, A. D., Radel, B., Gleiss, M. und Nirschl, H.: Modified shear cell for characterization of the rheological behavior of particulate networks under compression. *Particuology* **2020**, 51, 1–9. DOI: 10.1016/j.partic.2019.10.005.
- [47] Hammerich, S.: *Numerische Simulation des Fest-Flüssig-Trennprozesses in Vollmantelzentrifugen: Simulationsmethode und Bestimmung des Materialverhaltens*. Diss. Universität Karlsruhe (TH), 2020. DOI: 10.5445/IR/1000120803.
- [48] Shamma, N. K. und Wang, L. K.: Belt filter presses. In: *Biosolids Treatment Processes*. Springer, 2007, 519–539. DOI: 10.1007/978-1-59259-996-7_17.
- [49] Höfgen, E., Collini, D., Batterham, R. J., Scales, P. J. und Stickland, A. D.: High pressure dewatering rolls: Comparison of a novel prototype to existing industrial technology. *Chemical Engineering Science* **2019**, 205, 106–120. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ces.2019.03.080>.
- [50] Bickert, G. und Vince, A.: Improving vacuum filtration by chemical and mechanical means. In: *Proceedings of the Thirteenth Australian Coal Preparation Conference, Paper 8B*. Atkinson, B. und Atkinson, S. (Hrsg.). 2010.
- [51] Massarsch, K. R.: Effects of vibratory compaction. In: *International Conference on Vibratory Pile Driving and Deep Soil Compaction, Louvain-la-Neuve, Keynote Lecture*. 2002, 33–42.

- [52] Roberts, A. W.: Vibration of fine powders and its application. In: *Handbook of Powder Science & Technology*. Fayed, M. E. und Otten, L. (Hrsg.). Boston, MA: Springer US, 1997, 146–201. DOI: 10.1007/978-1-4615-6373-0_5.
- [53] Pearce, K. W.: Increasing liquid expression by applying low frequency vibration. *Drying Technology* **1988**, 6.3, 515–533. DOI: 10.1080/07373938808916396.
- [54] Whatnall, O., Barber, K. und Robinson, P.: Tailings filtration using viper filtration technology – A case study. *Mining, Metallurgy & Exploration* **2021**, 38, 1297–1303. DOI: 10.1007/s42461-021-00378-y.
- [55] Illies, S., Pfänder, J., Anlauf, H. und Nirschl, H.: Filter cake compaction by oscillatory shear. *Drying Technology* **2017**, 35.1, 66–75. DOI: 10.1080/07373937.2016.1159576.
- [56] Illies, S., Anlauf, H. und Nirschl, H.: Vibration-enhanced compaction of filter cakes and its influence on filter cake cracking. *Separation Science and Technology* **2017**, 52.18, 2795–2803. DOI: 10.1080/01496395.2017.1304416.
- [57] Illies, S.: *Darstellungen zur Entfeuchtung von zu Rissbildung neigenden Filterkuchen*. Diss. Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2017. DOI: 10.5445/IR/1000072902.
- [58] Stickland, A. D.: A compressional rheology model of fluctuating feed concentration during filtration of compressible suspensions. *Chemical Engineering Science* **2012**, 75, 209–219. DOI: 10.1016/j.ces.2012.03.023.
- [59] Kakwani, R., Chiang, S. H. und Klinzing, G.: Effect of filter cake structure on dewatering of fine coal. *Minerals & Metallurgical Processing* **1984**, 1, 113–117. DOI: 10.1007/BF03402561.
- [60] Anlauf, H.: Kombination von Eindicker und kontinuierlichem Druckfilter zur Verbesserung von Fest/Flüssig-Trennprozessen. *Chemie Ingenieur Technik* **1989**, 61.9, 686–693. DOI: 10.1002/cite.330610904.
- [61] Bothe, C., Esser, U. und Fechtel, T.: Experimentelle und theoretische Untersuchungen zur Filtration mit überlagerter Sedimentation in Drucknutschen. *Chemie Ingenieur Technik* **1997**, 69.7, 903–912. DOI: 10.1002/cite.330690703.
- [62] Maarten Biesheuvel, P.: Particle segregation during pressure filtration for cast formation. *Chemical Engineering Science* **2000**, 55.14, 2595–2606. DOI: 10.1016/S0009-2509(99)00536-9.
- [63] Löwer, E., Pham, T., Leibner, T. und Peuker, U.: Study on the influence of solids volume fraction on filter cake structures using micro tomography. *Powder Technology* **2020**, 363, 286–299. DOI: 10.1016/j.powtec.2019.12.054.

