

# **Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen**

**Carina Maria Alles**

# Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)  
von der Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik  
der Universität Fridericiana Karlsruhe (TH) genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Carina Maria Alles

aus Völklingen / Saar

Tag des Kolloquiums: 30. Juni 2000

Referent: Prof. Dr.-Ing. Werner Stahl

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Siegfried Ripperger







# Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik der Universität Karlsruhe (TH).

Ich bin dankbar für die Unterstützung, die ich in dieser Zeit von vielen Seiten erfahren durfte.

Herr Prof. Dr.-Ing. Werner Stahl war mir ein echter "Doktorvater", der mich forderte und förderte. Seine Ideen gaben wichtige Anstöße, seine Kritik trieb die Arbeit voran, sein Vertrauen bestärkte mich, sein Wissen und seine Erfahrungen bereicherten mich weit über die Arbeit hinaus. Ich bin ihm zu großem Dank verpflichtet.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Siegfried Ripperger von der Technischen Universität Dresden danke ich herzlich für die freundliche Übernahme des Korreferates.

Die Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter des Institutes für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik haben mit ihren offenen Ohren, ideenreichen Köpfen und hilfsbereiten Händen maßgeblichen Anteil am Erfolg dieser Arbeit. Die lebhaften Diskussionen mit Kolleginnen und Kollegen kamen der Arbeit ebenso zugute wie die tatkräftige Unterstützung aus Werkstätten und Labors. Ihnen allen gebührt mein aufrichtiger Dank.

Studentinnen und Studenten mit Initiative und Engagement trugen als wissenschaftliche Hilfskräfte und im Rahmen von Seminar-, Studien- oder Diplomarbeiten auf vielfältige Weise zum Fortgang der Arbeit bei. Auch sie schließe ich herzlich in meinen Dank ein.

Das Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik wurde mir mit seiner ausgezeichneten wissenschaftlichen Atmosphäre und wohltuendem kollegialen Miteinander zu einer geistigen Heimat. Ich bin besonders dankbar für die Freundschaften, die sich in diesem Umfeld entwickelten und hoffe, daß die Verbindungen weiterhin lebendig bleiben.

In diesen Jahren des fachlichen und menschlichen Reifens konnte ich immer wieder neue Kraft schöpfen in Familie und Freundeskreis. Das verdanke ich den Menschen, die meinen Lebensweg begleiten, allen voran meinen Eltern, meinem Bruder und meinem Mann.

Karlsruhe, im Oktober 2000

Carina Maria Alles



# Inhaltsverzeichnis

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| <b>1</b> | <b>Einleitung.....</b>  | <b>1</b>  |
| 1.1      | Ausgangssituation .....   | 1         |
| 1.2      | Gegenstand der Arbeit .....   | 4         |
| 1.3      | Abgrenzung.....   | 6         |
| <b>2</b> | <b>Grundlagen zur Filtration mit kompressiblen Kuchen.....</b>                          | <b>7</b>  |
| 2.1      | Besonderheiten kompressibler Haufwerke.....   | 7         |
| 2.1.1    | Ursachen kompressiblen Materialverhaltens .....   | 8         |
| 2.1.2    | Struktur durchströmter Packungen.....   | 9         |
| 2.2      | Globale Betrachtung der Kuchenbildung.....  | 11        |
| 2.2.1    | Grundgleichung der kuchenbildenden Filtration .....                                     | 11        |
| 2.2.2    | Übertragung auf die Filtration mit kompressiblen Kuchen.....                            | 13        |
| 2.3      | Lokale Betrachtung von Fest-Flüssig-Trennprozessen.....                                 | 14        |
| 2.3.1    | Allgemeines Modell von Tiller .....   | 15        |
| 2.3.2    | Vereinfachung des Modells von Tiller.....   | 19        |
| 2.4      | Weitere Modelle zur Bildung und Konsolidierung<br>kompressibler Haufwerke.....          | 20        |
| 2.4.1    | Mathematische Beschreibung.....   | 21        |
| 2.4.2    | Erfassung des Materialverhaltens .....  | 22        |
| 2.5      | Schlußfolgerungen.....  | 24        |
| <b>3</b> | <b>Simulation von Fest-Flüssig-Trennprozessen<br/>mit kompressiblen Haufwerken.....</b> | <b>25</b> |
| 3.1      | Modellbildung.....  | 25        |
| 3.1.1    | Fest-Flüssig-Trennprozesse .....  | 26        |
| 3.1.2    | Mathematische Beschreibung.....   | 28        |
| 3.2      | Prozeßsimulation .....  | 34        |
| 3.2.1    | Algorithmus .....   | 34        |
| 3.2.2    | Simulationsprogramm.....  | 37        |
| 3.3      | Ergebnisse der Prozeßsimulation.....  | 40        |
| 3.3.1    | Struktur kompressibler Filterkuchen.....  | 41        |
| 3.3.2    | Filtrationsverhalten kompressibler Filterkuchen .....                                   | 45        |
| 3.4      | Schlußfolgerungen.....  | 48        |



|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| <b>4</b> | <b>Experimentelle Methoden</b>                              |           |
|          | <b>zur Charakterisierung des Filtrationsverhaltens.....</b> | <b>49</b> |
| 4.1      | C-P-F-Zelle.....  | 49        |
| 4.1.1    | Drucknutsche und C-P-Zelle.....                             | 50        |
| 4.1.2    | Gesamtaufbau des Versuchsstandes .....                      | 52        |
| 4.2      | Standardtests zur Kuchenbildung .....                       | 54        |
| 4.2.1    | Vorbereitung .....  | 54        |
| 4.2.2    | Kuchenbildung .....   | 54        |
| 4.2.3    | Auswertung .....  | 55        |
| 4.3      | Standardtests zum Materialverhalten .....                   | 56        |
| 4.3.1    | Vorbereitung .....  | 57        |
| 4.3.2    | Pressung.....   | 57        |
| 4.3.3    | Durchströmung.....  | 58        |
| 4.3.4    | Druckverhältnisse in der C-P-Zelle.....                     | 58        |
| 4.3.5    | Schwierigkeiten in C-P-Tests bei niedrigen Drücken.....     | 60        |
| 4.4      | Ergänzende Untersuchungen .....                             | 62        |
| 4.4.1    | Sedimentationsverhalten .....                               | 63        |
| 4.4.2    | Verlauf des Flüssigkeitsdruckes im Filterkuchen.....        | 63        |
| 4.4.3    | Porositätsverlauf im Filterkuchen.....                      | 64        |
| 4.4.4    | Schrumpfung.....  | 64        |
| 4.4.5    | Effektiver Filtermediumwiderstand.....                      | 64        |
| 4.4.6    | Intermittierende Kuchenfiltration .....                     | 65        |
| 4.5      | Schlußfolgerungen.....                                      | 66        |
| <b>5</b> | <b>Versuchsmaterialien .....</b>                            | <b>67</b> |
| 5.1      | Auswahl der Feststoffe.....                                 | 67        |
| 5.1.1    | Plättchenförmige Partikeln .....                            | 67        |
| 5.1.2    | Deformierbare Partikeln.....                                | 68        |
| 5.1.3    | Faserförmige Partikeln.....                                 | 68        |
| 5.1.4    | Agglomerierte Feinstpartikeln.....                          | 69        |
| 5.1.5    | Körnige Partikeln.....                                      | 69        |
| 5.2      | Charakterisierung der Feststoffe .....                      | 70        |
| 5.3      | Herstellung der Suspensionen .....                          | 71        |
| 5.4      | Charakterisierung der Suspensionen.....                     | 72        |

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>6</b> | <b>Experimentelle Ergebnisse.....</b>  | <b>75</b> |
| 6.1      | Materialverhalten kompressibler Haufwerke.....                                       | 75        |
| 6.1.1    | Plättchenförmige Partikeln.....  | 75        |
| 6.1.2    | Deformierbare Partikeln.....   | 77        |
| 6.1.3    | Faserförmige Partikeln.....  | 78        |
| 6.1.4    | Agglomerierte Feinstpartikeln.....   | 80        |
| 6.2      | Struktur kompressibler Haufwerke.....  | 87        |
| 6.2.1    | Lokaler Flüssigkeitsdruck.....   | 87        |
| 6.2.2    | Lokale Porosität.....  | 88        |
| 6.3      | Vergleich experimenteller und simulierter<br>Ergebnisse zur Kuchenbildung.....       | 89        |
| 6.3.1    | Verlauf der Kuchenbildung.....   | 90        |
| 6.3.2    | Mittelwerte für Porosität und Widerstand.....  | 91        |
| 6.4      | Schlußfolgerungen.....   | 95        |
| <b>7</b> | <b>Effiziente Prozeßführung<br/>bei der Filtration mit kompressiblen Kuchen.....</b> | <b>97</b> |
| 7.1      | Wahl des Druckniveaus für die Kuchenbildung.....                                     | 97        |
| 7.1.1    | Einfluß des Filtrationsdruckes auf den Filtratdurchsatz.....                         | 97        |
| 7.1.2    | Einfluß des Filtrationsdruckes auf die Kuchenstruktur.....                           | 107       |
| 7.1.3    | Empfehlungen zur Wahl des Kuchenbildungsdruckes.....                                 | 109       |
| 7.2      | Kombination Kuchenbildung und Pressung.....  | 110       |
| 7.2.1    | Grundlagen des Nachpressens.....   | 110       |
| 7.2.2    | Konsolidierungspotential.....  | 111       |
| 7.2.3    | Kinetik des Nachpressens.....  | 113       |
| 7.2.4    | Pressen mit Gasdifferenzdruck.....   | 115       |
| 7.2.5    | Empfehlungen zu Verfahrenskombinationen mit Pressung.....                            | 116       |
| 7.3      | Wahl der Druckanstiegsfunktion.....  | 117       |
| 7.3.1    | Einfluß des Druckanstiegs auf die Filtrationsdauer.....                              | 117       |
| 7.3.2    | Einfluß des Druckanstiegs auf die Kuchenstruktur.....                                | 119       |
| 7.4      | Einfluß der Prozeßführung<br>auf den effektiven Filtermediumwiderstand.....          | 120       |
| 7.4.1    | Abscheidemechanismen am Filtermedium.....  | 121       |
| 7.4.2    | Einfluß des Filtrationsdruckes<br>auf den effektiven Filtermediumwiderstand.....     | 123       |
| 7.4.3    | Empfehlungen zur Auswahl des Filtermediums.....                                      | 126       |

---

|           |   |            |
|-----------|---|------------|
| 7.5       | Intermittierende Kuchenfiltration .....                     | 128        |
| 7.5.1     | Prinzip der IKF .....                                       | 128        |
| 7.5.2     | Intermittierende Filtration mit inkompressiblen Kuchen..... | 130        |
| 7.5.3     | Intermittierende Filtration mit kompressiblen Kuchen.....   | 135        |
| 7.5.4     | Technische Umsetzung der IKF .....                          | 142        |
| 7.6       | Schlußfolgerungen .....                                     | 144        |
| <b>8</b>  | <b>Geeignete Apparate</b>                                   |            |
|           | <b>für die Filtration mit kompressiblen Kuchen .....</b>    | <b>147</b> |
| 8.1       | Apparate ohne Preßeinrichtung.....                          | 147        |
| 8.1.1     | Diskontinuierliche Filter .....                             | 148        |
| 8.1.2     | Kontinuierliche Filter.....                                 | 150        |
| 8.2       | Apparate mit Preßvorrichtung.....                           | 152        |
| 8.2.1     | Diskontinuierliche Pressen .....                            | 152        |
| 8.2.2     | Kontinuierliche Pressen.....                                | 156        |
| 8.3       | Schlußfolgerungen .....                                     | 159        |
| <b>9</b>  | <b>Zusammenfassung und Ausblick.....</b>                    | <b>161</b> |
| <b>10</b> | <b>Formelzeichen .....</b>                                  | <b>169</b> |
| 10.1      | Lateinische Buchstaben .....                                | 169        |
| 10.2      | Griechische Buchstaben.....                                 | 172        |
| 10.3      | Häufig verwendete Indices.....                              | 173        |
| <b>11</b> | <b>Literatur .....</b>                                      | <b>175</b> |
|           | <b>Anhang.....</b>  | <b>185</b> |
| A-1       | Materialgesetze .....                                       | 185        |
| A-2       | Berechnung der Integrale nach Ruth .....                    | 188        |

# 1 Einleitung

## 1.1 Ausgangssituation

### **Kuchenbildende Filtration**

Ziel der Fest-Flüssig-Trennung ist die Abscheidung suspendierter Feststoffpartikeln aus einer Flüssigkeit. Für ein breites Spektrum derartiger Trennaufgaben bietet sich die kuchenbildende Filtration an. Dieses Standardverfahren kommt in Produktionsprozessen der chemischen Industrie ebenso zum Einsatz wie in der Wasseraufbereitung oder bei der Aufarbeitung mineralischer Rohstoffe, um nur einige Beispiele zu nennen.

Das Prinzip der kuchenbildenden Filtration besteht darin, daß die Flüssigkeit unter dem Einfluß eines Druckgradienten durch ein Filtermedium strömt, an dem der Feststoff zurückgehalten wird. Die abgelagerten Partikeln bilden ein Haufwerk, den sogenannten Filterkuchen, an dessen Oberfläche der Feststoff im weiteren Verlauf abgeschieden wird. Eine effiziente Filtration zeichnet sich dadurch aus, daß der Filterkuchen schnell aufgebaut wird und wenig Flüssigkeit enthält.

Kinetik und Endergebnis der Filtration werden im wesentlichen von der Struktur des Filterkuchens bestimmt. Die maßgeblichen Eigenschaften sind der Hohlraumvolumenanteil und der Durchströmungswiderstand. In Haufwerken mit geringem Hohlraumvolumen bleibt wenig Flüssigkeit zurück, es wird also eine weitgehende Trennung erreicht. Der Durchströmungswiderstand gibt die Geschwindigkeit vor, mit der die Flüssigkeit aus dem Haufwerk fließen kann.

### **Kompressible Filterkuchen**

Filterkuchen werden häufig als starre Packungen angesehen, deren Struktur unbeeinträchtigt von den Prozeßbedingungen bleibt. Solche inkompressiblen Kuchen sind jedoch eher die Ausnahme als die Regel. Tatsächlich sind die meisten Filterkuchen mehr oder minder kompressibel, d.h. sie lassen sich unter Druckbeanspruchung kompaktieren. Hohlraumvolumenanteil und Durchströmungswiderstand sind dann vom Filtrationsdruck abhängig.

Suspensionen, aus denen besonders kompressible Kuchen entstehen, fallen in großen Mengen an, beispielsweise bei der Produktion von Pigmenten und anderen feindispersen Feststoffen, bei der Verarbeitung von Lebensmitteln, in der Biotechnologie, in der Abwasserreinigung und in der Aufbereitung von Feinstfraktionen mineralischer Rohstoffe.

## **Schwierigkeiten bei der Filtration mit kompressiblen Filterkuchen**

Filtrationsprozesse mit kompressiblen Kuchen sind besonders anspruchsvolle Trennaufgaben.

Charakteristisch für kompressible Filterkuchen ist die Ausbildung einer stark kompaktierten Grundsicht am Filtermedium. Diese Schicht enthält nur wenig Flüssigkeit, oft ähnelt sie einer lederartigen Haut. Im Vergleich dazu ist der restliche Filterkuchen hoch porös und von geringer mechanischer Festigkeit [Tiller 1973].

Diese inhomogene Kuchenstruktur erschwert die Handhabung des Kuchens im Trennapparat ebenso wie die Übergabe des Kuchens an nachfolgende Apparate.

Während der Filtration wirkt die verdichtete Grundsicht wie ein Flaschenhals, der das Abströmen des Filtrates behindert. So ist zu verstehen, warum eine Filtration mit kompressiblem Kuchen viel Zeit in Anspruch nehmen kann.

Die hoch porösen Bereiche außerhalb der Grundsicht binden viel Flüssigkeit in kompressiblen Kuchen. Deshalb werden nach der Kuchenbildung selten zufriedenstellende Restfeuchten erreicht.

Zur weitergehenden Absenkung der Restfeuchte scheidet die Gasdifferenzdruckentfeuchtung in der Regel aus, weil kompressible Filterkuchen eine ausgeprägte Neigung zur Bildung von Schrumpfrissen zeigen, sobald Gas in die Haufwerksporen eintritt [Wiedemann 1996]. Für Filterkuchen, die aus sehr feinen Partikeln ( $< 1 \mu\text{m}$ ) aufgebaut sind, ist diese Entfeuchtungsmethode aufgrund der hohen kapillaren Eintrittsdrücke ohnehin nicht interessant.

Besonders kompressible Kuchen entstehen aus Suspensionen, die einen hohen Anteil feiner Partikeln ( $< 10 \mu\text{m}$ ) enthalten. Der Agglomerationszustand solcher Suspensionen wirkt sich stark auf die Struktur der Filterkuchen aus. Weil die Agglomerationsneigung der Partikeln erheblich durch physiko-chemische Suspensionseigenschaften wie pH-Wert und Ionengehalt beeinflusst wird, wirken sich Schwankungen dieser Größen unmittelbar auf die Struktur der Filterkuchen und damit auf das Trennergebnis aus [Wakeman et al. 1989], [Gösele 1995], [Altmann et al. 1998]. Die Kontrolle solcher Prozesse ist äußerst problematisch.

## **Auslegung von Filtrationsprozessen**

Für die Auslegung von Filtrationsprozessen ist der Filtrationsdruck der wichtigste Parameter, weil er das treibende Potential und damit die Geschwindigkeit der Kuchenbildung bestimmt. Hinzu kommt, daß die Auslegung und die Konstruktion eines Filterapparates auf den maximalen Filtrationsdruck abgestimmt werden müssen.

Bei der Filtration mit inkompressiblen Kuchen gelten einfache Regeln. Der Massendurchsatz ist in erster Näherung proportional zur Wurzel der Filtrations-

druckdifferenz. Falls eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung in Frage kommt, kann durch höhere Drücke eine weitere Restfeuchteabsenkung erreicht werden. Bei inkompressiblen Kuchen hat sich deshalb die Maxime "viel hilft viel" bewährt.

Diese Regeln können nicht ungeprüft auf Filtrationsprozesse mit kompressiblen Kuchen übertragen werden. Zwar wird auch hier das treibende Potential durch den Filtrationsdruck vorgegeben, zugleich bewirkt der Filtrationsdruck aber auch eine Kompaktierung des Kuchens und damit eine Erhöhung seines Durchströmungswiderstandes, was sich negativ auf die Geschwindigkeit der Kuchenbildung auswirkt.

In der Praxis ist es bisher umstritten, welcher Effekt die Durchsatzleistung bei einer Steigerung des Filtrationsdruckes dominiert: der positive Effekt aufgrund der Erhöhung des treibenden Potentials oder der negative Effekt aufgrund der Kompaktierung. Weit verbreitet ist die Auffassung, daß es einen optimalen Druck geben könnte, bei dem der Durchsatz ein Maximum erreicht [Broens und Gasper 1990]. Demnach würde bei niedrigen Drücken der beschleunigende Effekt der Potentialerhöhung überwiegen, wohingegen sich bei höheren Drücken der negative Kompaktierungseffekt durchsetzen würde.

In Zusammenhang dazu steht die in der Praxis häufig ausgesprochene Empfehlung, den Filtrationsdruck bei der Kuchenbildung langsam zu steigern. Durch einen schonenden Druckaufbau soll eine frühzeitige Kompaktierung des Filterkuchens vermieden werden.

Praxisrelevante Aspekte zur Auswahl, Auslegung und zum Betrieb von Apparaten für die Filtration mit kompressiblen Kuchen werden in der Fachliteratur selten angesprochen. Die bekannten wissenschaftlichen Untersuchungen zur Filtration mit kompressiblen Kuchen konzentrieren sich vorwiegend auf die theoretische Beschreibung der Grundvorgänge bei der Bildung und Konsolidierung der Filterkuchen.

Konkrete Leitlinien zu effizienten Strategien für Filtrationsprozesse mit kompressiblen Kuchen werden in der Praxis vermißt. So wird immer wieder auf einfache Auslegungsgleichungen zurückgegriffen, die strenggenommen nur für inkompressible Kuchen gelten. Die Besonderheiten kompressibler Filterkuchen können damit nicht erfaßt werden. Demzufolge treten Unsicherheiten und Fehler bei der Prozeßauslegung auf.

Die komplizierten theoretischen Modelle, wie sie beispielsweise Tiller et al. [1987a] und Shirato et al. [1986] entwickelten, haben kaum Eingang in die Praxis gefunden. Statt dessen wird die Konzeption von Filtrationsprozessen mit kompressiblen Kuchen häufig mit umfangreichen Vorversuchen im Labor- oder Pilotmaßstab empirisch angegangen. Nicht selten werden von vornherein überhöhte Betriebs- und Anlagenkosten in Kauf genommen.

## 1.2 Gegenstand der Arbeit

In dieser Arbeit werden wissenschaftlich fundierte Empfehlungen zu effektiven Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen aufgestellt.

### Theoretische Beschreibung

Ausgangspunkt ist eine qualitative Analyse der Besonderheiten kompressibler Haufwerke. Aus der Gegenüberstellung mit dem Idealfall inkompressibler Haufwerke geht klar hervor, wie sich kompressibles Materialverhalten auf Fest-Flüssig-Trennprozesse auswirkt. Insbesondere wird auf die Schwierigkeiten eingegangen, die sich aus der Grundsichtverdichtung kompressibler Filterkuchen ergeben.

Bei der kurzen Zusammenfassung zum Stand des Wissens über die Filtration mit kompressiblen Kuchen stehen die grundlegenden Arbeiten von Frank Tiller (University of Houston, USA), der sein wissenschaftliches Lebenswerk der Fest-Flüssig-Trennung mit kompressiblen Haufwerken gewidmet hat, im Mittelpunkt.

### Prozeßsimulation

Ein physikalisch-mathematisches Modell zur Beschreibung der Bildung und Konsolidierung von Filterkuchen und Sedimenten unter Berücksichtigung der Materialeigenschaften kompressibler Haufwerke wird in ein Simulationsprogramm umgesetzt. Dieses Simulationsprogramm kann die Verfahrensergebnisse für die elementaren Trennprozesse Filtration, Sedimentation und Pressung im voraus berechnen, wenn neben den ausgewählten Betriebsparametern auch die Funktionen zur Beschreibung des Materialverhaltens bekannt sind.

Die Prozeßsimulation ist ein wertvolles Instrument zur Verfahrensauslegung, weil sie die Möglichkeit gibt, bei minimiertem experimentellen Aufwand ausgewählte Verfahren bei verschiedenen Betriebszuständen zu analysieren. Damit kann abgeschätzt werden, wie ein bestehendes Verfahren optimiert werden kann, wo die verfahrenstechnischen Grenzen liegen, und wo innovative Verfahrenskonzepte ansetzen sollten.

Zugleich bietet die Prozeßsimulation die Möglichkeit, Strukturänderungen im Haufwerk während des Trennprozesses abzubilden, die der direkten Messung nicht zugänglich sind. Dadurch wird ein tiefgehendes Verständnis für das Zusammenspiel von Feststoffablagerung, Durchströmung und Kompaktierung des Haufwerkes geschaffen.

## **Experimentelle Methoden**

Zur Erfassung des kompressiblen Materialverhaltens werden standardisierte Methoden entwickelt. Mit Filtrationsexperimenten an einer Labordrucknutsche und Messungen in einer Kompressions-Permeabilitäts-Zelle (C-P-Zelle), in der das Haufwerk unter definierten Bedingungen gepreßt und durchströmt wird, werden die wichtigsten trenntechnischen Eigenschaften der kompressiblen Filterkuchen bestimmt. Die Materialfunktionen, die zur Erfassung des Druckeinflusses auf die Haufwerksstruktur in die Simulation eingehen, werden aus den Ergebnissen der C-P-Tests ermittelt.

Typische Vertreter ausgewählter Materialgruppen werden auf diese Weise charakterisiert. Neben deformierbaren Partikeln wird dabei besonderes Augenmerk auf feinkörnige Partikeln mit charakteristischen Größen im Nanometerbereich gelegt. Aus der Analyse der C-P-Tests können Rückschlüsse auf die Kompressionsmechanismen gezogen werden.

## **Prozeßstrategien**

Mit Hilfe der experimentell gestützten Modellierung werden Prozeßstrategien entwickelt, die optimal an das besondere Materialverhalten kompressibler Filterkuchen angepaßt sind.

Im Mittelpunkt der Diskussion steht der Filtrationsdruck als wichtigster Betriebsparameter bei der Filtration mit kompressiblen Kuchen. Auf die Frage nach dem optimalen Druck wird anhand theoretischer Überlegungen und experimenteller Befunde ausführlich eingegangen. Daraus ergeben sich konkrete Empfehlungen für die Wahl der Druckdifferenz bei der Kuchenbildung.

Bei kompressiblen Filterkuchen bietet sich oft eine Nachpressung zur weitergehenden Entfeuchtung und Vergleichmäßigung der Kuchenstruktur an. Auf die Abstimmung der Betriebsparameter bei der Kombination von Kuchenbildung und Pressung wird gesondert eingegangen.

Die verbreitete Methode, den Filtrationsdruck während der Kuchenbildung langsam zu steigern, wird kritisch beleuchtet. Dabei werden nicht nur die Strukturänderungen im Filterkuchen, sondern auch der Einfluß des Druckes auf den effektiven Filtermediumwiderstand betrachtet.

Gerade bei kompressiblen Kuchen mit hohen Durchströmungswiderständen sind Filtrationsmethoden, die zu höheren Massendurchsätzen führen, gefragt. Mit der intermittierenden Kuchenfiltration (IKF) wird eine alternative Prozeßvariante zur Steigerung der Durchsatzleistung vorgestellt. Es wird dargelegt, wie diese Betriebsweise an unterschiedliches Materialverhalten angepaßt und optimiert werden kann und welche Möglichkeiten sich zur Integration der IKF in bestehende Prozesse bieten.



Abschließend wird am Beispiel ausgewählter Apparatetypen zur Kuchenfiltration und Pressung gezeigt, wie die empfehlenswerten Prozeßstrategien in die Praxis umgesetzt werden können. In einer kritischen Diskussion werden Stärken und Schwächen verschiedener Apparate gegenübergestellt. Dieser qualitative Vergleich ist eine wertvolle Hilfestellung zur Auswahl geeigneter Apparate für Trennprobleme mit kompressiblen Haufwerken.