- [64] Ozcan, O., Ruhland, M. und Stahl, W.: Shear strength of mineral filter cakes. In: *Studies in Surface Science and Catalysis*. Bd. 128. Elsevier, 2000, 573–585. DOI: 10.1016/S0167-2991(00)80063-4.
- [65] Ozcan, O., Gonul, B., Bulutcu, A. und Manav, H.: Correlations between the shear strength of mineral filter cakes and particle size and surface tension. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* **2001**, 187, 405–413. DOI: 10.1016/S0927-7757(01)00655-0.
- [66] Mazzi, F. und Krammer, G.: Wiederbefeuchtung bei der Pressfiltration. *Chemie Ingenieur Technik* **2020**, 92.11, 1851–1856. DOI: 10.1002/cite.202000105.
- [67] Anlauf, H.: Untersättigung und/oder Konsolidierung – Grenzen der mechanischen Entfeuchtung von Filterkuchen. *Chemie Ingenieur Technik* **2014**, 1.86, 149–160. DOI: 10.1002/cite.201300004.
- [68] Reichmann, B.: *Modellierung der Filtrations- und Konsolidierungsdynamik beim Auspressen feindisperser Partikelsysteme*. Diss. Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1999.
- [69] Anlauf, H.: Standardfiltertests zur Bestimmung des Kuchen- und Filtermediumwiderstandes bei der Feststoffabtrennung aus Suspensionen. *Chemie Ingenieur Technik* **1994**, 66.8, 1069–1071.
- [70] *VDI 2762 Blatt 2 – Filtrierbarkeit von Suspensionen – Bestimmung des Filterkuchenwiderstands*. Beuth Verlag GmbH. 2010.
- [71] Darcy, H.: *Les fontaines publiques de Dijon*. 1856.
- [72] Ruth, B., Montillon, G. und Montonna, R.: Studies in filtration – I. Critical analysis of filtration theory. *Industrial & Engineering Chemistry* **1933**, 25.1, 76–82. DOI: 10.1021/ie50277a018.
- [73] Ruth, B. F., Montillon, G. und Montanna, R.: Studies in filtration. *Industrial & Engineering Chemistry* **1933**, 25.2, 153–161. DOI: 10.1021/ie50278a010.
- [74] Anlauf, H.: Filtermedien zur Kuchenfiltration – Schnittstelle zwischen Suspension und Apparat. *Chemie Ingenieur Technik* **2007**, 79.11, 1821–1831. DOI: 10.1002/cite.200700093.
- [75] Nirschl, H.: Einfluss der Physikochemie auf die Abtrennung nanoskaliger Partikel aus Flüssigkeiten. *Chemie Ingenieur Technik* **2007**, 79.11, 1797–1807. DOI: 10.1002/cite.200700107.
- [76] Tiller, F. M. und Cooper, H.: The role of porosity in filtration: IV. Constant pressure filtration. *AIChE Journal* **1960**, 6.4, 595–601. DOI: 10.1002/aic.690060418.

- [77] Tiller, F. und Huang, C.: Filtration equipment – Theory. *Industrial & Engineering Chemistry* **1961**, 53.7, 529–537. DOI: 10.1021/ie50619a021.
- [78] Tiller, F. M. und Green, T.: Role of porosity in filtration IX skin effect with highly compressible materials. *AIChE Journal* **1973**, 19.6, 1266–1269. DOI: 10.1002/aic.690190633.
- [79] Wakeman, R.: The influence of particle properties on filtration. *Separation and Purification Technology* **2007**, 58.2, 234–241. DOI: 10.1016/j.seppur.2007.03.018.
- [80] Schubert, H.: Capillary forces – Modeling and application in particulate technology. *Powder Technology* **1984**, 37.1, 105–116. DOI: 10.1016/0032-5910(84)80010-8.
- [81] Rumpf, H.: Zur Theorie der Zugfestigkeit von Agglomeraten bei Kraftübertragung an Kontaktpunkten. *Chemie Ingenieur Technik* **1970**, 42.8, 538–540. DOI: 10.1002/cite.330420806.
- [82] Anlauf, H.: *Entfeuchtung von Filterkuchen bei der Vakuum-, Druck- und Druck-/Vakuumfiltration*. Diss. Universität Karlsruhe (TH), 1986.
- [83] Huttunen, M., Nygren, L., Kinnarinen, T., Häkkinen, A., Lindh, T., Ahola, J. und Karvonen, V.: Specific energy consumption of cake dewatering with vacuum filters. *Minerals Engineering* **2017**, 100, 144–154. DOI: 10.1016/j.mineng.2016.10.025.
- [84] Bender, W.: Das Auswaschen von Filterkuchen. *Chemie Ingenieur Technik* **1983**, 55.11, 823–829.
- [85] Scherer, G. W.: Theory of drying. *Journal of the American Ceramic Society* **1990**, 73.1, 3–14.
- [86] Wakeman, R.: The role of internal stresses in filter cake cracking. *Filtr. and Separ.* **1974**, 11.4, 357–360.
- [87] Wiedemann, T. und Stahl, W.: Experimental investigation of the shrinkage and cracking behaviour of fine particulate filter cakes. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* **1996**, 35.1, 35–42. DOI: 10.1016/0255-2701(95)04105-2.
- [88] Liu, L., Wu, F. und Tan, W.: Effect of cetyl trimethyl ammonium bromide on shrinkage cracks in filter cakes during pressure filtration of iron ore concentrates. *Powder Technology* **2016**, 297, 239–246. DOI: 10.1016/j.powtec.2016.04.001.
- [89] Barua, A., Eagles, W., Giorgio, G. und Stepanek, F.: *Experimental study of filter cake cracking during deliquoring*. Diss. Imperial College London, 2013.
- [90] Leclerc, D. und Rebouillat, S.: Dewatering by compression. In: *Mathematical models and design methods in solid-liquid separation*. Springer, 1985, 356–391.
- [91] Shirato, M., Murase, T. und Iwata, M.: Deliquoring by expression; theory and practice. *Progress in filtration and separation* **1986**, 4, 181–287.

- [92] Ruth, B.: Correlating filtration theory with industrial practice. *Industrial & engineering chemistry* **1946**, 38.6, 564–571.
- [93] Tiller, F. M., Yeh, C. S. und Leu, W. F.: Compressibility of paniculate structures in relation to thickening, filtration, and expression – A review. *Separation Science and Technology* **1987**, 22.2-3, 1037–1063. DOI: 10.1080/01496398708068998.
- [94] Shirato, M., Murase, T., Iritani, E. und Hayashi, N.: Cake filtration – A technique for evaluating compression-permeability data at low compressive pressure. *Filtr. Sep.* **1983**, 20, 404–406.
- [95] Davys, M. und Pirie, N.: A belt press for separating juices from fibrous pulps. *Journal of Agricultural Engineering Research* **1965**, 10.2, 142–145. DOI: 10.1016/0021-8634(65)90063-6.
- [96] Halde, R. E.: Filterbelt pressing of sludge: A laboratory simulation. *Journal (Water Pollution Control Federation)* **1980**, 310–316.
- [97] Ayol, A., Dentel, S. K. und Filibeli, A.: Rheological characterization of sludges during belt filtration dewatering using an immobilization cell. *Journal of Environmental Engineering* **2010**, 136.9, 992–999. DOI: 10.1061/(ASCE)EE.1943-7870.0000225.
- [98] Yim, S. S. und Song, Y. M.: Porosity distribution in highly compressible cake: Experimental and theoretical verification of the dense skin. *Korean Journal of Chemical Engineering* **2008**, 25, 1524–1531. DOI: 10.1007/s11814-008-0251-7.
- [99] Mattsson, T., Sedin, M. und Theliander, H.: Filtration properties and skin formation of micro-crystalline cellulose. *Separation and Purification Technology* **2012**, 96, 139–146. DOI: 10.1016/j.seppur.2012.05.029.
- [100] Jaffrin, M. Y.: Dynamic shear-enhanced membrane filtration: A review of rotating disks, rotating membranes and vibrating systems. *Journal of membrane science* **2008**, 324.1-2, 7–25. DOI: 10.1016/j.memsci.2008.06.050.
- [101] Gundogdu, O., Koenders, M., Wakeman, R. und Wu, P.: Permeation through a bed on a vibrating medium: Theory and experimental results. *Chemical Engineering Science* **2003**, 58.9, 1703–1713. DOI: 10.1016/S0009-2509(03)00019-8.
- [102] Gundogdu, O., Koenders, M., Wakeman, R. und Wu, P.: Vibration-assisted dead-end filtration: Experiments and theoretical concepts. *Chemical Engineering Research and Design* **2003**, 81.8, 916–923. DOI: 10.1205/026387603322482158.
- [103] Guo, F., Guo, Y., Zhang, Y., Liu, H., Li, J., Li, P. und Wu, J.: Dewatering mechanism of gasification fine slag by coupled mechanical force fields and its potential guidance for efficient dewatering process. *Fuel Processing Technology* **2020**, 205, 106459. DOI: 10.1016/j.fuproc.2020.106459.