## **Fazit**

In dieser Arbeit wird also eine Brücke geschlagen von der wissenschaftlichen Analyse der Filtration mit kompressiblen Kuchen bis zu konkreten Empfehlungen für effiziente Prozeßstrategien in der Praxis.

## **1.3 Abgrenzung**

In dieser Arbeit werden die verfahrenstechnischen Möglichkeiten und Grenzen bei der Filtration mit kompressiblen Kuchen ausgelotet. Im Mittelpunkt steht dabei die Frage, wie die Betriebsparameter am besten auf das Materialverhalten abgestimmt werden können. Dabei geht es um allgemeine Prozeßstrategien, weniger um die Auslegung spezieller Apparate. Zwar wird die grundsätzliche Eignung verschiedener Apparatetypen diskutiert, auf die konstruktiven Besonderheiten einzelner Fabrikate kann hier jedoch nicht eingegangen werden.

Die Analogien zwischen Filtration, Pressung und Sedimentation im Erd- und Schwerefeld werden bei der Modellbildung für eine einheitliche Beschreibung der Grundvorgänge berücksichtigt. Demnach können mit der Prozeßsimulation diese elementaren Trennvorgänge erfaßt werden. Bei der Entwicklung von Prozeßstrategien liegt jedoch der Schwerpunkt bei der Filtration, auf die sich auch die experimentellen Untersuchungen konzentrieren.

Im Mittelpunkt der Betrachtungen steht die Kompressibilität der Filterkuchen. Zusätzliche Einflüsse auf die Struktur der Haufwerke, wie zum Beispiel klassierende Sedimentation oder Nachrücken von Feinkorn, werden soweit wie möglich ausgeklammert.

Alle Aussagen beziehen sich auf vollständig gesättigte Haufwerke, was angesichts der hohen kapillaren Eintrittsdrücke, die an kompressiblen Haufwerke üblicherweise beobachtet werden, keine nennenswerte Einschränkung für die technische Anwendung bedeutet.

## 2 Grundlagen zur Filtration mit kompressiblen Kuchen

Nach einer kurzen Gegenüberstellung von inkompressiblen und kompressiblen Filterkuchen sollen in diesem Kapitel zwei unterschiedliche Vorgehensweisen zur Beschreibung der Filtration vorgestellt werden. Bei der globalen Betrachtung wird der gesamte Filterkuchen als quasi homogene Packung aufgefaßt. Damit kann die Kuchenbildung vereinfacht dargestellt werden. In der lokalen Betrachtung wird die Kuchenstruktur differenziert betrachtet. Diese Methode ist sehr aufschlußreich für das Verständnis der Grundvorgänge der Fest-Flüssig-Trennung und eignet sich allgemein zur Auslegung von Trennprozessen, in denen kompressible Packungen durchströmt werden. Daher soll sie eingehender behandelt werden. Bei der Diskussion theoretischer Ansätze stehen die grundlegenden Arbeiten von Tiller im Mittelpunkt.

### 2.1 Besonderheiten kompressibler Haufwerke

Kinetik und Endergebnis von Fest-Flüssig-Trennprozessen werden im wesentlichen von der Struktur der dabei entstehenden Haufwerke bestimmt. Die maßgeblichen Eigenschaften sind der Hohlraumvolumenanteil und der Durchströmungswiderstand. In Haufwerken mit geringem Hohlraumvolumen bleibt wenig Flüssigkeit zurück, es wird also eine weitgehende Trennung erreicht. Eine übliche Größe zur Charakterisierung des Hohlraumvolumens ist die Porosität, die als Verhältnis von Hohlraumvolumen zu Gesamtvolumen definiert ist. Der Durchströmungswiderstand gibt die Geschwindigkeit vor, mit der die Flüssigkeit aus dem Haufwerk fließen kann.

Kompressible und inkompressible Haufwerke unterscheiden sich in ihrer Reaktion auf eine Druckbeanspruchung (vgl. Abbildung 2-1 und Abbildung 2-2).

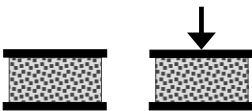


Abbildung 2-1:  
Inkompressibles Haufwerk

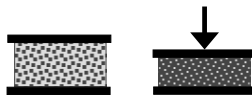


Abbildung 2-2:  
Kompressibles Haufwerk

Ideale Haufwerke sind inkompressibel, d.h. sie verhalten sich unabhängig von den Prozeßbedingungen wie eine homogene starre Packung. Haufwerke aus groben, kompakten und nicht verformbaren Partikeln können in erster Näherung als inkompressibel aufgefaßt werden. Als Beispiele sind Packungen aus Kies oder groben Glaskugeln zu nennen.

Tatsächlich sind jedoch fast alle Haufwerke instabile Strukturen, die durch mechanische Belastung kompaktiert werden können, d.h. sie sind kompressibel. Haufwerke, die aus feinen oder verformbaren Partikeln aufgebaut sind, reagieren besonders sensibel auf Beanspruchungen. Packungen aus biegsamen Fasern oder agglomerierten Feinpartikeln sind Beispiele dazu.

### **2.1.1 Ursachen kompressiblen Materialverhaltens**

Die Ursachen kompressiblen Verhaltens von Haufwerken sind vielfältig und werden in erster Linie phänomenologisch beschrieben [Tiller et al. 1987a], [Riemenschneider 1983], [Bömkes 1986], [Wiedemann 1996]. Allgemein gilt, daß kompressible Haufwerke nicht zwangsläufig aus kompressiblen Partikeln bestehen. Abbildung 2-3 veranschaulicht die verschiedenen Mechanismen, die für Kompressibilität verantwortlich gemacht werden. In realen Haufwerken überlagern sich diese Mechanismen häufig.

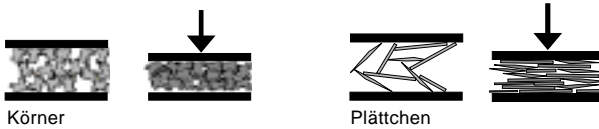
Die Strukturen, die sich in Filterkuchen spontan bilden, entsprechen nur in Ausnahmefällen der dichtesten Packung. In lockeren Verbänden bleibt eine gewisse Partikelbeweglichkeit. Unter mechanischer Belastung können sich Partikeln zu einer dichteren Packung umlagern [Wiedemann 1996]. Besonders ausgeprägt ist diese Form der Kompressibilität bei plättchenförmigen Partikeln, die von einer lockeren Kartenhausstruktur zu einer dachziegelartig eng gepackten Struktur übergehen (vgl. Abbildung 2-3a).

In feindispersen Systemen gewinnen Oberflächenkräfte gegenüber Massen- und Trägheitskräften an Bedeutung [Gösele 1995], [Roth 1991], [Wakeman et al. 1989], [Altmann et al. 1998]. Je nach dem, ob die Grenzflächeneffekte zu Anziehung oder Abstoßung zwischen den Partikeln führen, bilden die Partikeln Agglomerate oder liegen vereinzelt in der dann stabil genannten Suspension vor. Als Faustregel gilt, daß Agglomerate hochporöse, durchlässige Filterkuchen bilden. Diese Strukturen können mechanischer Belastung nicht standhalten, sie werden schon bei geringen Drücken stark kompaktiert. Filterkuchen, die aus stabilen Suspensionen gebildet werden, sind in der Regel kompakter und weniger durchlässig. Sie sind nur dann kompressibel, wenn die abstoßenden Kräfte durch die mechanische Belastung überwunden werden können (vgl. Abbildung 2-3b).

Wenn die Partikeln selbst sich unter Druckbeanspruchung verformen, führt dies unmittelbar zu kompressiblen Haufwerken (vgl. Abbildung 2-3c).

Erst bei sehr hohen Drücken, die für technische Anwendungen in der Fest-Flüssig-Trennung selten in Frage kommen, werden die Grenzen der Materialfestigkeit überschritten, und es kommt zu Kornbruch oder plastischem Fließen [Wiedemann 1996]. Diese Vorgänge sind in Abbildung 2-3d dargestellt.

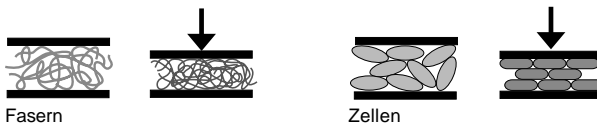
## a) Umlagerung von Partikeln



## b) Wechselwirkungen zwischen feinen Partikeln



## c) Deformation von Partikeln



## d) Überschreiten der Materialfestigkeit



Abbildung 2-3 Ursachen kompressiblen Materialverhaltens

**2.1.2 Struktur durchströmter Packungen**

In Prozessen der Fest-Flüssig-Trennung werden Haufwerke durchströmt. Daraus resultiert ein Druckverlust in der Flüssigkeit, der vom Feststoffgerüst aufgenommen wird. Ein inkompressibles Haufwerk bleibt dabei unverändert, d.h. Porosität und Durchströmungswiderstand bleiben im gesamten Haufwerk konstant. In einem inkompressiblen Filterkuchen treten deshalb konstante Druckgradienten auf (vgl. Abbildung 2-4).

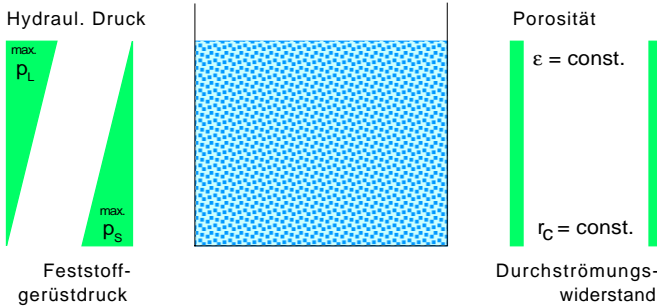


Abbildung 2-4 Struktur inkompressibler Filterkuchen

Kompressible Haufwerke werden hingegen bei Durchströmung kompaktiert. Je höher der lokale Feststoffgerüstdruck, um so niedriger ist die lokale Porosität und um so höher ist der lokale Durchströmungswiderstand. Bei der Filtration unter reinem Differenzdruck und ohne Massenkräfte fällt der hydraulische Druck stetig in Richtung Filtermedium ab. Der Feststoffgerüstdruck nimmt in Gegenrichtung zu und erreicht unmittelbar am Filtermedium seinen Höchstwert. Dementsprechend ist dort der Kuchen am stärksten kompaktiert, der lokale Widerstand und damit der lokale Druckgradient sind am größten. Im restlichen Kuchen sind die Druckgradienten schwach, und die Struktur ist kaum verdichtet. Die Werte von Porosität und Durchströmungswiderstand unterscheiden sich nur geringfügig von denen an der unbelasteten Kuchenoberfläche (vgl. Abbildung 2-5). Bei hochkompressiblen Filterkuchen ist die Grundsichtverdichtung extrem: Auf dem Filtermedium liegt eine lederartige, nahezu undurchlässige Haut (engl. skin effect), während die darüberliegenden Schichten einer eingedickten Suspension ähneln [Tiller 1973]. Der Übergang zwischen Kuchen und Suspension ist dann kaum feststellbar.

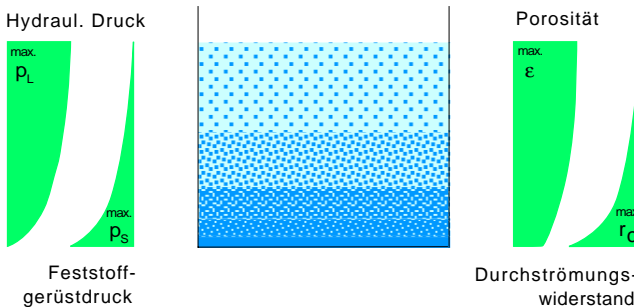


Abbildung 2-5 Struktur kompressibler Kuchen: Grundsichtverdichtung

## 2.2 Globale Betrachtung der Kuchenbildung

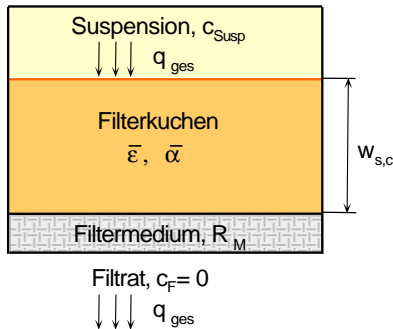


Abbildung 2-6: Globale Betrachtung

Zur Auslegung von Filtrationsprozessen in der Praxis ist die globale Betrachtungsweise am weitesten verbreitet [Anlauf 1991], [Broens und Gasper 1990], [Rushton et al. 1996], [Wakeman und Tarleton 1999]. Dabei wird der Kuchen, ungeachtet von Strukturunterschieden im Innern, als einheitliche Packung aufgefaßt, der eine Porosität  $\epsilon$  und ein Widerstand  $\alpha$  zugeordnet werden.

### 2.2.1 Grundgleichung der kuchenbildenden Filtration

Ausgangspunkt für die globale Betrachtung der Kuchenbildung ist das Gesetz von Darcy, mit dem der flächenbezogene Filtratstrom  $q$  in Abhängigkeit von der Filtrationsdruckdifferenz  $\Delta p$ , dem hydraulischen Gesamtwiderstand  $R$  und der Viskosität der Flüssigkeit  $\eta$  berechnet werden kann.

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

Dieses Gesetz gilt für den Fall der einphasigen laminaren Strömung eines inkompressiblen newtonschen Fluides durch eine isotrope, unveränderliche Packung. Es kann auf die kuchenbildende Filtration bei konstantem Druck übertragen werden, wenn Massenkräfte vernachlässigbar sind. Weiterhin werden eine homogene Durchmischung der Suspension und eine vollständige Abscheidung des Feststoffes angenommen. Stoffübergangsvorgänge sind ausgeschlossen. Ein Filtrationsvorgang, der diese Voraussetzungen erfüllt, wird im folgenden als ideal bezeichnet.

In der Filtration teilt sich der Gesamtwiderstand  $R$  auf in den Tuchwiderstand  $R_M$  und den Widerstand des Filterkuchens  $R_C$ .

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

Der Widerstand des Kuchens nimmt bei wachsendem Kuchen ständig zu. Er wird daher als Produkt eines materialtypischen Widerstandskennwertes und der Kuchenhöhe bzw. der Feststoffmasse des Kuchens angegeben. Gebräuchliche Kennwerte sind der längenbezogene Widerstand  $r_C$ , die längenbezogene Permeabilität  $P_C$  und der massenbezogene Widerstand  $\alpha$ .

$$R_C = r_C h_C = \frac{h_C}{P_C} = \alpha w_{S,C} = \alpha (1 - \varepsilon) \rho_S h_C \quad (2-3)$$

Die Formeln zur Konvertierung der häufig verwendeten Kenngrößen  $r_C$  und  $\alpha$  lauten damit:

$$r_C = (1 - \varepsilon) \rho_S \alpha \quad \text{bzw.} \quad \alpha = \frac{r_C}{(1 - \varepsilon) \rho_S} \quad (2-4)$$

Aus einer Feststoffmassenbilanz um den Filterkuchen ergibt sich der Konzentrationsbeiwert  $\kappa$ , der das Filtratvolumen mit der Kuchenhöhe über die Kuchenporosität  $\varepsilon$  und die Volumenkonzentration des Feststoffes in der Suspension  $c_{\text{Susp}}$  verknüpft.

$$\kappa = \frac{c_{\text{Susp}}}{1 - \varepsilon - c_{\text{Susp}}} = \frac{A h_C}{V} \quad (2-5)$$

Daraus folgt schließlich die sogenannte Grundgleichung der kuchenbildenden Filtration, die in der Praxis häufig zur Prozeßauslegung herangezogen wird:

$$q = \frac{dV}{A dt} = \frac{dv}{dt} = \frac{\Delta p}{\eta (R_M + \alpha (1 - \varepsilon) \rho_S \kappa v)} \quad (2-6)$$

Die Grundgleichung kann bei konstanten Werten für Druckdifferenz, Widerstand, Porosität und Konzentrationsparameter integriert werden. Nach einer Umformung ergibt sich folgende Gleichung:

$$\frac{t}{v} = \frac{\alpha (1 - \varepsilon) \eta \rho_S \kappa}{2 \Delta p} v + \frac{R_M \eta}{\Delta p} \quad (2-7)$$

Diese Gleichung wird zur experimentellen Bestimmung der charakteristischen Filtrationswiderstände eingesetzt [Anlauf 1994a], [VDI-Richtlinie 2762]. Dabei wird die in der Zeit  $t$  anfallende Filtratmenge  $v$  in der Form  $t/v = f(v)$  aufgetragen. Für den Fall einer idealen Filtration ergibt sich eine Gerade, die durch Gleichung (2-7) beschrieben wird. Aus dem Achsenabschnitt kann der Filtermediumwiderstand und aus der Steigung der spezifische Filterkuchenwiderstand berechnet werden. Abbildung 2-7 veranschaulicht diese Vorgehensweise qualitativ.

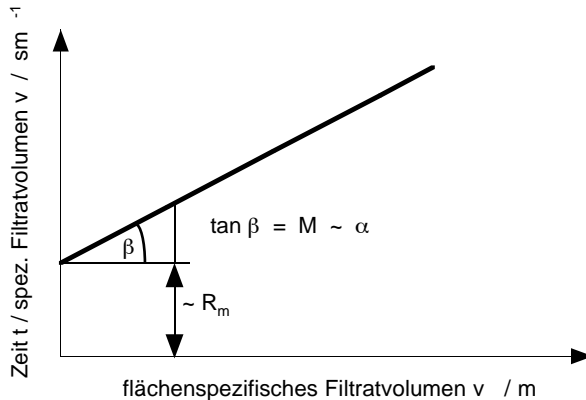


Abbildung 2-7: Darstellung von Meßdaten zur Kuchenbildung in der Form  $t/v = f(v)$  und Bestimmung der Filtrationswiderstände

## 2.2.2 Übertragung auf die Filtration mit kompressiblen Kuchen

Die Herleitung der Grundgleichung gilt zunächst nur für inkompressible Haufwerke, denn Porosität und Widerstand kompressibler Filterkuchen dürfen nicht als konstant angenommen werden. Die Grundgleichung wird häufig auf den kompressiblen Fall übertragen, in dem die inhomogene Kuchenstruktur durch Mittelwerte der Porosität und des Widerstandes beschrieben wird [Anlauf 1991]. In der Regel wird davon ausgegangen, daß diese Mittelwerte allein von der Druckdifferenz am Filterkuchen  $\Delta p_c$  abhängen. Dahinter verbirgt sich die Annahme, daß strukturverändernde Effekte wie eine Klassierung der Suspension durch Sedimentation oder Nachrücken von Feinkorn im Filterkuchen ausgeschlossen werden können. Filterkuchen, die diese Bedingungen erfüllen, werden im folgenden als ideal kompressibel bezeichnet.

Für die Abhängigkeit der mittleren Porosität und des mittleren Durchströmungswiderstandes von der Druckdifferenz am Filterkuchen  $\Delta p_c$  sind verschiedene empirische Ansätze bekannt [Bender und Redeker 1981], [Rushton et al. 1996], [Wakeman und Tarleton 1999]. Oft kommen einfache Potenzgesetze zum Einsatz.

$$\varepsilon = K_\varepsilon \Delta p_c^{N_\varepsilon} \quad (2-8)$$

$$\alpha = K_\alpha \Delta p_c^{N_\alpha} \quad (2-9)$$

Diese einfachen Gesetze sind unbefriedigend, da sie physikalisch unsinnige Werte bei kleinen Drücken liefern. Darüber hinaus stellen die Koeffizienten  $K_\varepsilon$  und  $K_\alpha$  keine physikalischen Entitäten dar, weil ihre Dimensionen vom Zahlenwert des jeweiligen Exponenten abhängen. Die folgenden Gleichungen zeigen diese Schwächen nicht:



$$(1-\varepsilon) = (1-\varepsilon_0) \left(1 + \frac{\Delta p_c}{\Delta p_0}\right)^G \quad (2-10)$$

$$\alpha = \alpha_0 \left(1 + \frac{\Delta p_c}{\Delta p_0}\right)^N \quad (2-11)$$

Der Exponent  $N_\alpha$  aus Gleichung (2-8) wird in Anlehnung an Tiller und Hsyung [1993] auch globale Kompressibilität genannt und dient als Anhaltspunkt zur Beurteilung des kompressiblen Materialverhaltens. Inkompressible Filterkuchen sind durch den Exponenten  $N_\alpha = 0$  gekennzeichnet, für stark kompressible Materialien strebt der Exponent  $N_\alpha$  gegen 1 (vgl. auch Kapitel 7.1.1).

Häufig wird der Einfluß des Filtermediums vernachlässigt. Dann kann der Druckverlust am Filterkuchen  $\Delta p_c$  durch die Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p$  ersetzt werden.

Ähnliche Potenzgesetze wie für den massenspezifischen Widerstand  $\alpha$  in Gleichung (2-9) und (2-11) können auch für den höhenspezifischen Widerstand  $\bar{r}_c$  formuliert werden. Bei der Diskussion der Druckabhängigkeit der Widerstände muß beachtet werden, daß bei einer Druckerhöhung die Kuchenfeststoffmasse konstant bleibt, die Höhe kompressibler Kuchen sich aber vermindert. Daher reagiert der höhenspezifische Widerstand empfindlicher auf Drucksteigerungen als der massenspezifische Widerstand.

Aus der Konvertierungsfomel (2-4) folgt, daß in die Druckabhängigkeit des höhenspezifischen Widerstandes sowohl die Druckabhängigkeit des massenspezifischen Widerstandes als auch die Druckabhängigkeit des Feststoffgehaltes  $1-\varepsilon$  eingehen. Wird der Einfluß des Filtrationsdruckes beispielsweise mit den Potenzgesetzen aus den Gleichungen (2-10) und (2-11) beschrieben, so ergibt sich für den höhenspezifischen Widerstand ein Exponent mit dem Wert  $N+G$ , der im Fall stark kompressibler Materialien den Wert eins übersteigen kann.

### 2.3 Lokale Betrachtung von Fest-Flüssig-Trennprozessen

Die globale Betrachtung der Filtration liefert nur dann vertrauenswürdige Werte zur Auslegung, wenn im Laborversuch die Prozeßbedingungen der technischen Umsetzung möglichst genau abgebildet werden können. Eine veränderte Prozeßführung erfordert neue Versuchsreihen zur Auslegung. Variantenstudien sind darum mit großem experimentellen Aufwand verbunden. Ein weiterer Nachteil der globalen Betrachtung besteht darin, daß sie keinerlei Informationen über die innere Struktur der Filterkuchen liefert. Besonderheiten wie die Grundsichtverdichtung bei der Filtration mit kompressiblen Kuchen können somit nicht erfaßt werden.

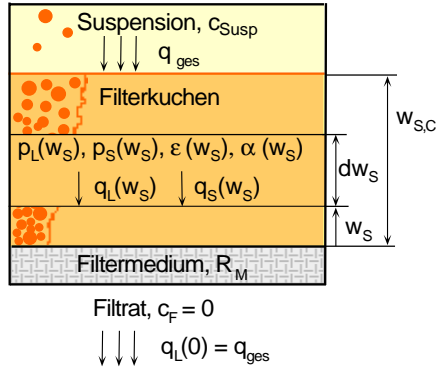


Abbildung 2-8: Lokale Betrachtung

Im Gegensatz dazu gibt die lokale Betrachtung Aufschluß über die Vorgänge, die während eines Fest-Flüssig-Prozesses im Inneren des Haufwerkes ablaufen. Dazu wird das betrachtete Haufwerk in Schichten parallel zum Filtermedium zerlegt, für die neben einem Durchströmungsgesetz Massen- und Kräftebilanzen aufgestellt werden. Dabei soll jede einzelne Schicht so dünn sein, daß ihre Struktur als homogen angesehen werden kann (vgl. Abbildung 2-8).

Die Randbedingungen am Filtertuch und der Haufwerksoberfläche richten sich nach dem ausgewählten Prozeß. Diese Herangehensweise ist allgemein zur physikalisch-mathematischen Beschreibung durchströmter Haufwerke geeignet. Sie ist deshalb auf verschiedene Fest-Flüssig-Trennprozesse übertragbar und auch auf die Überlagerung der Grundvorgänge [Tiller und Hsyung 1993].

Im folgenden werden in erster Linie die grundlegenden Arbeiten von Frank Tiller vorgestellt (Den besten Überblick gibt die Artikelserie "The role of Porosity in Filtration", die im Literaturverzeichnis vollständig aufgeführt ist). Anschließend wird kurz auf weitere Modelle eingegangen.

### 2.3.1 Allgemeines Modell von Tiller

Das Modell von Tiller beschreibt die Entstehung und Konsolidierung kompressibler Haufwerke. Die wichtigsten Elemente dieses physikalisch-mathematischen Modells sind neben den allgemeinen Kräfte- und Massenbilanzen ein spezielles Durchströmungsgesetz und Materialgesetze, die den Einfluß des Druckes auf die Haufwerksstruktur erfassen.

### 2.3.1.1 Kräftebilanz

Tiller et al. [1987a] betrachten ein Haufwerk aus starren Partikeln. Die newtonsche Flüssigkeit überträgt bei der laminaren Strömung durch die Zwischenräume im Haufwerk Druck- und Scherspannungen auf die Partikeln, die diese aufnehmen und über Kontaktstellen an benachbarte Partikeln weitergeben. Die Kontaktflächen zwischen den Partikeln sollen gegenüber der Querschnittsfläche des Haufwerkes vernachlässigbar klein sein. Unter der Annahme, daß weder Massen- noch Trägheitskräfte berücksichtigt werden müssen, zeigt eine Kräftebilanz um den Filterkuchen zwischen der Kuchenoberfläche und der Stelle  $x$ , daß die Kraft  $F_s$ , die an dieser Stelle vom Haufwerk aufgenommen wird, aus dem lokalen Druckverlust der Flüssigkeit ( $\Delta p_c - p_L(x)$ ) und der Querschnittsfläche des Haufwerkes  $A$  berechnet werden kann.

$$F_s(x,t) = A (\Delta p_c(t) - p_L(x,t)) \quad (2-12)$$

Die Kraft  $F_s(x)$  entspricht also den bis zur Stelle  $x$  akkumulierten Druck- und Schleppkräften. Wird diese Kraft auf die Querschnittsfläche des Haufwerkes bezogen, so ergibt sich der fiktive Feststoffgerüstdruck  $p_s$ .

$$p_s(x,t) = \frac{F_s(x,t)}{A} \quad (2-13)$$

Die Druckdifferenz am Kuchen  $\Delta p_c$  ist nur eine Funktion der Zeit, die lokalen Drücke  $p_L$  und  $p_s$  sind abhängig von der Zeit und der Position im Filterkuchen. Aus der Ableitung von Gl. 2-12 bei konstanter Zeit folgt, daß der Feststoffgerüstdruck in Strömungsrichtung um den gleichen Betrag zunimmt wie der hydraulische Druck abnimmt.

$$\left(\frac{\partial p_s}{\partial x}\right)_t + \left(\frac{\partial p_L}{\partial x}\right)_t = 0 \quad (2-14)$$

### 2.3.1.2 Materialgesetze

Eine fundamentale Annahme von Tillers Modell besteht darin, daß die lokalen Werte der Porosität und des Durchströmungswiderstandes allein vom lokalen Feststoffgerüstdruck abhängen sollen.

$$\varepsilon = f(p_s), \quad \alpha = f(p_s) \quad (2-15)$$

Damit werden zusätzliche strukturbeeinflussende Effekte, wie klassierende Sedimentation, Nachrücken von Feinkorn oder zeitabhängiges Kriechen, ausgeschlossen. Die Verformung des Haufwerkes sei voll plastisch, d.h. bei abnehmender Belastung soll die ursprüngliche Kompaktierung erhalten bleiben. Für die Zusammenhänge zwischen Porosität bzw. Durchströmungswiderstand und Feststoffgerüstdruck werden verschiedene empirische Materialgesetze vorgeschlagen, wie z.B.

$$(1 - \varepsilon) = B p_S \beta^* \quad \text{für } p_S > p_{S,\min} \quad (2-16 \text{ a})$$

$$(1 - \varepsilon) = B p_{S,\min} \beta^* \quad \text{für } p_S \leq p_{S,\min} \quad (2-16 \text{ b})$$

und

$$\alpha = a p_S n^* \quad \text{für } p_S > p_{S,\min} \quad (2-17 \text{ a})$$

$$\alpha = a p_{S,\min} n^* \quad \text{für } p_S \leq p_{S,\min} \quad (2-17 \text{ b})$$

oder

$$(1 - \varepsilon) = (1 - \varepsilon_0) \left(1 + \frac{p_S}{p_{S,0}}\right)^\beta \quad (2-18)$$

und

$$\alpha = \alpha_0 \left(1 + \frac{p_S}{p_{S,0}}\right)^n \quad (2-19)$$

Die Summe  $n + \beta$  der Exponenten aus Gleichung (2-18) und (2-19) wird von Tiller und Hsyung [1993] als charakteristische Größe zur Beurteilung des Materialverhaltens herangezogen (vgl. Tabelle 2-1)

Tabelle 2-1: Beurteilung kompressiblen Materialverhaltens

| Kriterium         | Kompressibilitätsklasse |
|-------------------|-------------------------|
| $n + \beta = 0$   | inkompressibel          |
| $n + \beta = 0,5$ | wenig kompressibel      |
| $n + \beta = 1$   | mäßig kompressibel      |
| $n + \beta = 2$   | hoch kompressibel       |
| $n + \beta > 2$   | super kompressibel      |

Zur Bestimmung der Materialgesetze von Porosität und Durchströmungswiderstand werden in der Regel Kompressions-Permeabilitäts-Zellen (kurz: C-P-Zelle, aus dem Englischen: compression-permeability-cell) eingesetzt [He et al. 1997]. In diesem Apparat wird ein Haufwerk in einer festen Filterzelle unter einem beweglichen Kolben gepreßt. Die Porosität wird aus der gemessenen Verschiebung des Kolbens berechnet. Durch ein poröses Medium an der Stirnseite des Kolbens kann Flüssigkeit aus einem Vorlagebehälter unter Druck durch das Haufwerk gepreßt werden. Der Durchströmungswiderstand des Haufwerkes ergibt sich aus dem gemessenem Filtratstrom und der vorgegebenen hydraulischen Druckdifferenz.

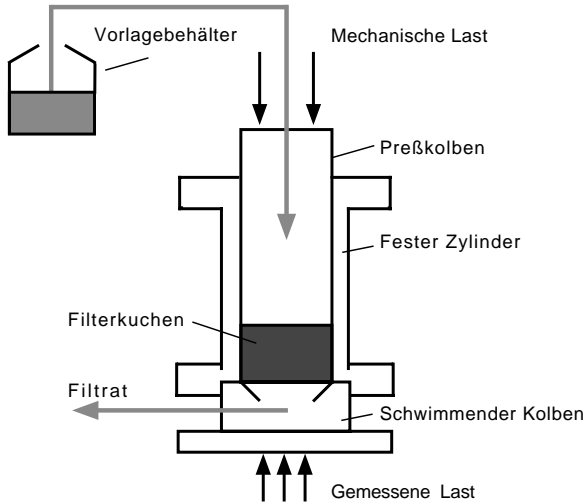


Abbildung 2-9: Schematische Darstellung einer Kompressions-Permeabilitäts-Zelle (nach [He et al. 1997])

Als Voraussetzung gilt, daß die Struktur des Haufwerkes einheitlich und allein vom Preßdruck abhängig sei. Unter der Annahme, daß der Preßdruck in der C-P-Zelle die gleiche Wirkung auf die Haufwerksstruktur hat wie der Feststoffgerüstdruck im Filterkuchen, können dann aus den Meßdaten für Porosität und Durchströmungswiderstand bei verschiedenen Preßdrücken die Parameter der Materialgesetze abgeleitet werden.

### 2.3.1.3 Kontinuitätsgleichung

Während der Kuchen aufwächst, nimmt in jeder Kuchenschicht die Belastung durch die Schleppkräfte zu, der Kuchen wird fortwährend verdichtet. Der Kuchenbildung ist also eine Konsolidierung des Haufwerkes überlagert. Die Partikeln rücken näher zusammen, die Flüssigkeit drainiert durch die benachbarten Schichten in Richtung Filtermedium ab. Unter der Voraussetzung, daß das betrachtete System nur aus zwei Phasen besteht, besagt die Kontinuitätsgleichung, daß sich der Gesamtvolumenstrom aus einem Flüssigkeitsstrom  $q_L$  und einem Feststoffstrom  $q_S$  zusammensetzt. Bei vollständiger Abscheidung am Filtermedium ( $x = 0$ ) kommt dort der Feststoffstrom zum Erliegen, der Gesamtvolumenstrom ist dann mit dem Filtratstrom  $q$  identisch.

$$q_L(x) + q_S(x) = q_{\text{ges}} = q \quad (2-20)$$

Die beiden Stoffströme  $q_L$  und  $q_S$  sind ortsabhängig. Wegen der überlagerten Konsolidierung der einzelnen Schichten wird der Flüssigkeitsstrom in Strömungsrichtung stärker.

### 2.3.1.4 Durchströmungsgesetz

Der Bewegung des Feststoffes im Filterkuchen muß auch bei der Formulierung des Durchströmungsgesetzes Rechnung getragen werden. Shirato et al. [1969] schlagen dazu eine Erweiterung der Darcy-Gleichung für ein Kuchenelement vor, in der die Relativbewegung zwischen Feststoff und Flüssigkeit berücksichtigt wird:

$$\left(\frac{\partial p_L}{\partial x}\right)_t = \alpha \varepsilon (1 - \varepsilon) \eta \rho_S \left(\frac{q_L}{\varepsilon} - \frac{q_S}{(1 - \varepsilon)}\right) \quad (2-21)$$

Die Grundgleichungen für die einzelnen Kuchenschichten werden ergänzt durch Massenbilanzen für das Gesamtsystem und prozeßspezifische Randbedingungen an der Oberfläche des Haufwerkes und an der Grenzfläche zum Filtermedium. Letztendlich ergibt sich ein System gekoppelter Gleichungen, das in dieser Form nur numerisch gelöst werden kann.

### 2.3.2 Vereinfachung des Modells von Tiller

Dieses Gleichungssystem kann nur mit geeigneten Vereinfachungen analytisch gelöst werden. Die gebräuchlichste Vereinfachung besteht darin, den Feststofffluß im Haufwerk zu vernachlässigen [Tiller 1975], [Zogg 1979], [Tiller et al. 1987b], [Wells 1990], [Rushton et al. 1996], [Wakeman und Tarleton 1999]. Damit bleibt aus Kontinuitätsgründen der Flüssigkeitsstrom im gesamten Haufwerk konstant und entspricht dem Filtratstrom. Mit dieser Annahme reduziert sich die Darcy-Shirato Gleichung (2-20) auf die differentielle Form der Darcy-Gleichung.

$$\left(\frac{\partial p_L}{\partial x}\right)_t = \alpha (1 - \varepsilon) \eta \rho_S q_L \quad (2-22)$$

Aus der Integration dieser vereinfachten Gleichung sind für einen vorgegebenen Druckverlust am Kuchen bei bekannten Materialgesetzen die Mittelwerte von Porosität und Widerstand berechenbar, die dann in die Grundgleichung der kuchenbildenden Filtration (2-5) eingesetzt werden können. Damit wird der Bogen von der lokalen zur globalen Betrachtung geschlagen.

Bei der Preßfiltration beruht die Flüssigkeitsströmung allein auf der Verschiebung von Feststoff im Kuchen; in diesem Fall ist es nicht zulässig, den Feststoffstrom unberücksichtigt zu lassen. Eine Modellierung, die Kuchenbildung und Pressung umfassen soll, muß daher auf diese Vereinfachung verzichten.

Shirato und Aragaki [1972] analysieren die Abweichung zwischen exakter und vereinfachter Berechnung des mittleren Filtrationswiderstandes. Bei konstantem Flüssigkeitsstrom im Kuchen kann der mittlere massenbezogene Durchströmungswiderstand  $\bar{\alpha}_R$  nach Ruth [1946] berechnet werden:

$$\frac{1}{\bar{\alpha}_R} = \frac{1}{\Delta p_C} \int_0^{\Delta p} \frac{dp_S}{\alpha(p_S)} \quad (2-23)$$

Im Vergleich dazu ergibt sich bei Berücksichtigung des Feststoffvolumenstromes ein neuer Widerstand  $\overline{\alpha}_{S-T}$ , der um den Faktor  $J_R$  kleiner ist als der Widerstand  $\overline{\alpha}_R$ .

$$\overline{\alpha}_{S-T} = J_R \overline{\alpha}_R \quad (2-24)$$

Der Faktor  $J_R$  variiert mit der Feststoffkonzentration in der Suspension und dem angelegten Druck. Mit Gleichung 2-22 können experimentelle Ergebnisse, wonach der Filtrationswiderstand bei hohen Konzentrationen kleiner ist als für niedrige, erklärt werden.

Shirato et al. [1969] empfehlen die Vernachlässigung des Feststoffstroms nur bei der kuchenbildenden Filtration aus stark verdünnten Suspensionen, in denen der Feststoffanteil weniger als ca. 50% des Feststoffanteiles in der obersten Kuchenschicht beträgt. Ansonsten kann diese Vereinfachung insbesondere bei kurzen Filtrationszeiten zu starken Abweichungen vom tatsächlichen Ergebnis führen.

Das vereinfachte Modell nach Tiller wird oft zu einer groben, orientierenden Prozeßauslegung eingesetzt. Beispielhaft genannt seien die Arbeiten von Zogg [1979], Tarleton und Wakeman [1994] oder von Holdich [1994], der Tabellenkalkulationsprogramme zur vereinfachten Prozeßsimulation vorschlägt.

## 2.4 Weitere Modelle zur Bildung und Konsolidierung kompressibler Haufwerke

Eine Durchströmung kompressibler Packungen tritt in vielen technischen und natürlichen Prozessen auf. Dementsprechend finden sich Modelle zur Beschreibung dieses Grundvorganges in verschiedenen Disziplinen über die mechanische Verfahrenstechnik hinaus, wie z.B. in der Umwelttechnik (Entwässern von Klärschlamm [Sørensen 1992], [La Heij et al. 1996]), der Bodenmechanik (Verdichtung von Böden [Terzaghi und Peck 1961], [Smiles 1985]), oder der Lebensmittelwissenschaft (Auspressen von Früchten [Buttersack und Buchholz 1993], [Rebouillat et al. 1996]).

Die Vielfalt der Themengebiete spiegelt sich in den unterschiedlichen Konzepten zur physikalisch-mathematischen Modellierung wieder. Die Mehrzahl der Modelle geht von der lokalen Betrachtung aus. Alternative Ansätze zeigen sich in neueren Mikrostruktur-Modellen, in denen die Wechselwirkungen zwischen Einzelpartikeln betrachtet werden ([Hwang und Lu 1996], [Hwang und Lu 1997], [Dück et al. 1999], [Zvetanov et al. 1999]).

An dieser Stelle sollen in einem kurzem Überblick nur die wichtigsten Merkmale der Modelle herausgearbeitet werden, wobei der Schwerpunkt bei Modellen mit lokaler Betrachtung liegt.

### 2.4.1 Mathematische Beschreibung

Die prinzipielle Vorgehensweise, das Haufwerk in Schichten einzuteilen, für die Massen- und Kräftebilanzen sowie ein Durchströmungsgesetz aufgestellt werden, ist allen Modellen mit lokaler Betrachtung gemeinsam. Unterschiede bestehen vor allem bei der Formulierung der Materialgesetze und der Bestimmung ihrer Parameter. Auch die mathematische Behandlung der Modellgleichungen wird auf verschiedene Weisen angegangen. Die Lösung der Gleichungssysteme verlangt in der Regel Vereinfachungen, die den Geltungsbereich der Modelle eingrenzen. Dies gilt in besonderem Maß für analytische Lösungen [Sørensen 1992].

Shirato et al. [1986] entwickeln Modellgleichungen für die bekanntesten Varianten von Preßprozessen (eine Übersicht zu diesen Arbeiten findet sich auch bei Leclerc und Rebouillat [1985]). Für die Kuchenbildung gehen sie jedoch von der globalen Betrachtung aus. Atsumi und Akiyama [1975], Smiles [1985] und Vorobjev [1992] verwenden ähnliche Methoden zur Beschreibung der Preßfiltration und übertragen sie auch auf den Vorgang der Kuchenbildung bei dynamischen Randbedingungen, allerdings mit stark einschränkenden Vereinfachungen. Sørensen [1992] und Landman et al. [1995] entwickeln Modelle zur einheitlichen Beschreibung von Kuchenbildung und Pressung, ebenso La Heij et al. [1996], die auch langsame Kriechvorgänge in der Konsolidierung mit einbeziehen. Wakeman [1985] behandelt neben der Kuchenfiltration auch die Eindickung im Schwerefeld. Chase und Willis [1992] sowie Theliander und Fathi-Najafi [1995] beschränken sich auf die Kuchenbildung, ebenso Abboud und Corapcioglu [1993], die zusätzlich die Migration von Partikeln im Kuchen berücksichtigen. In allen genannten Arbeiten werden Ergebnisse der lokalen Betrachtung von Kuchenbildung und anschließender Pressung nur bei konstantem Prozeßdruck diskutiert.

Materialgesetze sollen die nötigen Informationen dazu liefern, wie sich der Feststoffanteil und die Durchströmbarkeit des Haufwerkes während der Druckbeanspruchung verändern. Zur Formulierung dieser Zusammenhänge existieren diverse Vorschläge. Tiller und Yeh [1986] gehen von unabhängigen Funktionen für Porosität und Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit vom Feststoffgerüstdruck aus. Andere Autoren berechnen den Widerstand aus dem Hohlraumvolumenanteil ([Smiles 1985], [Wakeman 1985], [Theliander und Fathi-Najafi 1995]). In der Bodenmechanik und der Preßfiltration ist es üblich, beide Größen in einem Konsolidierungskoeffizienten zu verknüpfen (Atsumi und Akiyama [1975], [Shirato et al. 1986]). Landman et al. [1995] bringen rheologische Eigenschaften ein.



### 2.4.2 Erfassung des Materialverhaltens

Für die Umsetzung der Modelle in die Praxis ist entscheidend, wie die Parameter der Materialgesetze bestimmt werden sollen. Dazu gibt es zwei grundsätzlich verschiedene Konzepte.

Nach der Ansicht von Ruth [1946] ist die vom eigentlichen Filtrationsversuch unabhängige Bestimmung der Materialparameter in einer C-P-Zelle die ideale Methode, weil in einer Versuchsreihe alle erforderlichen Daten auf einfache und zuverlässige Weise bestimmt werden können. In den Folgejahren hat sich die C-P-Zelle als Standardapparat in den Labors der industriellen und wissenschaftlichen Fest-Flüssig-Trennung durchgesetzt ([Tiller und Leu 1980], [Bender und Redeker 1981], [He et al. 1997]). Hinzu kommen ähnliche Apparate, die sich in der Rheologie bewährt haben ([Rebouillat et al. 1996], [Friedmann und Windhab 1998]). Die Mehrzahl der Modelle beruht auf dem Konzept der unabhängigen Materialgesetze ([Atsumi und Akiyama 1975], [Smiles 1985], [Shirato et al. 1986], [Tiller et al. 1987a], [Sørensen 1992], [Abboud und Corapcioglu 1993], [Vorobjev et al. 1993], [Landmann et al. 1995], [La Heij et al. 1996]). Dieses Konzept verspricht, daß die Materialparameter nur einmal bestimmt werden müssen und dann auf unterschiedliche Fest-Flüssig-Trennprozesse übertragen werden können. Die Prozeßauslegung wird dadurch einfach und effizient.

Die Übertragbarkeit von Kompressions-Permeabilitäts-Daten auf Filtrationsprozesse ist nicht unumstritten [He et al. 1997]. Tiller und Lu [1972] führen folgende Schwierigkeiten auf: Fehler bei der Probenpräparation und Wandreibung in der Zelle verursachen Inhomogenitäten der Kuchenstruktur; das Preßgleichgewicht wird häufig erst nach sehr langen Zeiten annähernd erreicht, weitere zeitabhängige Veränderungen der Kuchenstruktur können nicht immer ausgeschlossen werden. Fehler, die durch Wandreibung entstehen, können bei geeigneter Gestaltung der C-P-Zelle minimiert werden. Falls Abweichungen vom Idealfall der reibungsfreien Zelle berücksichtigt werden sollen, kann auf die Korrekturfunktionen von Tiller [1972] oder Riemenschneider et al. [1997] zurückgegriffen werden.

Kritiker der C-P-Methode wie Willis et al. [1983] und Wakeman [1978], [1985] bezweifeln, daß ein Filterkuchen sich genauso verhält wie ein Preßling in der C-P-Zelle. Sie favorisieren die Alternative, Informationen zur Kuchenstruktur unmittelbar aus dem Filtrationsversuch zu gewinnen.

Wakeman [1985] führt einen Kompressibilitätskoeffizienten ein, der aus den lokalen Werten von Porosität und Widerstand ermittelt wird. Dazu muß während der gesamten Dauer eines Filtrationsversuches der Verlauf der Porosität im Filterkuchen erfaßt werden. Der Widerstand soll mit dem Happel-Zellen-Modell aus der Porosität berechnet werden. Theliander und Fathi-Najafi [1995] vereinfachen das Modell von Wakeman für mäßig kompressible Kuchen und konstante Filtrationsdruckdifferenzen. Sie gehen von einem festen parabolischen Zusammenhang zwischen Filtratvolumen und Zeit aus und verwenden ein Materialgesetz für die

Porosität in Abhängigkeit vom Feststoffgerüstdruck, dessen Parameter aus dem experimentell bestimmten Verlauf des hydraulischen Druckes im Filterkuchen berechnet werden. Willis [1983] leitet lokale Massen- und Kräftebilanzen aus der Multiphasen-Theorie für gemittelte Volumina ab. Unter der Annahme, daß die mittlere Porosität des Filterkuchens konstant bleibt und damit Kuchenhöhe und Filtratvolumen in einem festen Zusammenhang stehen, ergibt sich der Filtratfluß bei vorgegebenen Prozeßparametern aus der lokalen Permeabilität und dem lokalen Druckgradienten am Filtermedium. Zur Berechnung dieser Größen werden die experimentell bestimmten Verläufe von Porosität und hydraulischen Druck im Filterkuchen benötigt. Mit den gleichen Messungen können nach einem alternativen Modell von Chase und Willis [1992] Materialfunktionen für die lokale Permeabilität und den lokalen Feststoffgerüstdruck in Abhängigkeit von der lokalen Porosität bestimmt werden.

Den Modellen von Wakeman, Theliander und Fathi-Najafi, Willis und Chase ist gemeinsam, daß sie alle direkt auf Filtrationsdaten zurückgreifen. Zur Messung der lokalen Porositäten oder des lokalen hydraulischen Druckes sind aufwendige Meßsonden erforderlich. Die Signalauswertung ist bei inhomogenen Kuchen problematisch. Die räumliche Auflösung der Messungen liegt in der Regel im Bereich einiger Millimeter. Die Verhältnisse in der verdichteten Grundsicht am Filtermedium können so nicht erfaßt werden. Die Untersuchungen bleiben damit auf dicke Filterkuchen und sehr lange Filtrationszeiten beschränkt. Einflüsse durch Sedimentation und Nachrücken von Feinkorn können dann nicht sicher ausgeschlossen werden. Darüber hinaus besteht die Gefahr, daß die empfindliche Kuchenstruktur durch die Sonden gestört wird.

Der schwerwiegendste Nachteil dieser Modelle besteht darin, daß mit ihnen lediglich bereits durchgeführte Experimente nachvollzogen werden können. Die Voreberechnung des Filtrationsergebnisses bei veränderten Prozeßbedingungen ist nicht möglich. Daher sind sie für die Prozeßauslegung wenig geeignet.

## 2.5 Schlußfolgerungen

Kompressibles Materialverhalten von Filterkuchen kann vielfältige Ursachen haben. Nicht nur deformierbare Partikeln bauen kompressible Haufwerke auf, auch Haufwerke aus starren Partikeln können unter Druckbelastung kompaktiert werden, wenn sich Partikeln umlagern oder zerbrechen.

Werden kompressible Packungen durchströmt, so kommt es zur typischen Grundschichtbildung: Die Schicht am Filtermedium ist stark verdichtet, während der Rest des Haufwerkes eine lockere Packung bleibt.

Daraus resultieren verschiedene Probleme für die Fest-Flüssig-Trennung: Die Grundschicht behindert wie ein Flaschenhals das Abströmen des Filtrates und verursacht damit lange Filtrationszeiten. Das Trennergebnis ist oft nicht zufriedenstellend, weil der hoch poröse Kuchenteil nach der Kuchenbildung noch viel Flüssigkeit enthält. Schrumpfrisse verhindern häufig eine weitergehende Entfeuchtung durch Gasdifferenzdruck. Die inhomogene Struktur der Filterkuchen erschwert nachfolgende Verfahrensschritte wie Transport oder Trocknung. Da sich das kompressible Materialverhalten schon bei geringen Schwankungen spürbar verändern kann, ist bei der Prozeßführung besondere Sorgfalt geboten.

Zur Beschreibung von Filterkuchen bieten sich zwei verschiedene Ansätze an: Bei der globalen Betrachtung wird der ganze Kuchen als Einheit aufgefaßt, der mittlere Werte für Porosität und Durchströmungswiderstand zugeordnet werden. Bei der lokalen Betrachtung hingegen wird das Haufwerk gedanklich in dünne, quasi homogene Schichten parallel zum Filtermedium unterteilt. Für inkompressible Filterkuchen ist die globale Betrachtung angemessen. Für kompressible Filterkuchen ist jedoch die lokale Betrachtung besser geeignet, weil damit auch die Grundschichtverdichtung erfaßt werden kann.

Das wichtigste mathematisch-physikalische Modell zur lokalen Beschreibung der Bildung und Konsolidierung kompressibler Haufwerke stammt von Tiller. Die Hauptgleichungen sind allgemeine Massen- und Kräftebilanzen mit einem speziellen Durchströmungsgesetz. Hinzu kommen Materialgesetze, die den Einfluß des Druckes auf die Haufwerksstruktur erfassen. Damit ist die Grundlage für die Beschreibung der elementaren Trennprozesse Filtration, Sedimentation und Pressung gelegt.

Das Gleichungssystem, das sich aus dem allgemeinen Modell von Tiller ergibt, läßt sich nicht geschlossen analytisch lösen. Daher soll im folgenden Kapitel ein Computerprogramm zur numerischen Lösung des Problems vorgestellt werden. Auf dieser Basis wird dann eine Prozeßsimulation als ein Werkzeug zur einfachen und sicheren Auslegung von Fest-Flüssig-Trennprozessen mit kompressiblen Haufwerken bei minimiertem experimentellen Aufwand entwickelt.

### **3 Simulation von Fest-Flüssig-Trennprozessen mit kompressiblen Haufwerken**

Die Prozeßsimulation ist ein wirkungsvolles Instrument zur Verfahrensauslegung, weil sie die Möglichkeit gibt, bei minimiertem experimentellen Aufwand ausgewählte Verfahren bei verschiedenen Betriebszuständen zu analysieren. Damit kann abgeschätzt werden, wie ein bestehendes Verfahren optimiert werden kann, wo die verfahrenstechnischen Grenzen liegen, und wo innovative Verfahrenskonzepte ansetzen sollten.

Zugleich bietet die Prozeßsimulation die Möglichkeit, Strukturänderungen im Innern eines Haufwerkes abzubilden, die einer direkten Messung nicht zugänglich sind. Dadurch wird das Verständnis der komplexen Vorgänge bei der Bildung und Konsolidierung kompressibler Haufwerke wesentlich erleichtert.

In diesem Kapitel wird zunächst das allgemeine Modell zur Beschreibung von Fest-Flüssig-Trennprozessen vorgestellt, das der Simulation zugrunde liegt. Anschließend wird die Umsetzung dieses Modells in ein Computerprogramm zur numerischen Berechnung der lokalen Strukturdaten und der globalen Verfahrensergebnisse erläutert. Danach wird dargelegt, wie das Simulationsprogramm an verschiedene Prozeßbedingungen angepaßt werden kann. Abschließend werden beispielhafte Simulationsergebnisse zur Kuchenbildung und Konsolidierung vorgestellt.