- [104] Youd, T. L.: Densification and shear of sand during vibration. *Journal of the Soil Mechanics and Foundations Division* **1970**, 96.3, 863–880. DOI: 10.1061/JSFEAQ.0001423.
- [105] Tomas, J.: Adhesion of ultrafine particles – Energy absorption at contact. *Chemical Engineering Science* **2007**, 62.21, 5925–5939. DOI: 10.1016/j.ces.2007.06.036.
- [106] Kitsunezaki, S., Nakahara, A. und Matsuo, Y.: Shaking-induced stress anisotropy in the memory effect of paste. *Europhysics Letters* **2016**, 114.6, 64002. DOI: 10.1209/0295-5075/114/64002.
- [107] Otto, D., Weidner, R. und Plaisier, L.: Filterbauarten und ihre Einsatzbereiche: Abschnitte 3.15–3.16. *Handbuch der industriellen Fest-/Flüssig-Filtration* **2000**, 220–232. DOI: 10.1002/352760300X.ch3n.
- [108] Wheeler, C. A., Plink, J., Hill, T., Williams, K. C., Robinson, P. W. A., Barber, K. J., Whatnall, O. J. und Warner, J. J.: Vibration Unit Assembly for a Belt Conveyor. *US Patent (US 11,215,397 B2)* **2022**.
- [109] Landwehr, F., Medved, M. und Pierau, T.: Verfahren und Vorrichtung zur verbesserten Fest-Flüssig-Filtration von Filterkuchen. *World Intellectual Property Organization (PCT/EP2015/002441)* **2017**.
- [110] Yildiz, T., Klein, S., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Vibration compaction of compressible filter cakes for mechanical deliquoring on a horizontal vacuum belt filter. *Drying Technology* **2022**, 1–14. DOI: 10.1080/07373937.2022.2163497.
- [111] Yildiz, T., Gegenheimer, J., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Influence of particle properties on filter cake compaction behavior under oscillatory shear. *Processes* **2023**, 11.7. DOI: 10.3390/pr11072076.
- [112] Yildiz, T., Stankovic, U., Zolg, J., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Mechanical dewatering of homogeneous and segregated filter cakes by vibration compaction. *ChemEngineering* **2024**, 8.3. DOI: 10.3390/chemengineering8030049.
- [113] Jimoh, O. A., Ariffin, K. S., Hussin, H. B. und Temitope, A. E.: Synthesis of precipitated calcium carbonate: A review. *Carbonates and Evaporites* **2018**, 33.2, 331–346. DOI: <https://doi.org/10.1007/s13146-017-0341-x>.
- [114] Stickland, A. D.: *Solid Liquid Separation in Water and Wastewater Industries*. Diss. University of Melbourne, 2005.
- [115] Schulze, D.: *Pulver und Schüttgüter*. Springer, 2006. DOI: 10.1007/978-3-642-53885-8.
- [116] Fränkle, B., Sok, T., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Copper tailings filtration: Influence of filter cake desaturation. *Minerals Engineering* **2024**, 217, 108952. DOI: 10.1016/j.mineng.2024.108952.

- [117] Fränkle, B.: *Aspects of Tailings Filtration in Recessed Plate Filter Presses*. Diss. Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2024. 191 S. DOI: 10.5445/IR/1000171128.
- [118] Fränkle, B., Morsch, P., Kessler, C., Sok, T., Gleiß, M. und Nirschl, H.: Iron ore tailings dewatering: Measurement of adhesion and cohesion for filter press operation. *Sustainability* **2022**, 14.6, 3424. DOI: 10.3390/su14063424.
- [119] Kollmann, T.: *Schwingungsinduziertes Fließen feinstkörniger, kohäsiver Pulver*. Diss. Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 2002.
- [120] Bieringer, T., Buchholz, S. und Kockmann, N.: Future production concepts in the chemical industry: Modular – Small-scale – Continuous. *Chemical Engineering & Technology* **2013**, 36.6, 900–910. DOI: 10.1002/ceat.201200631.
- [121] Fleischer, C., Wittmann, J., Kockmann, N., Bieringer, T. und Bramsiepe, C.: Sicherheitstechnische Aspekte bei Planung und Bau modularer Produktionsanlagen. *Chemie Ingenieur Technik* **2015**, 87.9. DOI: 10.1002/cite.201400188.
- [122] Lier, S., Paul, S., Ferdinand, D. und Grünewald, M.: Modulare Verfahrenstechnik: Apparateentwicklung für wandlungsfähige Produktionssysteme. *Chemie Ingenieur Technik* **2016**, 10.88, 1444–1454. DOI: 10.1002/cite.201600015.