In Kapitel 7 wird die Simulation als Werkzeug zur Analyse und Konzeption von Prozeßstrategien eingesetzt.

#### **3.1 Modellbildung**

Kompressible Filterkuchen oder Sedimente sind inhomogene Haufwerke, deren Struktur sich während des Fest-Flüssig-Trennprozesses verändert. In Anlehnung an Tiller et al. [1987b] wird das betrachtete Haufwerk in differentielle Schichten unterteilt, die mit fortschreitender Zeit kompaktiert werden. Zur mathematischen Beschreibung des Trennprozesses werden Stoffbilanzen und Kräftebilanzen für Feststoff und Flüssigkeit in den einzelnen Schichten aufgestellt und Materialgesetze, die den Einfluß des Feststoffgerüstdruckes auf die Struktur kompressibler Haufwerke erfassen, herangezogen. Zur Charakterisierung der Haufwerksstruktur werden die in der Verfahrenstechnik gebräuchlichen Kenngrößen Porosität und Durchströmungswiderstand eingesetzt.

Im Vergleich zu anderen Modellen (vgl. Kapitel 2.3) wird auf verschiedene einschränkende Vereinfachungen verzichtet. Deshalb können mit dem vorgestellten Modell unterschiedliche Trennprozesse wie Filtration, Sedimentation und Pressung

auf die gleiche Weise beschrieben werden. Dieses Modell ist nicht nur dazu geeignet, bekannte Prozesse nachzuvollziehen, vielmehr können bei Kenntnis der Materialgesetze die charakteristischen Prozeßdaten auch im voraus berechnet werden.

### 3.1.1 Fest-Flüssig-Trennprozesse

Das Fest-Flüssig-System wird je nach Prozeßtyp in unterschiedliche Bereiche untergliedert, die räumlich voneinander abgegrenzt sind und bei der Modellierung getrennt betrachtet werden. Filterkuchen oder Sedimente sind hier als Haufwerke definiert, in denen über den Feststoff Kräfte übertragen werden können. Im Gegensatz dazu liegen in der Suspension dispergierte Partikel vor, so daß sich kein Gerüstdruck ausbilden kann. Der partikelfreie Überstand bei der Sedimentation wird im folgenden als Klarflüssigkeit bezeichnet. Die Flüssigkeit, die das Filtermedium durchströmt, ist das Filtrat, das ebenfalls als partikelfrei angesehen wird.

Im folgenden werden die grundlegenden Prozesse beschrieben und in Abbildung 3-1 bis Abbildung 3-4 bis schematisch dargestellt.

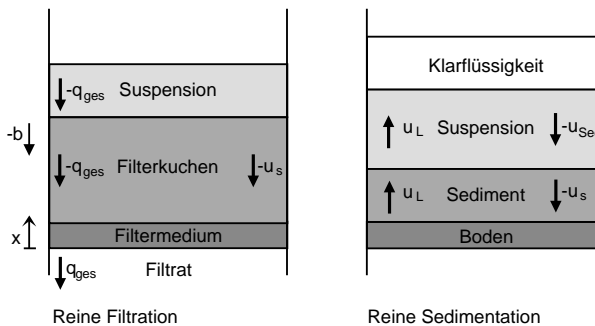


Abbildung 3-1: Schematische Darstellung der kuchenbildenden Filtration und der Sedimentation

Bei der kuchenbildenden Filtration wächst auf dem Filtermedium ein Filterkuchen auf. Der Suspensionsspiegel sinkt mit der Geschwindigkeit ab, die dem Filtratfluß  $q_{ges}$  entspricht (Abbildung 3-1, links). Die Kuchenbildung ist zu Ende, wenn der Suspensionsspiegel mit der Kuchenoberfläche zusammenfällt.

Bei der Sedimentation lagert sich der Feststoff unter der Wirkung von Massenkräften auf dem Boden ab, die Flüssigkeit weicht nach oben aus. Bei hinreichend hohen Konzentrationen behindern sich die Partikel gegenseitig so sehr, daß kein Klassieren auftritt (Zonensedimentation, [Bickert 1997]). Der Trennspegel, der in diesem Fall die Grenze zwischen partikelfreier Klarflüssigkeit und Suspension bzw. Sediment markiert, wandert mit der Geschwindigkeit  $u_{sed}$  zum Boden hin, während die Sedimentoberfläche in Gegenrichtung voranschreitet (Abbildung 3-1, rechts).

Die Position der Klarflüssigkeitsoberfläche bleibt unverändert. Wenn der Trennspegel auf die Sedimentoberfläche trifft, ist die Sedimentbildung abgeschlossen.

Bei beiden Vorgängen werden die Haufwerke fortwährend kompaktiert, daraus resultiert eine Verschiebung des Feststoffes mit der Geschwindigkeit  $u_s$  zum Filtermedium bzw. Boden hin. Bei der Filtration ist diese Kompaktierung auf Durchströmungskräfte zurückzuführen, bei der Sedimentation auf Massenkräfte im Feststoffgerüst.

Die Orientierungen der einzelnen Geschwindigkeiten sind in Abbildung 3-2 definiert. Der Koordinatenursprung liegt am Filtermedium bzw. am Boden. Die positive Ortskoordinatenachse zeigt nach oben.

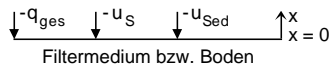


Abbildung 3-2: Orientierung einzelner Größen zur Beschreibung von Fest-Flüssig-Trennprozessen

Ist der Filtration eine Sedimentation überlagert (Abbildung 3-3, links), so wird die Feststoffablagerung beschleunigt. Die Flüssigkeit bleibt zurück und es tritt ein Trennspegel auf. Da das Filtermedium für die Flüssigkeit durchlässig ist, sinkt die Oberfläche der Klarflüssigkeit in dem Maße ab, wie es dem Filtratfluß entspricht. Wenn die Kuchenbildung abgeschlossen ist, durchströmt die verbleibende Klarflüssigkeit das Haufwerk (Abbildung 3-3, rechts).

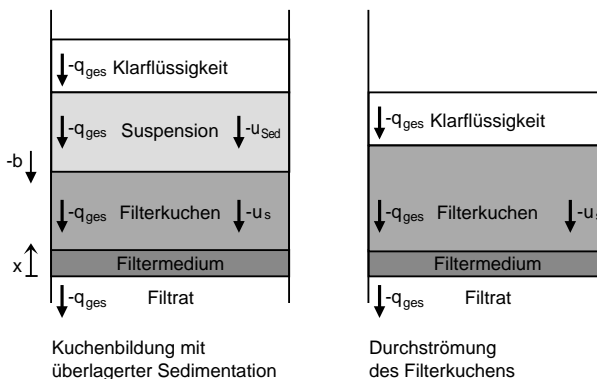


Abbildung 3-3: Schematische Darstellung der Filtration mit überlagelter Sedimentation

Auch nach dem Ende der Haufwerksbildung durch Filtration oder Sedimentation wird die Konsolidierung fortgesetzt, sofern weiterhin ein Preßdruck am Haufwerk anliegt (Abbildung 3-4). Die Haufwerkshöhe wird solange abnehmen, bis die maximale Kompaktierung im Gleichgewicht erreicht ist.

Dieser Preßdruck kann auf verschiedene Weise zustande kommen: Im Haufwerk können Massenkräfte angreifen, oder von außen kann ein Preßdruck über einen Stempel oder eine Membran übertragen werden. Auch ein Gasdifferenzdruck, der an der Haufwerksoberfläche anliegt und kleiner als der kapillare Eintrittsdruck der Haufwerksporen ist, kann eine weitere Konsolidierung bewirken.

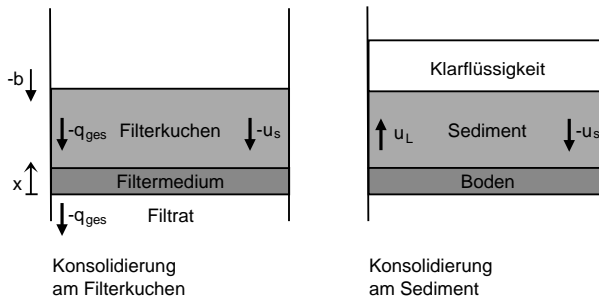


Abbildung 3-4: Schematische Darstellung der Konsolidierung

### 3.1.2 Mathematische Beschreibung

In diesem Abschnitt werden alle Gleichungen, die zur mathematischen Beschreibung der Grundvorgänge bei Fest-Flüssig-Trennprozessen notwendig sind, aufgestellt.

#### 3.1.2.1 Grundlegende Annahmen

Die mathematische Beschreibung geht von folgenden Annahmen aus:

- Das System besteht aus zwei inerten Phasen, Feststoff und Flüssigkeit, zwischen denen kein Stoffaustausch und keine chemische Reaktion stattfindet. In jeder Phase ist die Massendichte druckunabhängig.
- Das Haufwerk kann in Schichten homogener Struktur parallel zur ebenen Filterfläche unterteilt werden. Die Durchströmung ist eindimensional.
- Trägheitskräfte sind vernachlässigbar [Willis et al. 1983], Feldkräfte sind konstant.

- Porosität und Durchströmungswiderstand hängen ausschließlich vom Feststoffgerüstdruck ab [Tiller und Yeh 1986]. Die Verformung des Haufwerkes ist vollkommen plastisch, eine Rückdehnung wird also nicht berücksichtigt.
- Klassierungseffekte treten nicht auf, die Partikelgrößenverteilung der Schichten bleibt unverändert; d.h. in der Suspension tritt nur Zonensedimentation auf und ein Nachrücken von Feinkorn im Kuchen ist ausgeschlossen (kein Tiefenfiltereffekt). Der Feststoff wird am Filtermedium vollständig abgeschieden, d.h. das Filtrat ist partikelfrei.
- Die Prozeßtemperatur ist konstant. Der Filtrationsdruck wird als Funktion einer prozeßabhängigen Regelgröße vorgegeben (s. Kapitel 3.2.2).

### 3.1.2.2 Zielgrößen

Zeitabhängige Zielgrößen sind das Filtratvolumen, die Kuchenmasse, die Kuchenhöhe, die mittlere Porosität und der mittlere spezifische Durchströmungswiderstand. Diese Größen sind maßgeblich für das Verfahrensergebnis und werden daher zur Beurteilung von Fest-Flüssig-Trennprozessen herangezogen. Die weiteren Zielgrößen zur Beschreibung des Filterkuchens bzw. des Sedimentes hängen sowohl von der Zeit als auch vom Ort ab: Feststoffgerüstdruck, Flüssigkeitsdruck, lokale Porosität, lokaler Durchströmungswiderstand sowie lokale Strömungsgeschwindigkeiten von Flüssigkeit und Feststoff.

### 3.1.2.3 Hauptgleichungssystem

Im folgenden werden für differentielle Schichten im Haufwerk Massen- und Kräftebilanzen aufgestellt, hinzu kommen Materialgesetze und ein Durchströmungsgesetz. Daraus ergibt sich ein System partieller Differentialgleichungen, das numerisch gelöst werden muß.

Um den Vergleich verschiedener Prozesse zu vereinfachen, wird mit flächenbezogenen Größen gerechnet (flächenspezifisches Volumen  $v$ , flächenspezifischer Volumenstrom  $q$ ).

Am Ausgangspunkt der Herleitung stehen Kräftebilanzen. In Abbildung 3-5 sind die Kräfte eingetragen, die unter den zuvor genannten Annahmen an einer differentiellen Schicht  $dx$  im Haufwerk angreifen.

Im Feststoffgerüst wird die Kraft  $F_s$  übertragen. Diese Kraft bezogen auf die gesamte Querschnittsfläche  $A$  ergibt den gemittelten Feststoffgerüstdruck  $p_s$  nach Tiller [1985] (Vgl. Gleichung (2-13)) Die Kraft  $F_{Ls}$  stellt die zwischen Flüssigkeit und Feststoff wirkende Kraft dar. Die Beschleunigung  $b$  wird durch die Erdanziehung oder ein Zentrifugalfeld hervorgerufen und ist entgegen der Ortskoordinate  $x$  definiert.



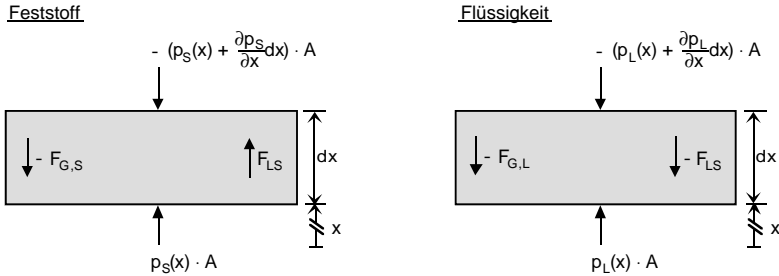


Abbildung 3-5 Kräfte an einer differentiellen Schicht im Haufwerk

Für die Gewichtskraft  $F_{G,S}$ , die auf den Feststoff in der Schicht  $dx$  wirkt, gilt:

$$F_{G,S} = (1 - \varepsilon) \rho_S b A dx \quad (3-1)$$

Damit lautet die Kräftebilanz für den Feststoff in der Schicht  $dx$ :

$$A \left( p_S(x) + \frac{\partial p_S}{\partial x} dx \right) + (1 - \varepsilon) \rho_S b A dx + F_{L,S} = A p_S(x) \quad (3-2)$$

Die Gewichtskraft auf die Flüssigkeit  $F_{G,L}$  wird wie folgt berechnet:

$$F_{G,L} = \varepsilon \rho_L b A dx \quad (3-3)$$

Die Kräftebilanz für die Flüssigkeit in der Schicht  $dx$  lautet dann:

$$A \left( p_L(x) + \frac{\partial p_L}{\partial x} dx \right) + \varepsilon \rho_L b A dx = F_{L,S} + A p_L(x) \quad (3-4)$$

Aus der Summe der beiden Kräftebilanzen in den Gleichungen (3-2) und (3-4) ergibt sich für den Gradienten des Feststoffgerüstdruckes:

$$-\frac{\partial p_S}{\partial x} = \frac{\partial p_L}{\partial x} + ((1 - \varepsilon) \rho_S + \varepsilon \rho_L) b \quad (3-5)$$

Der Gradient des Flüssigkeitsdruckes wird aus einem Durchströmungsgesetz berechnet. Dazu wird die Darcy-Shirato Gleichung (2-21) um einen Term  $\rho_L \cdot b$  ergänzt, der den hydrostatischen Druckgradienten erfasst:

$$\frac{\partial p_L}{\partial x} = \alpha \varepsilon (1 - \varepsilon) \eta \rho_S \left( \frac{q_L}{\varepsilon} - \frac{q_S}{(1 - \varepsilon)} \right) - \rho_L b \quad (3-6)$$

Mit der Kontinuitätsgleichung (2-20) und den Definitionen der mittleren Geschwindigkeiten von Feststoff  $u_S$  und Flüssigkeit  $u_L$

$$u_S = \frac{q_S}{1 - \varepsilon} \quad (3-7)$$

$$u_L = \frac{q_L}{\varepsilon} \quad (3-8)$$

ergibt sich für den Gradienten des Feststoffgerüstdruckes in Ortskoordinaten:

$$-\frac{\partial p_S}{\partial x} = \alpha (1 - \varepsilon) \eta \rho_S (q_{ges} - u_S) + (1 - \varepsilon) (\rho_S - \rho_L) b \quad (3-9)$$

Zur numerischen Berechnung der Haufwerksstruktur sind Massenkoordinaten vorteilhaft [Sørensen 1992]. Über die Feststoffmassenbilanz sind Ortskoordinaten und Massenkoordinaten miteinander verknüpft:

$$w_S = \int_0^x \rho_S (1 - \varepsilon) dx \quad \text{bzw.} \quad dw_S = \rho_S (1 - \varepsilon) dx \quad (3-10)$$

Damit kann Gleichung (3-9) in Massenkoordinaten formuliert werden:

$$-\frac{\partial p_S}{\partial w_S} = \alpha \eta (q_{ges} - u_S) + \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_S}\right) b \quad (3-11)$$

Die lokale Feststoffgeschwindigkeit  $u_s$  ergibt sich aus einer Differentiation der Massenbilanz (3-10):

$$u_S(w_S, t) = -\left(\frac{\partial x}{\partial t}\right)_{w_S} = -\frac{\partial}{\partial t} \int_0^{w_S} \frac{1}{\rho_S (1 - \varepsilon)} dw_S \quad (3-12)$$

Die Berechnung der lokalen Haufwerksstruktur mit Hilfe der Gleichungen (3-11) und (3-12) wird möglich, wenn die Strukturgrößen Porosität  $\varepsilon$  und Durchströmungswiderstand  $\alpha$  mit Materialgesetzen beschrieben werden, die allein vom Feststoffgerüstdruck abhängen. In Tabelle 3-1 sind physikalisch sinnvolle Vorgaben für solche Materialgesetze zusammengestellt. Funktionen, die diesen Bedingungen genügen, sind beispielsweise in den Gleichungen (2-16) bis (2-19) definiert.

Tabelle 3-1: Vorgaben für Materialgesetze

| Materialgesetz     | Tendenz<br>bei steigendem $p_s$ | Grenzwert<br>für $p_s \rightarrow 0$ | Grenzwert<br>für $p_s \rightarrow$ |
|--------------------|---------------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|
| $\varepsilon(p_s)$ | monoton fallend                 | $\varepsilon = \varepsilon_0 < 1$    | $\varepsilon = \varepsilon > 0$    |
| $\alpha(p_s)$      | monoton steigend                | $\alpha = \alpha_0 > 0$              | $\alpha = \alpha \rightarrow$      |

### 3.1.2.4 Randbedingungen

Im folgenden werden die grundlegenden Beziehungen zur Berechnung der Haufwerksstruktur durch Massenbilanzen und Randbedingungen für die einzelnen Bereiche des Fest-Flüssig-Systems ergänzt.

#### Am Filtermedium

Das Filtratvolumen nimmt über die gesamte Zeit hinweg in dem Maße zu, wie Flüssigkeit das Haufwerk am Filtermedium verläßt. Die Kontinuitätsgleichung lautet:

$$\frac{dv}{dt} = q_{\text{ges}} \quad (3-13)$$

Wenn der Filtermediumwiderstand  $R_M$  bekannt ist, kann der Druckverlust am Filtermedium  $\Delta p_M$  in Abhängigkeit vom Filtratstrom bestimmt werden:

$$\Delta p_M = \eta R_M q_{L,x=0} = \eta R_M q_{\text{ges}} \quad (3-14)$$

Der Wert von  $\Delta p_M$  geht in eine Kräftebilanz ein, die den Randwert des Feststoffgerüstdruckes am Filtermedium festlegt. Das Feststoffgerüst am Filtermedium nimmt den Druckverlust der Flüssigkeit von der Oberfläche bis zum Filtermedium  $\Delta p - \Delta p_M$  auf und trägt das Gewicht von Feststoff und Flüssigkeit auf der Anströmseite des Filterkuchens, das sich mit der Gesamtmasse der Suspension zu Beginn des Prozesses  $w_{\text{ges},t=0}$  abzüglich der aktuellen Filtratmasse  $\rho_L \cdot v$  ermitteln läßt:

$$p_S(t, w_S = 0) = \Delta p - \Delta p_M + b (w_{\text{ges},t=0} - \rho_L v) \quad (3-15)$$

Die Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p$  wird durch die Prozeßführung vorgegeben. Im hier beschriebenen Modell sollen nicht nur konstante, sondern auch während des Filtrationsverlaufes ansteigende Druckdifferenzen  $\Delta p_{\text{min}} < \Delta p(t) < \Delta p_{\text{max}}$  zugelassen werden (vgl. Kapitel 3.2.2).

#### An der Haufwerksoberfläche

Während der Kuchenbildung bzw. der Sedimentation wird fortdauernd neuer Feststoff auf der Haufwerksoberfläche angelagert, die Grenzfläche zwischen Haufwerk und Suspension wird dadurch ständig verschoben. Aus der Feststoffmassenbilanz um das Haufwerk (vgl. Abbildung 3-6) ergibt sich für die zeitliche Änderung der Feststoffmasse im Haufwerk:

$$\frac{dw_{S,C}}{dt} = c_{\text{Susp}} \rho_S \left( q_{\text{ges}} + u_{\text{Sed}} + \frac{dh_c}{dt} \right) \quad (3-16)$$

Während Durchströmung und Konsolidierung bleibt die Feststoffmasse hingegen unverändert.

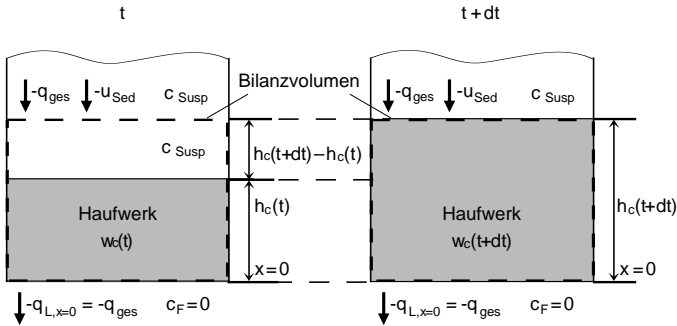


Abbildung 3-6: Schematische Darstellung eines Haufwerkes zu den Zeiten  $t$  und  $t + dt$  während seiner Entstehung

Bei den Randbedingungen an der Haufwerksoberfläche muß die Konsolidierungsphase separat betrachtet werden. Bevor die Konsolidierung einsetzt, ist die Haufwerksoberfläche unbelastet:

$$p_S(t, w_S = w_{S,C}) = 0 \quad (3-17)$$

Während der Konsolidierung ist der Feststoffgerüstdruck an der Haufwerksoberfläche von null verschieden. In dieser Phase gilt die Randbedingung, daß sich keine Flüssigkeit mehr über dem Haufwerk befindet, d.h. Haufwerksvolumen und Filtratvolumen summieren sich zum Gesamtvolumen des Fest-Flüssig-Systems, dem anfänglichen Suspensionsvolumen, auf. Werden die Volumina auf die Filterfläche bezogen, ergibt sich folgende Bedingung:

$$v(t) + h_C(t) = h_{ges}(t=0) \quad (3-18)$$

### Über dem Haufwerk

Zur Beschreibung der Flüssigkeit über dem Haufwerk wird wieder auf Ortskoordinaten zurückgegriffen. Dabei nimmt die Konzentration des Feststoffes in der Suspension den Wert  $c = c_{Susp}$  und in der Klarflüssigkeit den Wert  $c = 0$  an. Aus einer Kräftebilanz um ein Flüssigkeitselement ergibt sich für den Druckgradienten in der Flüssigkeit:

$$\frac{\partial p_L}{\partial x} = -(c \rho_S + (1 - c) \rho_L) b \quad (3-19)$$

Im Fall der Sedimentation muß die Sedimentationsgeschwindigkeit in der Suspension berücksichtigt werden. Sie kann in separaten Sedimentationsversuchen bestimmt werden oder mit Hilfe des spezifischen Kuchenwiderstandes und der Porosität beim Feststoffgerüstdruck null unter Verwendung der Gleichung von Richardson und Zaki [Bickert 1997] grob abgeschätzt werden.

$$u_{\text{Sed}}(c_{\text{Susp}}) = \frac{(1 - \rho_L/\rho_S) C g}{\eta \alpha (p_S = 0)} \left( \frac{1 - c_{\text{Susp}}}{\varepsilon (p_S = 0)} \right)^{4,65} \quad (3-20)$$

Damit sind alle Gleichungen, die zur Beschreibung der grundlegenden Vorgänge bei der Fest-Flüssig-Trennung mit kompressiblen Haufwerken notwendig sind, gegeben. Wenn die konkrete Realisierung in einem technischen Verfahren betrachtet werden soll, müssen weitere, prozeßspezifische Bedingungen berücksichtigt werden. Darauf wird in den Abschnitten 3.2.2.1 bis 3.2.2.3 näher eingegangen.

## 3.2 Prozeßsimulation

Die Prozeßsimulation soll es ermöglichen, verschiedene Prozeßvarianten zur Fest-Flüssig-Trennung mit kompressiblen Haufwerken ohne großen experimentellen Aufwand zu testen. Lediglich zur Charakterisierung der Fest-Flüssig-Systeme sind Laborexperimente unerlässlich. Wenn die Stoffeigenschaften bekannt sind, können verschiedene Prozeßbedingungen vorgegeben werden, für die dann das verfahrenstechnische Ergebnis mit Hilfe der Simulation berechnet wird. Auf diese Weise können Betriebsdiagramme erstellt und günstige Prozeßführungen ermittelt werden. Die vorgestellte Prozeßsimulation ist also ein Werkzeug für die gezielte Auswahl und den optimierten Betrieb von Apparaten zur Fest-Flüssig-Trennung.

### 3.2.1 Algorithmus

Das Modellgleichungssystem aus Kapitel 3.1.2 ist nicht auf analytische Weise lösbar. Daher wird im folgenden ein Algorithmus zur numerischen Lösung der Gleichungen vorgestellt.

#### 3.2.1.1 Eingabedaten

Zur Charakterisierung des Trennprozesses müssen folgende Größen bekannt sein:

- die Viskosität  $\eta$  und Dichte  $\rho_L$  der Flüssigkeit sowie die Dichte  $\rho_S$  des Feststoffes
- die Feststoffkonzentration in der Suspension  $c_{\text{Susp}}$
- die Sedimentationsgeschwindigkeit  $u_{\text{Sed}}$  des Feststoffes
- die Parameter der ausgewählten Materialgesetze  $\varepsilon(p_S)$  und  $\alpha(p_S)$
- der Filtermediumwiderstand  $R_M$
- die Parameter der Funktion zur Drucksteigerung  $\Delta p(t)$
- die Schleuderziffer  $C$ .

Die Stoffgrößen  $\eta$ ,  $\rho_L$ ,  $\rho_S$  können hier als Konstanten aufgefaßt werden. Die Feststoffkonzentration  $c_{\text{Susp}}$  ist ein Ergebnis des vorangehenden Prozeßschrittes. Die Sedimentationsgeschwindigkeit  $u_{\text{Sed}}$ , die Parameter der ausgewählten Material-

gesetze  $\varepsilon(p_s)$  und  $\alpha(p_s)$  und der Filtermediumwiderstand  $R_M$  müssen zur Auslegung realer Prozesse experimentell bestimmt werden. Methoden dazu werden in Kapitel 4 beschrieben. Die Schleuderziffer  $C$  und die Drucksteigerungsfunktion  $\Delta p(t)$  charakterisieren die Prozeßbedingungen (vgl. auch Abschnitt 3.2.2.1).

### 3.2.1.2 Iteration

Zur Berechnung wird der Vorgang in Zeitintervalle  $\Delta t$  (Index "i") eingeteilt. Das Haufwerk wird in Schichten gleicher Feststoffmasse  $\Delta w$  (Index "j") unterteilt. Die Differentialgleichungen aus Kapitel 3.1.2.3 werden intervallweise linearisiert. Die Länge der Zeitintervalle soll der Zeitskala des Prozesses angemessen sein: Lange Intervalle bei kleinen Geschwindigkeiten gegenüber kurzen Intervallen bei schnellen Vorgängen. Zu Beginn der Filtration sollen die betrachteten Haufwerkschichten sehr dünn sein. Zur Begrenzung des Rechenaufwandes bei anwachsendem Haufwerk werden bei einem festgelegten Schwellenwert der Schichtzahl jeweils zwei Schichten zu einer zusammengefaßt. Durch die flexiblen Intervalllängen ergibt sich eine hohe Rechengenauigkeit bei vertretbarem Aufwand.

Innerhalb einer Schicht seien die lokalen Größen konstant. Die ortsabhängigen Größen werden jeweils mit dem Feststoffgerüstdruck an der darunterliegenden Schichtfläche berechnet. Abbildung 3-7 zeigt die Benennung der ortsabhängigen Größen zum Zeitpunkt  $t_i$ .

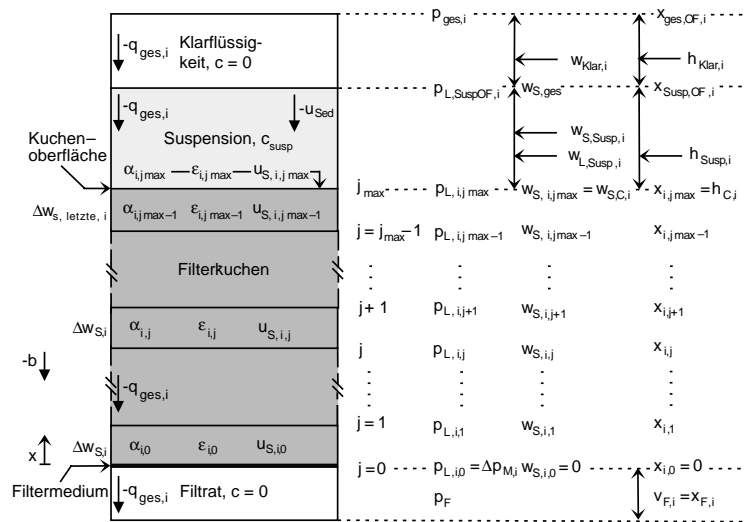


Abbildung 3-7: Schematische Darstellung des Fest-Flüssig-Systems mit Einführung der Bezeichnungen

Die Eingabedaten aus Kapitel 3.2.1.1 genügen zur Bestimmung der Anfangswerte für das erste Zeitintervall. Weil zu diesem Zeitpunkt noch kein Feststoff abgelagert ist, ergibt sich der Filtratvolumenstrom allein aus dem Druckverlust am Filtermedium.

$$q_{\text{ges},0} = \frac{\Delta p_{M,0}}{\eta R_M} = \frac{\Delta p + C g w_{\text{ges}}}{\eta R_M} \quad (3-21)$$

Das Hauptproblem bei der weiteren Berechnung besteht darin, daß der Volumenstrom  $q_{\text{ges}}$  zum Zeitpunkt  $t_i$  nicht direkt zugänglich ist, sondern iterativ ermittelt werden muß.

Als Anfangswert für die Iterationsschleife wird auf den Filtratvolumenstrom aus dem letzten Zeitintervall  $q_{\text{ges},i-1}$  zurückgegriffen. Dieser Wert wird zur rekursiven Berechnung der Kuchenstruktur eingesetzt. Dabei werden ausgehend vom Filtermedium (Randbedingungen (3-14), (3-15)) die Strukturdaten einer Schicht  $j$  mit den Strukturdaten der darunterliegenden Schicht  $j-1$  berechnet. Die wichtigsten Gleichungen dazu sind die linearisierten Differentialgleichungen (3-10) bis (3-13). Weiterhin werden die Materialgesetze  $\varepsilon(p_s)$  und  $\alpha(p_s)$  und Massenbilanzen für die einzelnen Schichten verwendet.

Aus der rekursiven Berechnung der Kuchenstruktur ergeben sich Werte für die Kuchenhöhe und die Gesamtmasse des Feststoffes im Kuchen, die mit den Resultaten aus der allgemeinen Feststoffmassenbilanz (linearisierte Form der Gleichung (3-16)) verglichen werden. Bei unzureichender Übereinstimmung wird die Iteration mit einem neuen Schätzwert weitergeführt.

Wenn der Volumenstrom  $q_{\text{ges}}$  mit zufriedenstellender Genauigkeit bestimmt ist, wird mit der Gleichung (3-19) der Gradient des hydraulischen Druckes über dem Haufwerk berechnet. Die Lage der Kuchenoberfläche, der Klarflüssigkeitsoberfläche und des Trennsiegels zwischen Suspension und Klarflüssigkeit ergeben sich aus Massenbilanzen.

Diese Vorgehensweise wird, wie in Abbildung 3-8, gezeigt für jeden Zeitschritt wiederholt, bis die Bedingung zum Abbruch der Berechnung erfüllt ist. Als Abbruchkriterien kommen die Zeit, das Filtratvolumen, der Filtratvolumenstrom, die Kuchenmasse, die Kuchenhöhe oder eine maximale Gesamtdruckdifferenz in Frage. Wie die Abbruchbedingung auf konkrete Trennprozesse abgestimmt werden kann, wird im Abschnitt 3.2.2.2 erläutert.

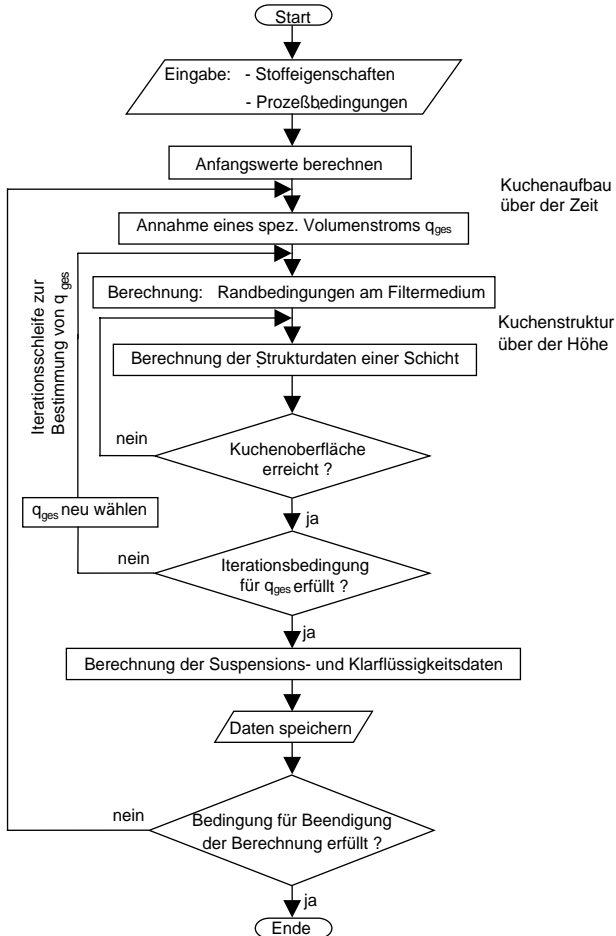


Abbildung 3-8: Flußdiagramm zum Lösungsalgorithmus

### 3.2.2 Simulationsprogramm

Der im vorigen Kapitel beschriebene Lösungsalgorithmus ist in der Sprache FORTRAN 90 in ein Computerprogramm umgesetzt worden. Damit können die elementaren Trennprozesse Filtration, Sedimentation und Pressung simuliert werden. Die Anpassung der Simulation an konkrete technische Prozesse wird in den Abschnitten 3.2.2.1 bis 3.2.2.3 beschrieben.

Als Ergebnisse werden zu jedem Zeitpunkt globale Größen wie das Filtratvolumen, die Haufwerkshöhe, der Konsolidierungsgrad und die Mittelwerte von Porosität und Durchströmungswiderstand ermittelt, ebenso lokale Größen wie hydraulischer Druck



und Feststoffgerüstdruck, Porosität und Durchströmungswiderstand. Zur Vereinfachung der Dateneingabe und der standardisierten Datenauswertung sind spezielle Routinen in einem Tabellenkalkulationsprogramm erstellt worden.

### 3.2.2.1 Prozeßbedingungen

Bei der Filtration sind nicht nur konstante, sondern auch zeitlich veränderliche Drücke zugelassen. Die Drücke können stufenweise oder mit beliebigen Potenzfunktionen ansteigen. Die Sedimentation kann mit konstanter Beschleunigung im Erd- oder Zentrifugalfeld dargestellt werden. Die Simulation der Konsolidierung geht von Filterkuchen, Sedimenten oder vorkonsolidierten Schlämmen aus. Auch bei der Konsolidierung sind variable Drücke möglich.

Die Druckänderung kann in Abhängigkeit verschiedener Regelgrößen vorgegeben werden, die in Abstimmung auf den betrachteten Prozeß ausgewählt werden sollten. Zur Berechnung der momentanen Filtrationsdruckdifferenz im Zeitintervall  $i$  wird die gewählte Regelgröße durch Division mit einem geeigneten Bezugswert entdimensioniert. Über den daraus resultierenden dimensionslosen Parameter  $z_i$  können verschiedene Prozesse miteinander verglichen werden. Als Regelgrößen bieten sich die Filtrationszeit, das Filtratvolumen oder die Filterkuchenhöhe an.

$$z_i = \frac{t_i}{t^*} \quad \text{oder} \quad \frac{V_i}{V^*} \quad \text{oder} \quad \frac{h_{C,i-1}}{h_C^*} \quad (3-22)$$

Die Bezugszeit  $t^*$  ist eine vorgegebene Druckanstiegszeit. Das Filtratvolumen soll auf einen Schätzwert für die maximale Filtratmenge  $V^*$  bezogen werden. Die Kuchenhöhe im Intervall  $i$  kann erst nach der Gesamtdruckdifferenz berechnet werden. Ersatzweise wird die Kuchenhöhe aus dem vorangegangenen Zeitintervall  $h_{C,i-1}$  als Regelgröße herangezogen. Als Bezugsgröße soll die Kuchenhöhe des bei Maximaldruck vollständig konsolidierten Kuchens  $h_C^*$  dienen.

$$h_C^* = \frac{\rho_S (1 - \varepsilon (\rho_S = \Delta p_{\max}))}{w_{S,\text{ges}}} \quad (3-23)$$

Als Funktion für die Drucksteigerung  $\Delta p_{\min} < \Delta p(z_i) < \Delta p_{\max}$  werden Druckstufen mit linearer Teilung zwischen minimalem und maximalem Druck

$$\Delta p(z_i) = \Delta p_{\min} + (\Delta p_{\max} - \Delta p_{\min}) \frac{K_i}{K_{\max}}$$

$$\text{mit } K_i = [(K_{\max} + 1) z_i] \quad \text{für } z_i < 1$$

$$K_i = K_{\max} \quad \text{für } z_i \geq 1 \quad (3-24)$$

sowie Potenzfunktionen mit beliebigen ganzzahligen Exponenten vorgeschlagen:

$$\begin{aligned} \Delta p(z_i) &= \Delta p_{\min} + (\Delta p_{\max} - \Delta p_{\min}) z_i^{\theta} && \text{für } z_i \leq z_{\max} \\ \Delta p(z_i) &= \Delta p_{\max} && \text{für } z_i > z_{\max} \end{aligned} \quad (3-25)$$

Darüber hinaus kann die Druckdifferenz auch über die Kennlinie einer Kreiselpumpe  $\Delta p(q)$  vorgegeben werden.

$$\Delta p(q) = C_1 + C_2 q + C_3 q^2 \quad (3-26)$$

### 3.2.2.2 Technisch relevante Abbruchbedingungen

Die Simulation betrachtet diskontinuierliche Prozesse. Die Kuchenbildung gilt als abgeschlossen, sobald die vorgegebene Feststoffmasse im Kuchen eingelagert ist. Bei überlagerter Sedimentation dauert der Vorgang solange, bis der Klarflüssigkeitsspiegel auf die Kuchenoberfläche trifft. Die Konsolidierung wird beendet, sobald ein festgelegter Konsolidierungsgrad erreicht ist.

Alternativ kann die Simulation zur Abstimmung auf konkrete technische Prozesse auch vorzeitig abgebrochen werden. Beispielsweise ist bei der Kuchenbildung in einer Kammerfilterpresse die Kuchenhöhe durch die Kammertiefe begrenzt. Das Abbruchkriterium ist dann eine maximale Kuchenhöhe. Bei der Filtration in einer Membranfilterpresse wird die Kuchenbildung in der Regel beendet, bevor die Kammer ganz ausgefüllt ist. Der Kuchen darf aber nicht zu dünn sein, weil sich sonst die Preßmembran zu sehr verformen müßte. In diesem Fall gibt es also technisch bedingte Unter- und Obergrenzen für ein sinnvolles Abbruchkriterium. Eine minimale Kuchenhöhe muß auch dann eingehalten werden, wenn der Kuchen durch Trägheitskräfte abgeworfen oder durch einen Schaber abgenommen werden soll. Bei kontinuierlichen Prozessen gibt die Verweilzeit im Apparat die Abbruchbedingung vor (vgl. Abschnitt 3.2.2.3). Falls die Suspension über eine Pumpe eingespeist wird, muß der Vorgang beim Erreichen einer maximal zulässigen Druckdifferenz abgebrochen werden.

### 3.2.2.3 Übergang von diskontinuierlichen zu kontinuierlichen Filtrationsprozessen

Während bei der Simulation diskontinuierlicher Prozesse sich die Kuchenbildungszeit aus der vorgegebenen Feststoffmasse ergibt, interessiert bei der Auslegung kontinuierlicher Verfahren der Massendurchsatz  $\dot{m}_s$ , d.h. wieviel Feststoff in einer vorgegebenen Verweilzeit  $t_v$  abgeschieden wird. An einem Drehfilter ergibt sich die Verweilzeit aus der Drehzahl und den Winkelverhältnissen, an einem Bandfilter aus der Länge und der Laufgeschwindigkeit des Bandes.

Bei identischen Prozeßbedingungen (Druckdifferenz, Suspensionskonzentration, Temperatur usw.) können Informationen über den Massendurchsatz aus den

Simulationsdaten gewonnen werden, indem die Zielgröße Feststoffmasse für das Zeitintervall, das der ausgewählten Verweilzeit entspricht, abgefragt wird.

$$\dot{m}_S = \frac{w_{S,C}(t_i = t_v)}{t_v} \quad (3-27)$$

Voraussetzung dafür ist, daß in der Simulation eine hinreichend große Feststoffmasse vorgegeben wird, so daß Daten im gewünschten Verweilzeitbereich vorliegen.

Soll zusätzlich eine nachgeschaltete Konsolidierung betrachtet werden, so muß die Feststoffmasse exakt auf die gewünschte Verweilzeit abgestimmt sein, weil in der Simulation die Konsolidierung erst dann berechnet werden kann, wenn die gesamt vorgegebene Feststoffmasse im Kuchen vorliegt.

Den Simulationsdaten können die mittlere Porosität und die Kuchenhöhe am Ende der Kuchenbildung entnommen werden. Unter der Annahme, daß alle Hohlräume des Filterkuchens mit Flüssigkeit gefüllt sind, gibt die Porosität direkt die Restfeuchte des Kuchens vor. Sie bestimmt demnach die Qualität der Fest-Flüssig-Trennung. Nach der Kuchenhöhe wird beurteilt, welches Verfahren zur Kuchenabnahme tauglich ist. Zum Erstellen von Betriebsdiagrammen werden die Ergebnisgrößen Massendurchsatz, Restfeuchte und Kuchenhöhe bei variierten Prozeßparametern wie Druckdifferenz oder Suspensionskonzentration berechnet.

### 3.3 Ergebnisse der Prozeßsimulation

Die Besonderheiten in Filtrationsprozessen mit kompressiblen Kuchen werden in diesem Kapitel mit beispielhaften Simulationsdaten illustriert. Dazu werden fiktive Materialgesetze vorgegeben, deren Parameter in Tabelle A1-1 im Anhang zusammengefaßt sind. Referenz ist das inkompressible Material "I". Die Materialien "A", "B", und "C" unterscheiden sich im Grad der Kompressibilität: Nach der Einteilung von Tiller et al. [1987a] gilt "A" als mäßig, "B" als hoch und "C" als super kompressibel. Materialgesetz "K" beschreibt ein Haufwerk, dessen Struktur bei einem kritischen Druck kollabiert, was zu einer schlagartigen Veränderung von Porosität und Widerstand führt. Der Widerstand erhöht sich um einen Faktor  $F_\alpha$ , die Porosität vermindert sich um einen Faktor  $F_\epsilon$ . Damit soll das Materialverhalten geflockter Systeme nachempfunden werden.

Für alle fiktiven Systeme in diesem Kapitel sollen folgende Stoffwerte gelten: dynamische Viskosität der Flüssigkeit  $\eta_L = 1000 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ , Dichte der Flüssigkeit  $\rho_L = 1000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ , Dichte des Feststoffes  $\rho_S = 2000 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ . Als Standardprozeßparameter werden folgende Werte gesetzt: flächenspezifische Feststoffmasse  $2 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-2}$ , Suspensionskonzentration  $c_{\text{Susp}} = 5\%$ , Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p = 4 \text{ bar}$ , Filtermediumwiderstand  $R_M = 10^{10} \text{ m}^{-1}$ . Abweichungen von diesen Standardwerten werden jeweils gesondert angegeben.

### 3.3.1 Struktur kompressibler Filterkuchen

#### 3.3.1.1 Bildung und Konsolidierung hoch kompressibler Filterkuchen

Die folgenden Simulationsergebnisse mit Materialgesetz "C" veranschaulichen, wie sich die Struktur kompressibler Haufwerke bei der Filtration bildet und während der Konsolidierung verändert. Abbildung 3-9 bis Abbildung 3-12 zeigen in sogenannten Strukturdiagrammen den Flüssigkeitsdruck  $p_L$ , den Feststoffgerüstdruck  $p_S$ , die Porosität  $\varepsilon$  bzw. den massenspezifischen Widerstand  $\alpha$  in Abhängigkeit des Abstandes vom Filtermedium  $x$  mit der Zeit als Parameter.

Während der Kuchenbildung nimmt die Kuchenhöhe zu. Dementsprechend wandern die Endpunkte der Kurven in den Strukturdiagrammen zu größeren Abständen vom Filtermedium. Eine fettgedruckte schwarze Linie markiert das Ende der Kuchenbildung bei maximaler Kuchenhöhe. Während der Konsolidierung nimmt die Kuchenhöhe ab und die Endpunkte der Kurven wandern zurück zu kleineren Abständen vom Filtermedium, bis im Konsolidierungsgleichgewicht die minimale Höhe des vollständig gepressten, homogenen Kuchens erreicht ist. Diesen Zustand kennzeichnet eine gestrichelte schwarze Linie. Eine punktierte Linie verbindet die Endpunkte der Kurven und zeigt damit die Kuchenhöhe zu verschiedenen Zeiten an.

Die Kurven für den Flüssigkeitsdruck Abbildung 3-9 und den Feststoffgerüstdruck Abbildung 3-10 verlaufen deutlich nichtlinear. Die Druckgradienten sind in der Nähe des Filtermediums weitaus steiler als im restlichen Kuchen. Für die gewählten Simulationsparameter ist der Filtermediumwiderstand schon zu Beginn der Filtration gegenüber dem Kuchenwiderstand vernachlässigbar. Demzufolge fällt der hydraulische Druck ganz im Filterkuchen ab, d.h. am Filtermedium liegt die Flüssigkeit spannungsfrei vor. Das Haufwerk trägt an dieser Stelle den gesamten angelegten Druck. Während der Kuchenbildung liegt in der Flüssigkeit an der Haufwerksoberfläche die gesamte angelegte Druckdifferenz an, das Feststoffgerüst ist unter diesen Bedingungen spannungsfrei. Während der Konsolidierung nimmt das Haufwerk immer mehr Spannungen auf, bis es im Konsolidierungsgleichgewicht die gesamte Last aufnimmt und die Flüssigkeit in den Haufwerksporen spannungsfrei ist.

Weil Massenkräfte in diesem Beispiel vernachlässigt werden können, ergibt die Summe aus Flüssigkeitsdruck und Feststoffgerüstdruck in jeder Haufwerksschicht die Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p$ . So ist zu verstehen, warum Abbildung 3-9 und Abbildung 3-10 spiegelsymmetrisch zueinander sind.

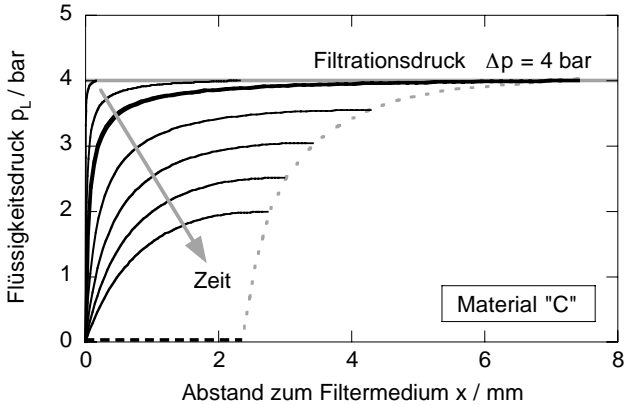


Abbildung 3-9: Flüssigkeitsdruck  $p_L$  in Abhängigkeit des Abstandes vom Filtermedium  $x$  während Kuchenbildung und Konsolidierung bei einer Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p = 4$  bar; Materialgesetz "C"

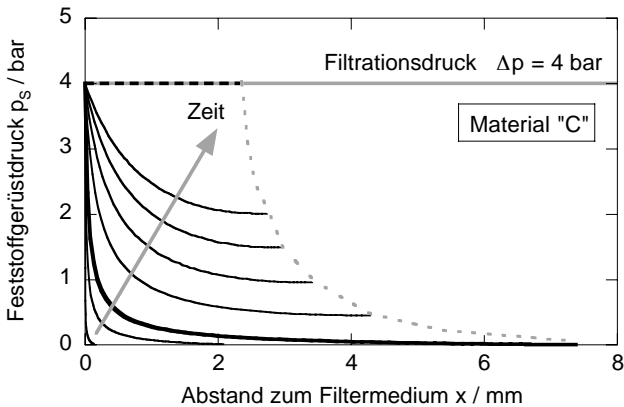


Abbildung 3-10: Feststoffgerüstdruck  $p_s$  in Abhängigkeit des Abstandes vom Filtermedium  $x$  während Kuchenbildung und Konsolidierung bei einer Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p = 4$  bar; Materialgesetz "C"

Die Materialgesetze verknüpfen den lokalen Feststoffgerüstdruck mit der lokalen Porosität (Abbildung 3-11) und dem lokalen Widerstand (Abbildung 3-12). Die unbelastete Schicht an der Kuchenoberfläche während der Kuchenbildung ist durch die maximale Porosität  $\varepsilon_0$  und den minimalen Widerstand  $\alpha_0$  gekennzeichnet. Bei maximaler Verdichtung am Filtermedium liegen die minimale Porosität und der maximale Widerstand vor. Diese Werte gelten im Konsolidierungsgleichgewicht für das gesamte Haufwerk.

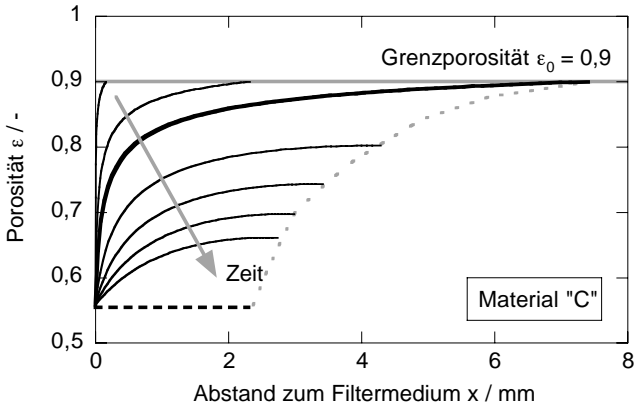


Abbildung 3-11: Porosität  $\epsilon$  in Abhängigkeit des Abstandes vom Filtermedium  $x$  während Kuchenbildung und Konsolidierung bei einer Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p = 4$  bar; Materialgesetz "C"

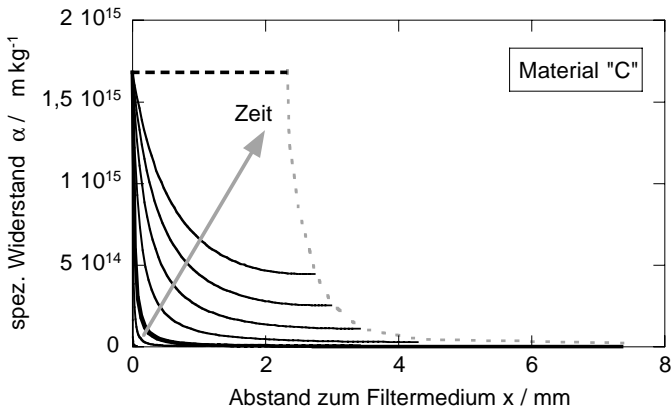


Abbildung 3-12: Massenspezifischer Widerstand  $\alpha$  in Abhängigkeit des Abstandes vom Filtermedium  $x$  während Kuchenbildung und Konsolidierung bei einer Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p = 4$  bar; Materialgesetz "C"

### 3.3.1.2 Filterkuchen verschiedener Kompressibilität

Wie die Ausprägung der Grundschichtverdichtung durch das Materialverhalten vorgegeben wird, veranschaulichen Abbildung 3-13 und Abbildung 3-14, in denen Strukturdaten am Ende der Kuchenbildung für verschiedene Materialtypen gegenübergestellt sind.

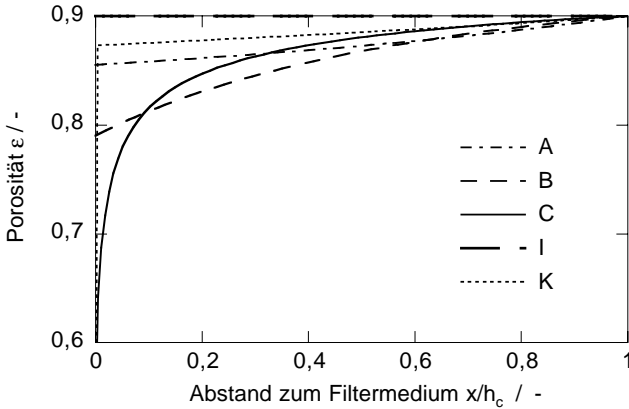


Abbildung 3-13: Porosität  $\epsilon$  in Abhängigkeit des relativen Abstandes vom Filtermedium  $x/h_c$  am Ende der Kuchenbildung bei einer Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p = 4$  bar; verschiedene Materialgesetze

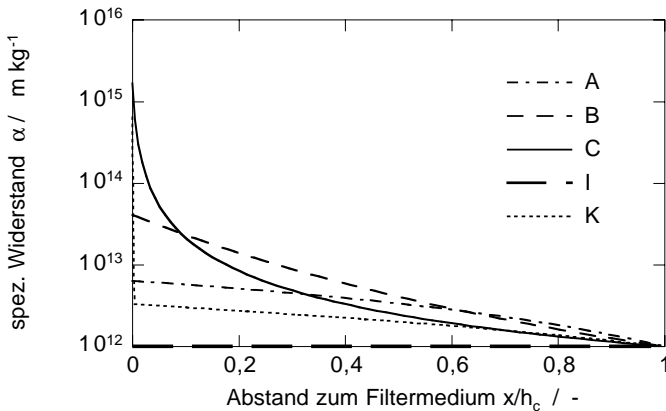


Abbildung 3-14: Massenspezifischer Widerstand  $\alpha$  in Abhängigkeit des relativen Abstandes vom Filtermedium  $x/h_c$  am Ende der Kuchenbildung bei einer Gesamtdruckdifferenz  $\Delta p = 4$  bar; verschiedene Materialgesetze

In einem inkompressiblen Filterkuchen (Material "I") wirkt sich der Gradient des Feststoffgerüstdruckes nicht auf die Haufwerksstruktur aus, sowohl Porosität als auch Widerstand behalten im ganzen Kuchen konstante Werte bei. In kompressiblen Haufwerken (Materialien "A", "B", "C", "K") führen erhöhte Belastungen zur verstärkten Kompaktierung. Dem Gradienten des Feststoffgerüstdruckes folgend nehmen die Porositäten zum Filtermedium hin kontinuierlich ab, während die Widerstände ansteigen. Die lokalen Werte für Porosität und Durchströmungs-

widerstand in der Grundschrift am Filtermedium sind in Tabelle 3-2 für alle betrachteten Materialien gegenübergestellt.

Tabelle 3-2: lokale Porosität und lokaler Widerstand am Filtermedium, Simulationsergebnisse für verschiedene Materialgesetze

| Material                               | "I"                 | "A"                 | "B"                 | "C"                 | "K"                 |
|--|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| $\varepsilon (x/h_c = 0) / -$          | 0,90                | 0,86                | 0,79                | 0,56                | 0,34                |
| $\alpha (x/h_c = 0) / m \cdot kg^{-1}$ | $1,0 \cdot 10^{12}$ | $6,4 \cdot 10^{12}$ | $4,1 \cdot 10^{13}$ | $1,7 \cdot 10^{15}$ | $6,4 \cdot 10^{14}$ |

Je höher die Kompressibilität, desto ausgeprägter ist die Grundschriftverdichtung: Beim super kompressiblen Material "C" ist die Variation der Strukturdaten weitaus größer als bei den weniger kompressiblen Materialien "B" oder "A", sie konzentriert sich zudem auf die Schichten unmittelbar am Filtermedium. Noch extremer verhält sich das Material "K", dessen Struktur unter der hohen Belastung am Filtermedium kollabiert, wohingegen der restliche Kuchen wenig verdichtet vorliegt.

### 3.3.2 Filtrationsverhalten kompressibler Filterkuchen

#### 3.3.2.1 Filtrationsverlauf bei verschiedenen Gesamtdruckdifferenzen

Zur graphischen Charakterisierung des Filtrationsverhaltens bei konstantem Filtrationsdruck eignet sich die drucknormierte Auftragung des zeitlichen Filtrat-anfalls in der Form  $\Delta p \cdot t / v = f(v)$ . Dabei ergeben sich ansteigende Kurven, deren Achsenabschnitt ein Maß für den Filtermediumwiderstand  $R_M$  und deren Steigung ein Maß für den spezifischen Kuchenwiderstand  $\alpha$  ist (vgl. Gleichung (2-7) für die ideale Filtration). Für ideal inkompressible Filterkuchen ergeben sich in dieser Auftragung für verschiedene Filtrationsdrücke identische Kurven, weil weder  $R_M$  noch  $\alpha$  druckabhängig sind. Bei ideal kompressiblen Kuchen bleibt nur  $R_M$  konstant, während der Widerstand und damit die Steigung sich mit dem Druck verändern.

In Abbildung 3-15 sind in dieser Darstellung beispielhafte Simulationsdaten mit dem Materialgesetz "C" für die Kuchenbildung bei verschiedenen Drücken  $\Delta p$  von 0,5 bar bis 8 bar und einem Filtermediumwiderstand  $R_M = 10^{12} m^{-1}$  dargestellt.



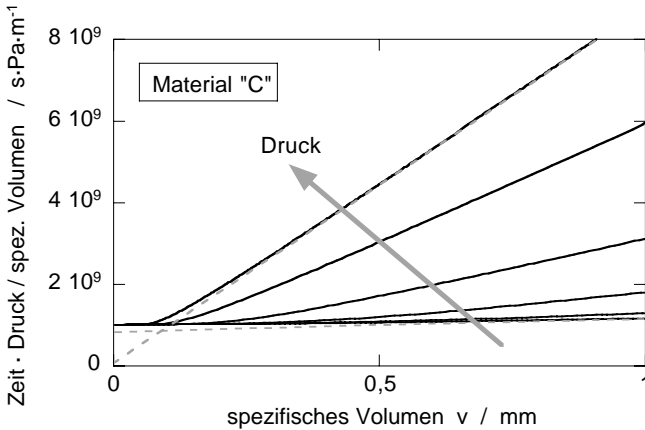


Abbildung 3-15: Darstellung von Simulationsdaten in der Form  $\Delta p \cdot t/v = f(v)$  bei verschiedenen Filtrationsdrücken, Materialgesetz "C"

Das Auffächern der Filtrationskurven ist charakteristisch für kompressible Materialien. Mit zunehmendem Druck verlaufen die Kurven steiler, weil der spezifische Kuchenwiderstand mit dem Druck ansteigt. Als gestrichelte Linien sind Tangenten an die Filtrationskurven bei 0,5 bar und bei 8 bar eingezeichnet. Solche Geraden werden bei der praxisüblichen Auswertung von Kuchenbildungsversuchen zur Bestimmung der Filtrationswiderstände herangezogen (vgl. Kapitel 2.2). Zwar stimmt die Steigung der Geraden in weiten Bereichen mit der Kurvensteigung überein, beim Achsenabschnitt ergeben sich aber vor allem bei hohen Drücken deutliche Diskrepanzen.

### 3.3.2.2 Einfluß des Filtermediums

Die starke Abweichung der Filtrationskurve von der Geraden in der Anfangsphase ist auf den Einfluß des Filtermediums zurückzuführen [Tiller 1953]. Zu Beginn der Filtration fällt die gesamte angelegte Druckdifferenz am Filtermedium ab. In dem Maß, wie der Filterkuchen mit der Zeit aufwächst, erhöht sich sein Durchströmungswiderstand  $R_C$  und damit der Druckabfall am Filterkuchen  $\Delta p_C$ . Bei hinreichend dicken Kuchen ist der Mediumwiderstand gegenüber dem Kuchenwiderstand vernachlässigbar und der Druckabfall am Kuchen kommt der angelegten Druckdifferenz gleich. Weil der spezifische Filterkuchenwiderstand direkt abhängig vom Druckabfall am Kuchen ist, erreicht der Widerstand auch bei konstanter Gesamtdruckdifferenz erst dann einen konstanten Wert.

Dieses Anfangsverhalten ist um so ausgeprägter, je größere Werte der Filtermediumwiderstand annimmt, wie Abbildung 3-16 für Mediumwiderstände im Bereich von  $10^{10} \text{ m}^{-1}$  bis  $10^{12} \text{ m}^{-1}$  zeigt.

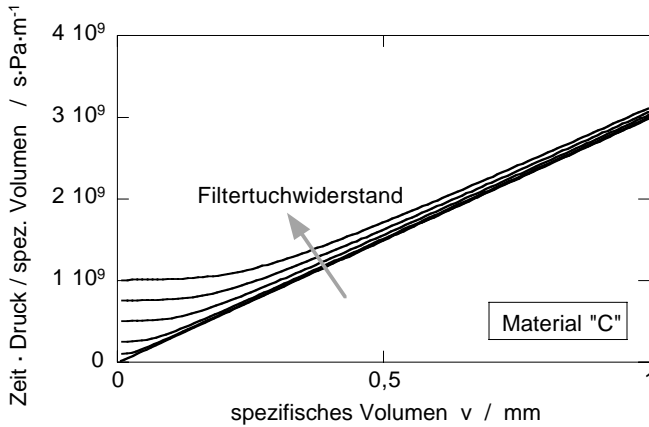


Abbildung 3-16: Darstellung von Simulationsdaten in der Form  $\Delta p \cdot t/v = f(v)$  bei verschiedenen Filtermediumwiderständen, Materialgesetz "C"

Die Filtrationskurve kompressibler Systeme kann demnach erst dann durch eine Gerade angenähert werden, wenn der Filtermediumwiderstand nicht mehr berücksichtigt werden muß. Vorher ist eine Bestimmung der Filtrationswiderstände aus einer Geradengleichung analog Gleichung (2-7) nicht zulässig. Wenn die Anfangskrümmung der Filtrationskurve meßtechnisch nicht erfaßbar ist, kann zwar der spezifische Filterkuchenwiderstand aus der Tangentengleichung für lange Filtrationszeiten errechnet werden, für den Filtermediumwiderstand ergeben sich auf diese Weise jedoch Werte, die deutlich unter den tatsächlichen liegen [Tiller et al. 1979].

### 3.4 Schlußfolgerungen

Zur Beschreibung von Fest-Flüssig-Trennprozessen mit kompressiblen Haufwerken wird ein mathematisch-physikalisches Modell ausgehend von der lokalen Betrachtung vorgestellt.

Die wichtigsten Modellannahmen besagen, daß die lokale Kuchenstruktur allein vom lokalen Feststoffgerüstdruck abhängen soll. Klassierungseffekte werden ausgeschlossen, d.h. in der Suspension liegt reine Zonensedimentation vor und im Filterkuchen tritt kein Nachrücken von Feinkorn auf.

Die Hauptgleichungen des Modells umfassen lokale Kräfte- und Massenbilanzen und ein lokales Durchströmungsgesetz. Das kompressible Materialverhalten wird mit Funktionen für die Druckabhängigkeit von Porosität und Widerstand erfaßt. Hinzu kommen prozeßspezifische Randbedingungen. Daraus ergibt sich ein System gekoppelter Differentialgleichungen, das nur numerisch gelöst werden kann.

Der Algorithmus zur iterativen Lösung des Gleichungssystems ist in ein Computerprogramm umgesetzt worden, mit dem die elementaren Trennprozesse Filtration, Sedimentation und Konsolidierung simuliert werden können. Wenn Material- und Prozeßparameter vorgegeben werden, kann das Programm zu jedem Zeitpunkt globale Größen wie das Filtratvolumen, die Haufwerkshöhe, den Konsolidierungsgrad und die Mittelwerte von Porosität und Durchströmungswiderstand bestimmen, ebenso lokale Größen wie hydraulischen Druck und Feststoffgerüstdruck, Porosität und Durchströmungswiderstand.

Beispielhafte Simulationsdaten illustrieren die Besonderheiten in Filtrationsprozessen mit kompressiblen Kuchen. Die Daten zu Strukturänderungen während der Bildung und Konsolidierung der Filterkuchen erlauben ein vertieftes Verständnis der Grundschichtverdichtung. Die Betrachtung des Filtrationsverlaufes zeigt, wie sich der Einfluß des Filtermediums vor allem zu Beginn der Kuchenbildung bemerkbar macht.

Diese Ergebnisse demonstrieren, daß die Prozeßsimulation das typische Filtrationsverhalten kompressibler Filterkuchen so darstellt, wie es theoretische Überlegungen erwarten lassen. In Kapitel 6.3 wird die quantitative Übereinstimmung zwischen simulierten und experimentellen Werten überprüft.

## 4 Experimentelle Methoden zur Charakterisierung des Filtrationsverhaltens

Standardisierte Tests zur Bestimmung der maßgeblichen Größen Kuchen- und Filtermediumwiderstand sind anerkannte Regeln der Technik [VDI-Richtlinie 2762], [Anlauf 1994 a, b]. Die bei inkompressiblen Materialien bewährten Methoden sind jedoch nur mit Einschränkungen auf kompressible Filterkuchen übertragbar. Die experimentellen Methoden der Laborfiltration müssen also an die Besonderheiten kompressibler Filterkuchen angepaßt werden.

In diesem Kapitel wird zuerst eine neue Versuchsanordnung zur experimentellen Untersuchung des Filtrationsverhaltens kompressibler Kuchen vorgestellt. Danach werden Standardtests zur Kuchenbildung und zum Materialverhalten nachvollziehbar beschrieben. Abschließend wird kurz auf weitere, ergänzende Experimente eingegangen.

### 4.1 C-P-F-Zelle

Drucknutschen sind auch bei kompressiblen Kuchen zur praxisnahen Auslegung von Filtrationsprozessen nützlich, vorausgesetzt daß Messungen im gesamten relevanten Druckbereich möglich sind. C-P-Zellen (Kompressions-Permeabilitäts-Zellen, vgl. Abschnitt 2.3.1.2) erlauben die exakte Erfassung des Materialverhaltens kompressibler Haufwerke. Darüber hinaus eignen sie sich auch zur Auslegung der Preßfiltration.

In der neuen Laborapparatur sind eine **C-P**-Zelle und eine Drucknutsche zur Filtration in Tandem-Anordnung als C-P-F-Zelle aufgebaut [Alles und Anlauf 1998]. Abbildung 4-1 zeigt die Gesamtansicht des Versuchsstandes.

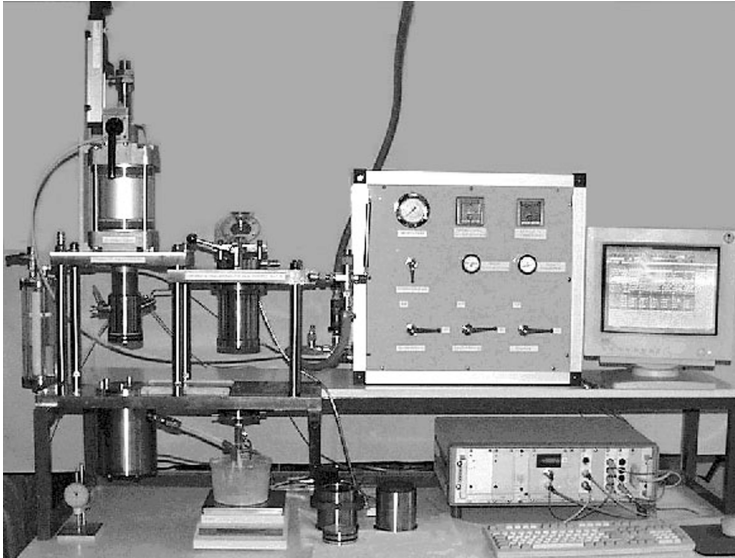


Abbildung 4-1: Gesamtansicht des Versuchsstandes  
 obere Ebene von links nach rechts: C-P-Zelle, Drucknutsche,  
 Schalttafel, Monitor des Anlagenrechners;  
 untere Ebene von links nach rechts: Meßuhr, Waage,  
 Ausrückkolben, Kuchenbildungsring, Meßelektronik,  
 im Vordergrund Tastatur des Anlagenrechners

#### 4.1.1 Drucknutsche und C-P-Zelle

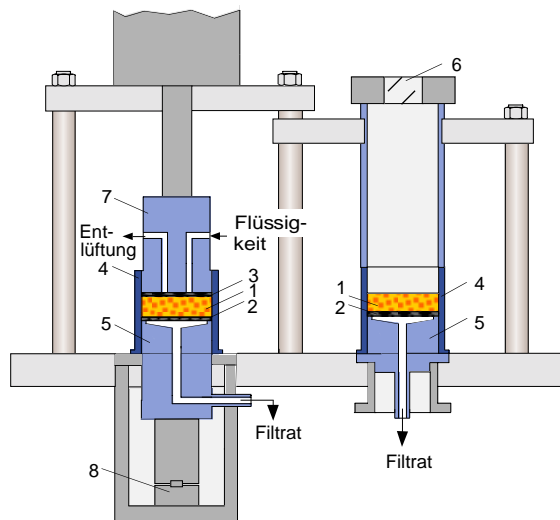
Das Kernstück des Versuchsstandes bildet die C-P-F-Zelle, die in der vereinfachten Schnittzeichnung in Abbildung 4-2 gezeigt wird.

Die Abmessungen der beiden Teilanlagen sind so aufeinander abgestimmt, daß der Filterkuchen von der Drucknutsche unmittelbar an die C-P-Zelle weitergegeben werden kann. Dadurch können in den Experimenten die Grundoperationen Kuchenbildung, Waschung, Pressung und Durchströmung auf unkomplizierte Weise kombiniert werden.

Die Konstruktion der Nutsche (rechts in Abbildung 4-2) entspricht den Empfehlungen für Standardfiltertests [Anlauf 1994a, b]. Der Druckraum wird durch einen geteilten, beidseitig verschließbaren Edelstahlzylinder gebildet. Mit einem Innendurchmesser von 8,1 cm ergibt sich eine Filterfläche von 51,53 cm<sup>2</sup>. In den Deckel mit Schnellverschluß ist zur visuellen Kontrolle des Filtrationsvorganges ein Schauglas (6) eingebaut. Die Kuchenbildung erfolgt in einem Zwischenring (4), in dem der Filterkuchen (1) nach Versuchsende zur C-P-Zelle weitergeschoben werden kann. Das Filtermedium (2) wird mit einem Spannring auf ein Lochblech

gedrückt, das in den Filtratablaufboden (5) eingelassen ist. Das Filtrat läuft durch eine zentrale Bohrung ab.

Der selbe Kuchenbildungsring (4), der an der Drucknutsche zum Einsatz kommt, bildet die radiale Begrenzung der C-P-Zelle (links in Abbildung 4-2). Als axiale Begrenzung dient nach oben die Verteilerplatte (3) unter dem Preßkolben (7), nach unten das Filtermedium (2). Der Filtratablaufboden (5) darunter stützt sich auf eine Kraftmeßdose (8) ab. Während der Pressung und der Durchströmung läuft das Filtrat nach unten ab. Zur Durchströmung wird Flüssigkeit unter Druck über die Verteilerplatte auf das Haufwerk gegeben.



|   |                    |   |                      |
|---|--------------------|---|----------------------|
| 1 | Filterkuchen       | 5 | Filtratablauf        |
| 2 | Filtermedium       | 6 | Deckel mit Schauglas |
| 3 | Verteilerplatte    | 7 | Preßkolben           |
| 4 | Kuchenbildungsring | 8 | Kraftmeßdose         |

Abbildung 4-2: Schnittdarstellung der C-P-F-Zelle

Die Versuchsanordnung ist für einen maximalen Druck von 16 bar ausgelegt, was für die Auslegung gebräuchlicher Filterapparate hinreichend ist.

Die Auswahl der Filtermedien richtet sich nach den Versuchsmaterialien (vgl. Kapitel 5). Zum Einsatz kamen ein monofiles Nylonfiltertuch mit einer Nennporenweite von 5  $\mu\text{m}$  (Fa. Sefar AG, Rüslikon CH) für die Versuche mit Divergan, Zellulose und

Kalkstein sowie eine mikroporöse Nylonmembran mit einer Nennporenweite von 0,2 µm (Fa. Pall, Dreieich) für die Versuche mit Ruß und Kaolin. Den Filtermedien wurde jeweils ein grobes Stützgewebe aus Polypropylen mit einer Nennporenweite von 54 µm (Fa. Sefar AG, Rüschtikon CH) unterlegt. Als Verteilerplatte wurde mehrlagiges Drahtgewebelaminat aus Edelstahl mit einer minimalen Nennporenweite von 20 µm (Fa. Haver & Boecker, Oelde) verwendet.

#### 4.1.2 Gesamtaufbau des Versuchsstandes

Der Gesamtaufbau des Versuchsstandes ist in Abbildung 4-3 als R&I Schema dargestellt.

Der Gasdifferenzdruck an der Drucknutsche (1) wird mit bis zu 16 bar komprimierter Luft aus dem Hausnetz aufgebracht. Mit Hilfe des elektronischen Druckreglers (12a) (Proportionaldruckregelventil Typ PR000-1600, Fa. AirCom, Ratingen), der über den Anlagenrechner (15) angesteuert wird, können an der Drucknutsche nicht nur konstante, sondern auch zeitlich veränderliche Gasdifferenzdrücke, wie z.B. Druckstufen oder nach einer beliebigen Potenzfunktion ansteigende Drücke, vorgegeben werden. Dank der Flexibilität in der Druckaufsteuerung eignet sich die Drucknutsche zur Auslegung verschiedenster Filterapparate.

Nach dem Lasertriangulationsprinzip [Nagel 1993] kann die Kuchenhöhe unter Druck gemessen werden (7). Ein Vergleich mit der Kuchenhöhe nach dem Absteuern des Filtrationsdruckes ergibt den elastischen Anteil der Kuchenkompression.

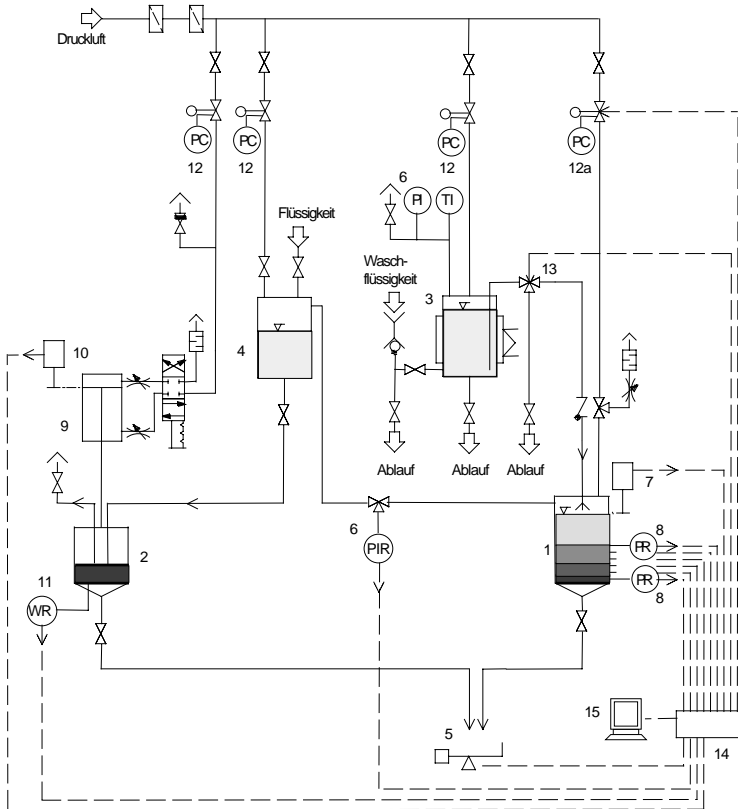
Zur Messung des lokalen hydraulischen Druckes gibt es einen speziellen Kuchenbildungsring, an dem bis zu sechs Drucksonden (8) in unterschiedlichen Höhen angebracht werden können. Die Druckdaten lassen Rückschlüsse auf das Ausmaß der Grundschichtverdichtung zu (vgl. Abschnitt 4.4.2).

Zur Kuchenwaschung kann Flüssigkeit aus dem Druckbehälter (3) auf den Filterkuchen gesprüht werden. Die Flüssigkeitsmenge ergibt sich aus der Öffnungszeit des Magnetventils (13), das über den Anlagenrechner gesteuert wird.

An der C-P-Zelle (2) wird der Preßdruck für den pneumatischen Kolben (9) (Typ DNG 346131, Fa. Festo AG & Co., Esslingen) an einem Feindruckregler (12) (Typ 10, Fa. Fairchild, Winston-Salem NC, USA) manuell eingestellt. Mit einem Schiebewiderstand (10) (Typ TLH 100, Fa. Novotechnik, Ostfildern) wird die Verschiebung des Kolbens gemessen. Dieser Wert wird zur Berechnung der aktuellen Höhe des Preßlings benötigt. Die Reaktionskraft am Boden der C-P-Zelle wird mit Dehnmeßstreifen in einer Kraftmeßdose (11) (Typ C1, Fa. Hottinger Baldwin Meßtechnik, Darmstadt) erfaßt.

Zur Durchströmung des Haufwerkes wird Flüssigkeit unter manuell eingestelltem Vordruck in den Kuchen eingeleitet. Das Filtrat wird wiederum auf der Waage (5) (Typ LP 620S, Fa. Sartorius AG, Göttingen) gesammelt.

Sowohl an der Drucknutsche als auch an der C-P-Zelle ist im Filtratablaufschauch ein Zweizehgehahn eingebaut, damit die Filtratablaufstrecke vor Versuchsbeginn mit Flüssigkeit gefüllt werden kann. Dadurch wird die Verfälschung der Meßwerte durch ein Totvolumen [Anlauf 1994b] verhindert (vgl. Kapitel 4.2.1).



- |   |                 |    |                    |        |                        |
|---|-----------------|----|--------------------|--------|------------------------|
| 1 | Drucknutsche    | 6  | Druckmessung       | 11     | Kraftmeßdose           |
| 2 | C-P-Zelle       | 7  | Kuchenhöhenmessung | 12,12a | man./el. Druckregelung |
| 3 | Druckbehälter 1 | 8  | Drucksonden        | 13     | Magnetventil           |
| 4 | Druckbehälter 2 | 9  | Pneumatikzylinder  | 14     | Meß- und Regeleinheit  |
| 5 | Waage           | 10 | Wegaufnehmer       | 15     | Anlagenrechner         |

Abbildung 4-3: R&I Schema des Versuchsstandes



Der Anlagenrechner erfaßt folgende Daten kontinuierlich: Betriebsdruck in der Nutsche, Signal der Laserkuchenhöhenmessung, Signal der Drucksonden, Druck in den Flüssigkeitsbehältern, Verschiebung des Preßkolbens, Preßdruck, Bodendruck und die Filtratmasse auf der Waage.

## **4.2 Standardtests zur Kuchenbildung**

Die Untersuchung der Kuchenbildung an der Drucknutsche orientiert sich an den Empfehlungen der VDI-Richtlinie 2762. Um den Besonderheiten kompressibler Kuchen Rechnung zu tragen, wird der Versuchsablauf in einzelnen Punkten modifiziert.

### **4.2.1 Vorbereitung**

Vor jedem Versuch werden die Einbauten der Drucknutsche neu montiert. Das Filtermedium wird zusammen mit einem groben Stützgewebe über das Lochblech gespannt. Falls sich ein Preßversuch an die Kuchenbildung anschließt, werden die Innenseite des Kuchenbildungsringes und die Dichtringe der unteren Einbauten leicht gefettet. Anschließend werden die Einbauten in den Kuchenbildungsring eingesetzt. Danach wird der Ring in die Nutsche eingesetzt und mit dem Nutschkörper verspannt.

Zur Bestimmung des Filtermediumwiderstandes ist die verzögerungsfreie Erfassung des Filtratstroms zu Beginn der Filtration von entscheidender Bedeutung [Anlauf 1994b]. Zu diesem Zweck werden die Einbauten der Drucknutsche unter dem Filtermedium mit der Flüssigkeit, die in der zu untersuchenden Suspension vorliegt, vollständig vorgefüllt. Dadurch wird vermieden, daß sich Filtrat erst in den Einbauten sammelt und dann mit Verzögerung auf die Waage gelangt. Statt dessen verdrängt jeder Tropfen Filtrat aus dem Filterkuchen unmittelbar einen Tropfen der Flüssigkeit in der Ablaufstrecke auf die Waage. Damit kann auch die Anfangskrümmung der Filtrationskurve, die bei kompressiblen Filterkuchen häufig auftritt (vgl. Kapitel 3.3.2), eindeutig erfaßt werden.

### **4.2.2 Kuchenbildung**

Nach dem Einfüllen der Suspensionsprobe wird die Nutsche verschlossen und die Druckluftstrecke freigegeben. Bei gleichzeitigem Öffnen des Filtrathahnes wird der Versuch durch Tasterdruck gestartet. Der Anlagenrechner übernimmt dann die Kontrolle des Druckreglers und die Meßwerterfassung. Bei geschickter Handhabung verstreichen zwischen Einfüllen der Suspension und Versuchsbeginn nur wenige Sekunden.

Da eine Untersättigung des Kuchens unerwünscht ist, muß der Versuch rechtzeitig durch Tasterdruck beendet werden. Bei der Beobachtung des Suspensionspiegels während der Filtration durch das Schauglas im Nutschendeckel ist das Ende der

Kuchenbildung am Auftauchen der matten Kuchenoberfläche erkennbar. Bei schnellen Filtrationsvorgängen ist es ratsam, kurz vor Ende der Kuchenbildung, wenn nur noch ein dünner Flüssigkeitsfilm über der Kuchenoberfläche liegt, auf einen Druck, der niedriger als der kapillare Eintrittsdruck des Kuchens ist, überzugehen.

Mit dem Signal zum Versuchsende wird der Filtrationsdruck automatisch abgesteuert und die Meßwerterfassung beendet. Nach Schließen der Sicherheitshähne kann der Filterkuchen im Kuchenbildungsring mit den Einbauten für weitere Versuche zur C-P-Zelle geschoben werden oder zur Charakterisierung der Kuchenstruktur entnommen werden.

### 4.2.3 Auswertung

Zur Ermittlung der Porosität wird nach der Messung der Kuchenhöhe die Masse des Kuchens vor und nach der vollständigen Trocknung bestimmt. Unter der Annahme, daß der Kuchen vollständig gesättigt sei, kann die Porosität mit der Höhe  $h_C$  und der Trockenmasse  $m_{S,C}$  des Kuchens berechnet werden

$$\varepsilon = \frac{V_L}{V_{ges}} = 1 - \frac{m_{S,C} / \rho_S}{A h_C} \quad (4-1)$$

oder mit der Masse des feuchten Kuchens  $m_{Feucht}$  und der Trockenmasse  $m_{S,C}$

$$\varepsilon = \frac{V_L}{V_{ges}} = 1 - \frac{m_{S,C} / \rho_S}{(m_{S,C} / \rho_S) + (m_{Feucht} - m_{S,C}) / \rho_L} \quad (4-2)$$

Da kompressible Kuchen in der Regel eine sehr weiche Oberfläche haben, ist die Höhenmessung häufig mit großen Fehlern behaftet. Daher ist der Auswertung mit Gleichung (4-2) der Vorzug zu geben.

Elastisch verformte Haufwerke können sich bei Entlastung rückdehnen. Falls das Haufwerk dabei untersättigt wird, wirken den Rückstellkräften Kapillarkräfte entgegen, dadurch wird die Rückdehnung behindert [Wiedemann 1996]. In der C-P-F-Zelle mit vorgefülltem Unterteil können Haufwerke bei der Rückdehnung aufgrund der hydraulischen Verbindung zum Filtratauffangbehälter ausreichend Flüssigkeit ansaugen. Die rückgesaugte Filtratmenge gibt Aufschluß darüber, wie sich die Porositäten im belasteten und entlasteten Zustand voneinander unterscheiden. Wenn die Porosität am Ende der Kuchenbildung nach Gleichung (4-2) zur Bestimmung des Kuchenwiderstandes (s.u.) berechnet wird, sollte die rückgesaugte Filtratmasse von der Feuchtmasse des Kuchens subtrahiert werden.

Zur Bestimmung der Filtrationswiderstände werden die Meßwerte für die akkumulierte flächenspezifische Filtratmenge in der Form  $t/v = f(v)$  oder in der drucknormierten Form  $\Delta p \cdot t / v = f(v)$  aufgetragen. Im Regelfall ergibt sich eine Kurve, die anfänglich links gekrümmt ist und dann in eine Gerade übergeht (vgl. Kapitel 3.3.2).

Aus der Geradensteigung  $M$  kann der spezifische Kuchenwiderstand berechnet werden, aus den Anfangswerten der Filtermediumwiderstand  $R_M$ .

$$\alpha = \frac{2 \Delta p}{\eta (1 - \varepsilon) \rho_S \kappa} M \quad (4-3)$$

$$R_M = \frac{\Delta p}{\eta} \left( \frac{t}{V} \right)_{t \rightarrow 0} \quad (4-4)$$

Falls die Kurve von der üblichen Form abweicht, ist dies ein Indiz für zusätzliche Effekte wie Sedimentation oder Nachrücken von Feinkorn. In diesem Fall bietet sich die normierte differentielle Darstellung  $\Delta p \cdot dt / \eta \cdot dv = f(v)$  an, die sensibler auf Störungen reagiert [Tiller 1990]. Bei dieser Auftragung kann der mittlere Filtrationswiderstand des Kuchens auch unter veränderlichen Versuchsbedingungen, z.B. bei ansteigendem Druck, aus der aktuellen Steigung abgelesen werden.

$$\frac{\Delta p}{\eta} \frac{dt}{dv} = \alpha (1 - \varepsilon) \rho_S \kappa v + R_M = M' v + R_M \quad (4-5)$$

$$\alpha = \frac{M'}{(1 - \varepsilon) \rho_S \kappa} \quad (4-6)$$

Die Analyse der Kurvenform läßt Rückschlüsse auf die Ursache der Abweichungen vom idealen Filtrationsverhalten zu ([VDI-Richtlinie 2762], [Bender und Redeker 1981], [Tiller et al. 1981]). Zur Versuchsauswertung werden verschiedene Korrekturfunktionen vorgeschlagen, beispielsweise von [Tiller 1995], [Bockstal et al. 1985], [Oja und Nyström 1995], [Tiller et al. 1981].

### 4.3 Standardtests zum Materialverhalten

An der C-P-Zelle werden Standardtests zur Bestimmung der Porosität und des spezifischen Kuchenwiderstandes in Abhängigkeit vom Preßdruck durchgeführt. Die Versuche können von einem homogenen, eingedickten Schlamm oder einem Filterkuchen ausgehen. Die Probenmenge soll so gewählt sein, daß einerseits lange Preßzeiten bei dicken Haufwerken vermieden werden und daß andererseits nach dem Pressen eine minimale Höhe von einigen Millimetern nicht unterschritten wird, damit der Preßling gleichmäßig durchströmt werden kann und seine Handhabung keine Probleme aufwirft.

Zur Erfassung der Materialfunktionen über einen größeren Druckbereich ist es zweckmäßig, mit einer Probe eine Versuchsreihe mit stufenweise ansteigendem Druck durchzuführen. Bei jeder Druckstufe wird die Probe bis zum Konsolidierungsgleichgewicht gepreßt und anschließend durchströmt.

### 4.3.1 Vorbereitung

Vor jeder Versuchsreihe wird der Wegaufnehmer der C-P-Zelle mit allen notwendigen Einbauten in der Position, in der Preßkolben und Filtermedium sich leicht berühren, kalibriert. Der Referenzwert wird bei einem Preßdruck von 1 bar unter Berücksichtigung der Anlagendehnung festgesetzt.

Vor Versuchsbeginn wird die obere Verteilerplatte, die zum Schutz vor Verschmutzung mit einem geeigneten Filtermedium belegt ist, am Preßkolben angebracht. Dann wird der Kuchenbildungsring mitsamt Einbauten und Probe unter den Preßkolben geschoben und so justiert, daß er sich nicht auf die Kraftmeßdose abstützt. Wiederum ist darauf zu achten, daß das Filtratablaufsystem vollständig mit Wasser gefüllt ist. Mit minimalem Druck wird der Preßstempel langsam bis auf die Kuchenoberfläche abgesenkt. Ein Anstieg der Bodenkraft oder das Austreten von Flüssigkeit an der Entlüftungsschraube zeigen die Berührung an. Der Preßkolben hat dann die Ausgangsposition für den eigentlichen Versuch erreicht. Danach werden auch der Durchströmungskanal und die poröse Verteilerplatte mit Flüssigkeit aufgefüllt.

### 4.3.2 Pressung

Zur Pressung wird der gewünschte Druck manuell eingestellt. Unmittelbar nach dem Öffnen der Arretierung des Preßkolbens wird die Meßwerterfassung gestartet, gleichzeitig wird der Filtratablaufhahn geöffnet. Weil die vollständige Konsolidierung erst nach unendlich langen Zeiten erreicht wird, muß ein zweckmäßiges Abbruchkriterium, beispielsweise eine Untergrenze für die Höhenänderung oder den Filtratstrom vorgegeben werden. In Bezug auf technisch relevante Konsolidierungsprozesse kann davon ausgegangen werden, daß der Kuchen vollständig gepreßt ist, wenn sich die Kuchenhöhe innerhalb einer Wartezeit von etwa zehn Minuten nicht mehr meßbar ändert. Zum Versuchsende wird die Meßwerterfassung durch Tasterdruck unterbrochen und der Filtrathahn geschlossen.

Falls sich kein weiterer Versuch anschließt, wird die Entlüftung geöffnet und der Kolben bei minimalem Druck aufgefahren. Bei geschlossenen Sicherheitsventilen kann der Kuchenbildungsring aus der C-P-Zelle entnommen werden. Nach dem Abtupfen der Flüssigkeit auf der Verteilerplatte kann der Preßling mit sämtlichen Einbauten aus dem Kuchenbildungsring ausgeschoben werden. Vor dem Ausbauen des Preßlings wird auch das untere Filtermedium trockengetupft. Anschließend werden Höhe, Feucht- und Trockenmasse des Kuchens bestimmt.

Die Porosität eines Haufwerkes während der Pressung kann nach Gleichung (4-1) ermittelt werden, wobei die Kuchenhöhe aus der aktuellen Verschiebung des Preßkolbens berechnet wird. Der Vergleich der Meßwerte für die Kuchenhöhe während und nach dem Pressen gibt Aufschluß über die elastische Rückdehnung.

### 4.3.3 Durchströmung

Zur Bestimmung des Widerstandes eines Haufwerkes kann sich an einen Preßversuch ein Durchströmungsversuch anschließen. Die Druckdifferenz zur Durchströmung soll einerseits so klein wie möglich gewählt werden, um eine Strukturänderung durch Strömungskräfte zu vermeiden. Andererseits muß sie groß genug sein, damit ein gleichmäßiger Filtratstrom gewährleistet ist. Auf keinen Fall darf sie den Preßdruck überschreiten. Die Flüssigkeit, mit der das Haufwerk durchströmt wird, soll mit der Flüssigkeit in der Suspension übereinstimmen, damit Stoffübergänge ausgeschlossen werden können.

Bei geöffnetem Filtrathahn wird der Durchströmungsversuch durch Tasterdruck bei gleichzeitiger Freigabe der Durchströmungsstrecke gestartet. Nach wenigen Minuten stationärer Durchströmung kann der Versuch wiederum durch Tasterdruck beendet werden. Wenn alle Ventile geschlossen sind, kann das Haufwerk wie bei der Pressung entnommen und charakterisiert werden.

Bei stationärer Durchströmung wird der Widerstand nach der Darcy-Gleichung (2-1) berechnet:

$$\alpha = \frac{1}{w_{S,C}} \left( \frac{p_D}{\eta q} - R_M \right) \quad (4-7)$$

Dabei werden im Wert  $R_M$  die Widerstände des unteren Filtermediums und der oberen Verteilerplatte zusammengefaßt. Dieser Wert kann über einen separaten Durchströmungsversuch ohne Versuchsmaterial oder über mehrere Durchströmungsversuche bei verschiedenen Haufwerkshöhen bestimmt werden.

### 4.3.4 Druckverhältnisse in der C-P-Zelle

Im Idealfall ist der Feststoffgerüstdruck  $p_s$  im Preßling mit dem vorgegebenen Preßdruck  $p_p$  identisch. Unter realen Bedingungen ist diese Zuordnung selten zulässig. Zur Einschätzung der Druckverhältnisse wird üblicherweise der Quotient aus der Kuchenhöhe  $L$  und dem Durchmesser der C-P-Zelle  $D$  herangezogen. Grace [1953] geht davon aus, daß für  $L/D < 0,6$  ideale Verhältnisse vorliegen. Tiller [1972] hingegen zeigt, daß selbst für  $L/D$  Werte um 0,1 der Preßdruck nicht optimal übertragen wird. Beide weisen auch auf die Einflüsse des Werkstoffes der Zellenwand und des Zellendurchmessers hin. Riemenschneider et al. [1997] empfehlen, zur Bestimmung von Auslegungsdaten für Preßfilter das  $L/D$  Verhältnis im Laborversuch den Gegebenheiten in der Praxis anzupassen. In ihren Beispielen liegen die Maximalwerte von  $L/D$  bei 0,2 bis 0,25. In der hier beschriebenen Apparatur beträgt der größte  $L/D$  Wert 0,44 beim unverdichteten Haufwerk maximaler Höhe. Im Preßversuch liegen typische Werte zwischen 0,05 und 0,25.

Zur Kontrolle der Druckverhältnisse bietet sich die Messung des Druckes am Boden der C-P-Zelle  $p_B$  an. Abweichungen zwischen Preßdruck und Bodendruck können auf zweierlei Ursachen zurückgeführt werden: zum einen Druckgradienten im Haufwerk, bedingt durch das Eigengewicht des Haufwerkes sowie Reibungs- und Adhäsionskräfte zwischen Haufwerk und Wand, zum anderen Gewichtskräfte und Reibungsverluste in der Apparatur. Die Größenordnung der einzelnen Druckbeiträge kann abgeschätzt werden, wenn die Druckdifferenz  $p_p - p_B$  für unterschiedliche Probenmengen bei verschiedenen Preßdrücken bestimmt wird. Bei der Auftragung  $(p_p - p_B) = f(h_c)$  wie in Abbildung 4-4 ist eine Gerade zu erwarten, deren Steigung den Einfluß des Druckgradienten am Haufwerk wiedergibt und deren Achsenabschnitt die apparaturbedingten Abweichungen erfaßt.

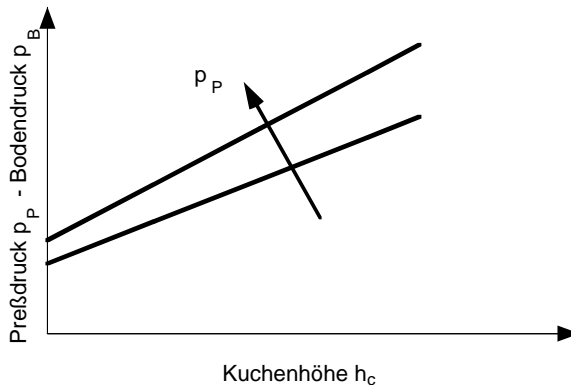


Abbildung 4-4: Gesamtdruckverlust  $p_p - p_B$  in Abhängigkeit der Kuchenhöhe  $h_c$

Zur Berechnung des Druckverlaufes im Haufwerk werden Kräftebilanzen herangezogen [Shirato und Aragaki 1972], [Tiller 1972].

$$\frac{\partial p_S}{\partial x} = \frac{4}{D} K_R \lambda p_S - (1 - \varepsilon) p_S g - \varepsilon \rho_L g + \frac{4}{D} \tau_A \quad (4-8)$$

Der Gradient des Feststoffgerüstdruckes ergibt sich aus dem Eigengewicht von Feststoff und Flüssigkeit sowie den Spannungen aufgrund von Reibung und Adhäsion zwischen Haufwerk und Wand. Letztere sind durch den Reibkoeffizienten  $k_R$ , das Querlastverhältnis  $\lambda$  und die Adhäsionsspannung  $\tau_A$  charakterisiert. Üblicherweise werden diese Parameter als materialspezifische Konstanten aufgefaßt. Adhäsion und Gewichtskräfte sind damit unabhängig vom Preßdruck, während die Wandreibung proportional zum Preßdruck steigt. Bei vernachlässigbaren Reibungskräften im Haufwerk ergeben sich deshalb in der Auftragung  $(p_p - p_B) = f(h_c)$  gleiche Steigungen bei verschiedenen Drücken, während mit dem Druck zunehmende Steigungen auf eine Dominanz der Reibkräfte deuten.

Die Randbedingungen an Unter- und Oberseite des Haufwerkes folgen aus den Besonderheiten der Apparatur. An der Unterseite des Haufwerkes ergibt sich der Feststoffgerüstdruck  $p_s$  ( $x = 0$ ) aus dem Bodendruck  $p_B$  und den Gewichts- und Reibungskräften im Unterteil der Anlage  $F_{G,u}$  und  $F_{R,u}$ .

$$p_s(x=0) = p_B - \frac{F_{G,u}}{A} + \frac{F_{R,u}}{A} \quad (4-9)$$

an der Oberseite resultiert der Feststoffgerüstdruck  $p_s$  ( $x = h_C$ ) aus dem Preßdruck und den Kräften am Preßkolben  $F_{G,o}$  und  $F_{R,o}$ .

$$p_s(x=h_C) = p_P + \frac{F_{G,o}}{A} - \frac{F_{R,o}}{A} \quad (4-10)$$

Bei der Auftragung ( $p_P - p_B$ ) =  $f(h_C)$  gehen alle apparaturbedingten Verluste in den Achsenabschnitt ein. Eine Druckabhängigkeit dieses Anteils kann sich dann ergeben, wenn die Reibung des Dichtrings am Preßkolben aufgrund stärkerer Verschmutzung bei höheren Drücken zunimmt.

Die Gewichts- und Reibungskräfte in der Anlage sind in der Meßwerterfassung berücksichtigt. In Preßversuchen mit unterschiedlichen Probenmengen werden die Druckverhältnisse für jedes einzelne Material untersucht. Die Ergebnisse dieser Vorversuche gehen in Korrekturfunktionen zur Berechnung der Drücke am Haufwerk ein.

Die Meßwerte für Porosität und Widerstand werden einem mittleren Feststoffgerüstdruck zugeordnet. Dieser sogenannte effektive Preßdruck wird im Regelfall dominanter Wandreibung am Haufwerk als logarithmischer Mittelwert der Drücke an Ober- und Unterseite des Preßlings berechnet. Bei vernachlässigbarer Wandreibung ist der arithmetische Mittelwert vorzuziehen. Bei hinreichend kleinen Durchströmungsdrücken kann davon ausgegangen werden, daß das Haufwerk die Struktur aus dem Preßversuch beibehält. Dann können Porosität und Widerstand auf den gleichen effektiven Preßdruck bezogen werden.

#### 4.3.5 Schwierigkeiten in C-P-Tests bei niedrigen Drücken

Die C-P-Methode stößt bei kleinen Preßdrücken auf besondere Schwierigkeiten, weil gering belastete Haufwerke äußerst instabil sind. Kleine Unregelmäßigkeiten, wie z.B. ein ungleichmäßiges Aufliegen des Preßkolbens, der Einschluß von Luftblasen oder eine lokale Verschmutzung des Filtermediums, können zu Inhomogenitäten führen, die sich in Abweichungen der Meßwerte für Porosität und Widerstand äußern. Stärker vorgepreßte Haufwerke sind robuster gegenüber solchen kleinen Störungen. So ist zu verstehen, warum trotz großer Sorgfalt bei der Versuchsdurchführung die Reproduzierbarkeit der C-P-Messungen bei kleinen Drücken weniger zufriedenstellend ist (s.a. [Shirato und Aragaki 1972]).

Bei der Verwendung eines pneumatischen Preßkolbens macht sich zusätzlich der sogenannte "slip-stick-effect" bemerkbar: Wenn der vorgegebene Gasdruck gerade ausreicht, um den Kolben aus der Ruhelage zu bewegen, aber nicht groß genug ist, um den Kolben gegen den Reibungswiderstand der Dichtungen weiter zu verschieben, kommt es zu einer ruckartigen Bewegung, die es unmöglich macht, den Preßkolben unter kontrollierten Bedingungen mit der Probe in Kontakt zu bringen. Dadurch wird der Meßbereich der C-P-Zelle nach unten begrenzt. Mit der verwendeten Apparatur konnten zuverlässige Messungen erst bei Drücken ab ca. 0,1 bar durchgeführt werden.

In einem Filterkuchen liegen von der unbelasteten Kuchenoberfläche bis zur maximal belasteten Grundsicht verschiedene Belastungszustände vor. Die dazugehörigen lokalen Werte der Porosität und des Durchströmungswiderstandes gehen alle in die Berechnung der globalen Werte ein. Je kompressibler das Haufwerk, um so größer ist der Anteil der wenig belasteten Schichten gegenüber der stark kompaktierten Grundsicht (vgl. Kapitel 2.1.2). Demnach haben gerade die wenig belasteten Schichten bei hoch kompressiblen Kuchen großen Einfluß auf die Mittelwerte von Porosität und Widerstand, die beide wichtige Auslegungsdaten sind.

Zur sicheren Auslegung von Fest-Flüssig-Trennprozessen sind daher zuverlässige Daten zum Materialverhalten bei kleinen Preßdrücken erforderlich. Wegen der zuvor genannten Schwierigkeiten müssen die Ergebnisse von C-P-Tests aber gerade in diesem Bereich mit Vorbehalten betrachtet werden. Abbildung 4-5 demonstriert am Beispiel des Modellmaterials "C", wie groß die Bereiche mit unsicherer Datenbasis sein können.

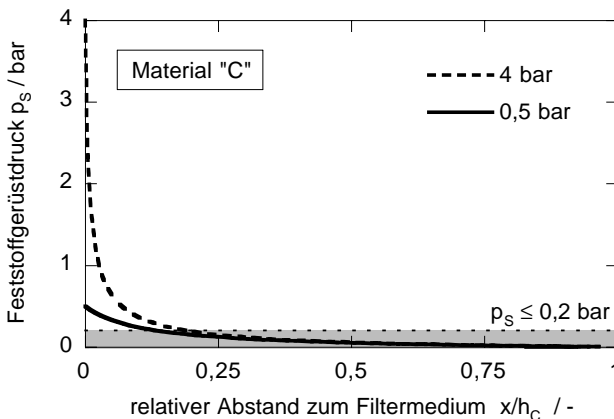


Abbildung 4-5: Meßbereich der C-P-Zelle im Vergleich zu Druckverhältnissen in einem Filterkuchen, Modellierung für Materialgesetz "C"



Bei dem super kompressiblen Material "C" liegen bei üblichen Filtrationsdrücken zwischen 0,5 und 4 bar mehr als 80% des Filterkuchens unter geringen Druckbelastungen vor, für die Materialgesetze durch C-P-Messungen nicht abgesichert werden können.

Eine einfache Extrapolation der Materialgesetze in den Bereich sehr niedriger Drücke könnte zu unsinnigen Werten wie Porositäten über 100% führen. Vielmehr ist es notwendig, durch eine geeignete Wahl von Grenzdrücken (nach Gleichung (2-16), (2-17)) bzw. Bezugsdrücken (nach Gleichung (2-18), (2-19)) zu einer realistischen Beschreibung des Materialverhaltens zu kommen.

Sedimentationstests bieten sich zur Ergänzung der C-P-Messungen an (vgl. Kapitel 4.4.1). Die Sedimentporosität  $\varepsilon_0$  als Näherungswert für die Porosität eines unbelasteten Haufwerkes gibt eine obere Schranke für die Porosität an. Der Grenz- bzw. Bezugsdruck muß dann so gewählt werden, daß sich mit dem ausgewählten Materialgesetz keine höheren Werte ergeben. Auf ähnliche Weise kann der aus der Sedimentationsgeschwindigkeit berechnete Widerstand  $\alpha_0$  [Shirato et al. 1983] als untere Schranke für den Durchströmungswiderstand aufgefaßt werden, was wiederum zur Festlegung eines Grenz- bzw. Bezugsdruckes führt.

Die akkurate Messung der beiden Schrankenwerte ist schwierig. Insbesondere kleine Abweichungen beim Widerstand können große Variationen der gesuchten Drücke verursachen. Meßungenauigkeiten können dazu führen, daß sich aus der Widerstandsmethode andere Grenz- und Bezugsdrücke als aus der Porositätsmethode ergeben. Da die Sedimentporosität exakter erfaßt werden kann, ist letzterer Methode der Vorzug zu geben.

## 4.4 Ergänzende Untersuchungen

Zusätzlich zu den Standardtests wurden einzelne Aspekte des Filtrationsverhaltens in ergänzenden Experimenten untersucht. In Einzelfällen kam dabei anstelle der in die C-P-F-Zelle integrierten Drucknutsche eine im wesentlichen baugleiche Nutsche mit kleinerem Durchmesser (Filterfläche 20 cm<sup>2</sup>, entspricht der gesamten Querschnittsfläche) zum Einsatz.

### 4.4.1 Sedimentationsverhalten

In Ergänzung zu C-P-Tests geben Sedimentationsversuche im Standzylinder Aufschluß über das kompressible Materialverhalten bei sehr niedrigen Feststoffgerüstdrücken. Die Porosität des Sedimentes im Konsolidierungsgleichgewicht wird als Näherungswert für die Porosität eines unbelasteten Haufwerkes gemessen.

$$\varepsilon_0 = \varepsilon(p_S=0) \approx \varepsilon_{\text{Sed}}(t \rightarrow \infty) \quad (4-11)$$

Die Ergebnisse dieser Messungen bilden zusammen mit den Meßdaten aus Kapitel 6.1 die Grundlage für die Formulierung der Materialgesetze (vgl. auch Abschnitt 4.3.5).

#### 4.4.2 Verlauf des Flüssigkeitsdruckes im Filterkuchen

In einzelnen Kuchenbildungsversuchen wurde der örtliche und zeitliche Druckverlauf im Haufwerk erfaßt (vgl. Kapitel 6.2.1). Dabei kam ein spezieller Kuchenbildungsring mit seitlichen Bohrungen auf verschiedenen Höhen zum Einsatz (vgl. Abbildung 4-6). In den Bohrungen sind Kapillaren befestigt, die mit Drucksensoren (piezo-resistive Druckwandler Typ 93, Fa. DELTA Regeltechnik GmbH, München) verbunden sind. Die Kapillaren und die Meßkammern der Sensoren werden vollständig mit entgastem Wasser gefüllt, so daß der lokale hydraulische Druck im Haufwerk direkt vom entsprechenden Sensor aufgenommen werden kann. Da die Kapillaren in den Kuchen hineinragen, kann dieser Kuchenbildungsring nicht an der C-P-Zelle eingesetzt werden.

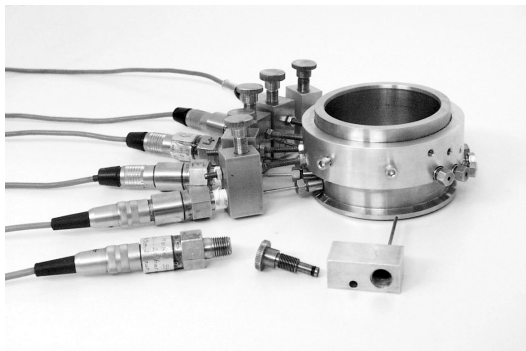


Abbildung 4-6: Kuchenbildungsring mit Drucksonden

#### 4.4.3 Porositätsverlauf im Filterkuchen

Für diese Untersuchung wird im Anschluß an die Kuchenbildung in der kleinen Drucknutsche der entlastete Filterkuchen in ebene Scheiben zerteilt, deren Porosität nach Gleichung (4-2) ermittelt wird. Die Methode zur Präparation der Kuchen wird von Anlauf [1986] beschrieben.

Der Porositätsverlauf ergibt sich aus der Auftragung der Porositäten über der Koordinate  $x$ , an der sich die Mitte der jeweiligen Scheibe im Kuchen befand. Zum Vergleich von Daten, die an Kuchen verschiedener Höhe gemessen worden sind, kann der Abstand vom Filtermedium  $x$  auf die Höhe des gesamten Kuchens  $h_c$  bezogen werden. Die Dicke der Scheiben sollte 2 mm nicht unterschreiten. Um eine bessere Auflösung zu erreichen, können die Porositätsverläufe von mehreren

Kuchen, die unter identischen Bedingungen hergestellt und in versetzten Ebenen zerteilt worden sind, kombiniert werden.

Ergebnisse aus derartigen Untersuchungen finden sich beispielsweise in Kapitel 6.2.2.

#### **4.4.4 Schrumpfung**

Wenn die Porenflüssigkeit kompressibler Filterkuchen durch Gas verdrängt wird oder bei thermischer Trocknung verdunstet, dann ist eine solche Untersättigung in der Regel mit einer deutlichen Abnahme des Kuchenvolumens, der sogenannten Schrumpfung, verbunden.

Wiedemann [1996] hat standardisierte Methoden zur quantitativen Erfassung der Schrumpfung entwickelt. Dazu werden Filterkuchen bis zum Konsolidierungsgleichgewicht gepreßt, gewogen und vermessen. Während eines schonenden Trocknungsprozesses werden Wägungen und Vermessungen wiederholt, bis der Kuchen vollständig getrocknet ist. Aus den Meßdaten für Durchmesser und Höhe des Kuchens wird sein Volumen bestimmt, unter Einbeziehung der Wägungsergebnisse wird die Sättigung berechnet. Von besonderem Interesse ist die Porosität, die sich am Ende der Schrumpfung einstellt.

Diese Porosität nach der Schrumpfung wurde an hoch kompressiblen Rußpreßlingen gemessen und mit der Porosität nach Pressung verglichen (vgl. Kapitel 6.1.4.)

#### **4.4.5 Effektiver Filtermediumwiderstand**

Ein Experiment zur Erfassung des effektiven Filtermediumwiderstandes (vgl. Kapitel 7.4.2) gliedert sich in drei Schritte: Zunächst wird in einem Referenzversuch an der Drucknutsche der Widerstand des unbenutzten Filtermediums, der sogenannte Wasserwert, bestimmt. Als Durchströmungsfüssigkeit werden 300 ml destilliertes Wasser vorgelegt. Die Druckdifferenz wird durch den hydrostatischen Druck oder einen Gasdifferenzdruck von 0,5 bar vorgegeben. Im folgenden Schritt wird ein Filterkuchen unter konstantem oder ansteigendem Gasdifferenzdruck gebildet. Anschließend wird das benutzte Filtermedium mit einem Wasserstrahl von anhaftenden Filterkuchenresten gereinigt, bevor sein Durchströmungswiderstand auf gleiche Weise wie im Referenzversuch ermittelt wird.

#### 4.4.6 Intermittierende Kuchenfiltration

Bei der intermittierenden Kuchenfiltration (vgl. Kapitel 7.5) wird die Kuchenbildung in der kleinen Drucknutsche in festgelegten Intervallen unterbrochen. In jeder dieser Zwischenpausen wird der Kuchen bei abgesteuertem Druck und verschlossenem Filtratablauf in die überstehende Suspension eingerührt. Beim diskontinuierlichen Rühren kam Rührer 1 zum Einsatz, beim kontinuierlichen Aufrühren Rührer 2. Beide Rührer sind in Abbildung 4-7 schematisch dargestellt.

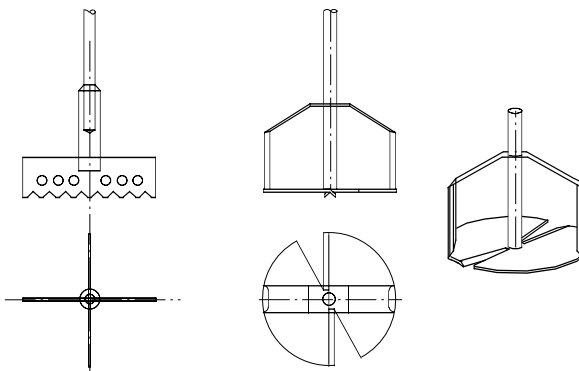


Abbildung 4-7: Rührer für die intermittierende Filtration  
links Rührer 1, rechts Rührer 2

Der Rührer 1 ist durch vier senkrechte Rührerblätter gekennzeichnet. Beim Drehen des Rührers wird der Kuchen vom Filtermedium abgeschabt und mit der Suspension vermischt. Dieser Rührer ist zum Wiederanmaischen zwischen zwei Filtrationschritten geeignet.

Der Rührer 2 ist zum kontinuierlichen Aufrühren während der Filtration konzipiert worden. Beim langsamen Drehen des Rührers wird der Kuchen an der Vorderkante der Schneide angehoben, gleitet über das Leitblech und rutscht dann über die Hinterkante des Bleches auf den Kuchen, der in der Zwischenzeit unter dem Rührer gebildet worden ist. Die seitlichen Stege dienen dazu, den Kuchen von der Wand der Drucknutsche abzulösen und nach innen zu führen. Zwischen Steg und Wand kann Suspension zum Filtermedium nachfließen.

## 4.5 Schlußfolgerungen

Zur Auslegung von Filtrationsprozessen sind Experimente nach wie vor unverzichtbar. Die bekannten experimentellen Methoden zur Laborfiltration [VDI-Richtlinie 2762] müssen an die Eigenheiten kompressibler Filterkuchen angepaßt werden.

Für diese Zwecke ist eine spezielle Versuchsapparatur entwickelt worden, die C-P-F-Zelle, bei der eine C-P-Zelle zur Erfassung des Materialverhaltens gepreßter Filterkuchen und eine Filterzelle (Drucknutsche) zur Untersuchung der Kuchenbildung kombiniert sind. Beide Komponenten sind für einen maximalen Druck von 16 bar ausgelegt, was für die Auslegung gebräuchlicher Filterapparate hinreichend ist. An der Filterzelle können konstante oder zeitlich veränderliche Gasdifferenzdrücke vorgegeben werden. Weil der Filterkuchen unmittelbar von der Drucknutsche an die C-P-Zelle weitergegeben werden kann, können die Versuchstypen Kuchenbildung, Pressung und Durchströmung auf vielfältige Weise miteinander kombiniert werden. Daher eignet sich die C-P-F-Zelle nicht nur zum Erfassen des Materialverhaltens, sondern auch zum Nachvollziehen technischer Trennprozesse und zur Auslegung unterschiedlicher Filterapparate.

In Kuchenbildungsversuchen wird bei vorgegebener Druckdifferenz die Filtratmenge in Abhängigkeit der Zeit erfaßt. Nach dem Versuch wird die mittlere Porosität des Kuchens gravimetrisch bestimmt. Aus diesen Daten können die Widerstände des Filtermediums und des Filterkuchens ermittelt werden. Voraussetzung dafür ist insbesondere bei kompressiblen Kuchen, daß es gelingt, die Filtratmenge verzögerungsfrei zu erfassen.

Zur Erfassung des Materialverhaltens in C-P-Tests ist es zweckmäßig, mit einer Probe eine Versuchsreihe mit stufenweise ansteigenden Drücken durchzuführen. Bei jeder Druckstufe wird die Probe bis zum Konsolidierungsgleichgewicht gepreßt und anschließend mit der reinen Suspensionsflüssigkeit durchströmt. Wandreibungseffekte in der C-P-Zelle werden über einen Vergleich zwischen vorgegebenem Preßdruck und dem auf den Boden der Zelle übertragenen Druck erfaßt und bei der Auswertung der Meßdaten berücksichtigt.

Hauptergebnisse sind die Porosität aus dem Preßversuch und der Haufwerkswiderstand in Abhängigkeit des effektiven Feststoffgerüstdruckes aus dem Durchströmungsversuch. An diese Daten werden sogenannte Materialfunktionen angepaßt, die unter der Annahme, daß sich eine Schicht im Filterkuchen genauso verhält wie ein Preßling bei gleichem Feststoffgerüstdruck (vgl. Abschnitt 2.3.1.2), in die Prozeßsimulation für Fest-Flüssig-Trennprozesse eingehen.

Beispielhafte Resultate aus C-P-Tests werden in Kapitel 6.1 vorgestellt, in Kapitel 6.2 folgen ergänzende Untersuchungen zur Struktur von Filterkuchen. Experimentelle Ergebnisse zur Kuchenbildung werden in Kapitel 6.3 Simulationsergebnissen gegenübergestellt.

## 5 Versuchsmaterialien

### 5.1 Auswahl der Feststoffe

Die Versuchsmaterialien sollen repräsentativ für einzelne Stoffklassen, in denen unterschiedliche Kompressionsmechanismen dominieren, stehen. Betrachtet wurden verschiedene Partikelformen: Körner, Plättchen und Fasern; außerdem deformierbare Partikeln und agglomerierte Feinstpartikeln. Bei allen ausgewählten Stoffsystemen tritt der Einfluß der mechanischen Belastung auf die Struktureigenschaften klar hervor (vgl. Kapitel 6.1).

#### 5.1.1 Plättchenförmige Partikeln

Die Auswirkungen von Partikelumlagerungen auf die Verdichtung von Haufwerksstrukturen läßt sich bei plättchenförmigen Partikeln besonders deutlich zeigen. Das Versuchsmaterial Kaolin gehört zu den Tonmineralien. Sein Hauptbestandteil Kaolinit  $\text{Al}_2(\text{OH})_2\text{Si}_2\text{O}_5$  weist Plättchenform auf (vgl. Abbildung 5-1). Das Verhältnis Kantenlänge zu Dicke typischer Kaolinit Kristalle beträgt etwa 10:1. Die Oberflächenladung der Kristalle ist ungleich verteilt: An den Schnittflächen überwiegen negative Ladungen, an den Kanten positive [Hunter 1993]. Daher lagern sich die Plättchen in größeren Aggregaten oder einer lockeren Kartenhausstruktur an (vgl. Abbildung 5-1). Das verwendete Kaolin "HI spezial" wird von der Firma Gebrüder Dorfner GmbH & Co. / Kaolin- und Kristallquarzsandwerke KG, Hirschau vertrieben. Es besteht zu 93,7% aus Kaolinit und wird als Füllstoff in der Lack- und Farbenindustrie eingesetzt.

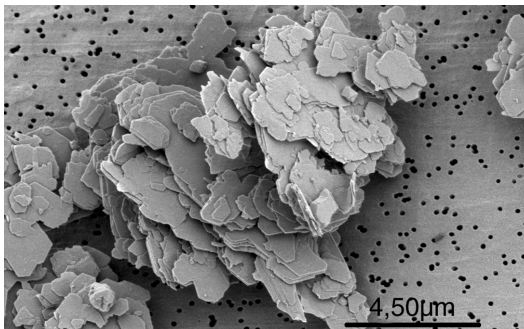


Abbildung 5-1: REM-Aufnahme von Kaolin

### 5.1.2 Deformierbare Partikeln

Als Beispielmaterial mit verformbaren Partikeln kommt Divergan W<sup>®</sup> zum Einsatz. Unter diesem Handelsnamen vertreibt die BASF AG, Ludwigshafen ein quervernetztes Polyvinylpyrrolidon Poly-1-(2-oxo-1-pyrrolidiny)-ethylen (C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>NO)<sub>n</sub>, das aufgrund seines hohen Adsorptionsvermögens gegenüber phenolischen Verbindungen zur Stabilisierung von Wein verwendet wird. Das wasserunlösliche Polymerisat liegt in Form knäuelartiger Partikeln mit einer feinstrukturierten, stark faltigen Oberfläche vor (vgl. Abbildung 5-2). Die Partikeln zeigen ausgeprägtes elastisches Verhalten [Wiedemann 1996].

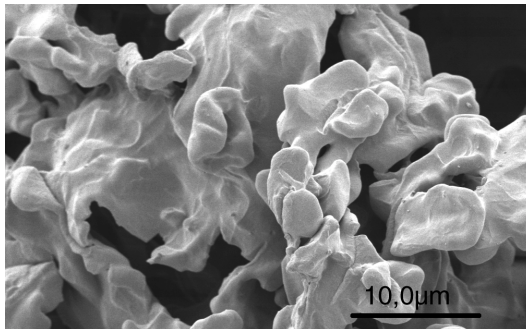


Abbildung 5-2: REM-Aufnahme von Divergan

### 5.1.3 Faserförmige Partikeln

Die Biegsamkeit von Fasern ist Hauptursache der Kompressibilität von Haufwerken aus Zellulose. Das Filterhilfsmittel "Arbocel 600-30" von der Firma Schenk Filterbau GmbH, Waldstetten wird durch Reinigung und Mahlung aus natürlicher Holzzellulose gewonnen. Der Gesamtzellulosegehalt beträgt etwa 99,5 Gew%. Das Material liegt als Mischung von Körnern und Fasern vor, wobei das Verhältnis von Faserlänge zu Faserstärke zwischen 1 und 30 variiert (vgl. Abbildung 5-3).

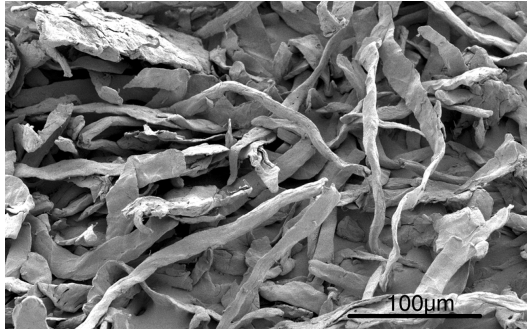


Abbildung 5-3: REM-Aufnahme von Zellulose

#### 5.1.4 Agglomerierte Feinstpartikeln

Grenzflächenkräfte wirken sich bei feinen Partikeln besonders stark auf die Kompressibilität aus. Zur Veranschaulichung dieser Effekte dient der nanoskalige Industrieruß "FW200", der von der Firma Degussa, Hanau nach einem Gasrußverfahren hergestellt wird. Dieses Produkt wird überwiegend als Schwarzpigment eingesetzt. Wegen der Entstehung im Luftüberschuß und einer oxidativen Nachbehandlung trägt dieser Ruß sauerstoffhaltige Oberflächenladungen, die für eine gute Benetzbarkeit und eine saure Reaktion in wäßriger Suspension verantwortlich sind. Die sphärischen Primärpartikeln lagern sich zu Agglomeraten hoher Innenporosität zusammen (vgl. Abbildung 5-4).

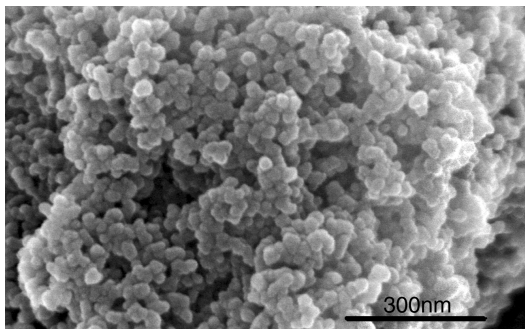


Abbildung 5-4: REM-Aufnahme von Ruß

#### 5.1.5 Körnige Partikeln

Eine feinkörnige Kalksteinfraktion (Mikro-Calcilin von der Firma Ulmer Füllstoff Vertrieb) wird in den Experimenten zur intermittierenden Filtration (vgl. Kapitel 7.5)



als Referenzmaterial für ein wenig kompressibles Material eingesetzt. Der Feststoff besteht zu ca. 99% aus  $\text{CaCO}_3$ , weitere Bestandteile sind  $\text{MgCO}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeO}_3$ , Mn und Cu. Die REM-Aufnahme in Abbildung 5-5 zeigt Körner mit kantigen Oberflächen. Aus Kuchenbildungsversuchen ergibt sich eine globale Kompressibilität  $N_x$  (vgl. Kapitel 2.2.2) von 0,18.

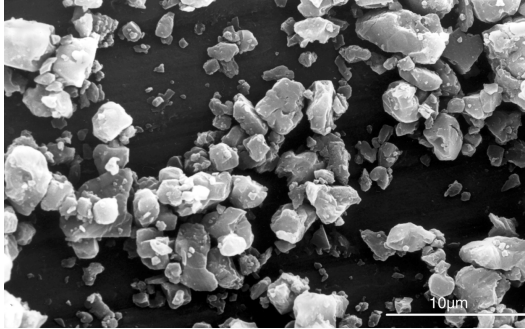


Abbildung 5-5: REM-Aufnahme von Mikro-Calcilin

## 5.2 Charakterisierung der Feststoffe

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (REM-Aufnahmen) in Abbildung 5-1 bis Abbildung 5-4 zeigen Partikelform und -größe der verwendeten Feststoffe. Die Partikelgrößenverteilungen der verwendeten Feststoffe sind in Abbildung 5-6 dargestellt, ihre Eckdaten sind neben der Massendichte in Tabelle 5-1 angegeben.

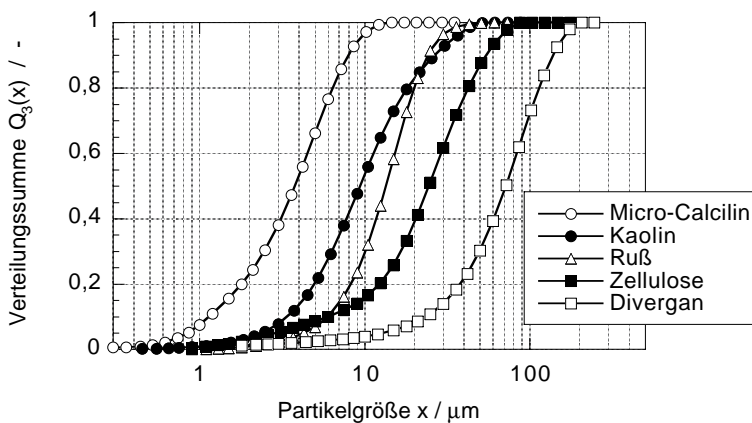


Abbildung 5-6: Partikelgrößenverteilungen der eingesetzten Feststoffe

Die Partikelgrößenverteilung  $Q_3(x)$  wurde nach dem Prinzip der Laserbeugung mit dem Gerät Helos der Firma Sympatec, Clausthal-Zellerfeld ermittelt. Die Messung erfordert eine starke Verdünnung der Suspensionsproben. Bei feindispersen Suspensionen mit Partikelgrößen unter 10  $\mu\text{m}$  liegen häufig empfindliche Agglomerate vor, deren Struktur durch die Probenvorbereitung und das Umpumpen der Probe im Gerät beeinflusst werden kann. Die Meßwerte für Kaolin und Ruß sind als Anhaltswerte für die Partikelgrößenverteilungen der Agglomerate zu verstehen. Die Hersteller nennen folgende mittlere Primärpartikelgrößen in den trockenen Pulvern: Kaolin 1,3  $\mu\text{m}$ , Ruß 13 nm. Bei Abweichungen von der Kugelform wird durch den Auswertalgorithmus die Verteilung zu größeren Partikelgrößen verschoben, was sich insbesondere auf die Ergebnisse für Zellulose und Kaolin auswirkt.

Tabelle 5-1 Eigenschaften der verwendeten Feststoffe

| Feststoff | m. Partikelgröße<br>$x_{50,3} / \mu\text{m}$ | Verteilungsbreite<br>$x_{90,3} / x_{10,3}$ | spez. Oberfläche<br>$S_V / 10^6 \cdot \text{m}^{-1}$ | Massendichte<br>$\rho_s / \text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ |
|-----------|--|--|--|--|
| Kaolin    | 9,4  | 7,9  | 24,7 <sup>1,2</sup>                                  | 2600   |
| Zellulose | 24,6   | 9,1  | 1,47 <sup>3</sup>                                    | 1820   |
| Divergan  | 72,0   | 5,8  | 0,204 <sup>4</sup>                                   | 1230   |
| Ruß       | 13,6   | 4,1  | 860 <sup>1,2</sup>                                   | 1870   |
| Kalkstein | 3,8  | 7,0  | 2,49 <sup>4</sup>                                    | 2700   |

<sup>1</sup> Herstellerangaben,

<sup>2</sup> BET-Verfahren, <sup>3</sup> Blaine- Verfahren, <sup>4</sup> aus Partikelgrößenverteilung

### 5.3 Herstellung der Suspensionen

Alle Feststoffe lagen als trockene Pulver vor, die in demineralisiertem Wasser aus einem Ionenaustauscher (elektrische Leitfähigkeit unter 20  $\mu\text{S}$ , pH 6,5 bis 7) dispergiert wurden. Für die Dichte von Wasser wurde ein Wert von 1000  $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$  angenommen, für die Viskosität bei 20°C 10<sup>-3</sup> Pa·s. Der Temperaturabhängigkeit der Viskosität von Wasser wurde mit einer Korrekturfunktion nach Atkins [1994] Rechnung getragen.

$$\log \left( \frac{\eta_{20}}{\eta(\vartheta)} \right) = \frac{A_\eta}{B_\eta} \quad (5-1)$$

$$A_\eta = 1,37023 \cdot (\vartheta / ^\circ\text{C} - 20) + 8,36 \cdot 10^{-4} \cdot (\vartheta / ^\circ\text{C} - 20)^2, \quad B_\eta = 109 + \vartheta / ^\circ\text{C}$$

Für Suspensionen mit Divergan oder Zellulose wurde dem Wasser 9,1 Gew% Polyethylenglykol PEG20000 HO-[C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O]<sub>n</sub>-H, mittlere Molmasse 20000, von der Firma Clariant, Frankfurt a. M. zur Erhöhung der Viskosität um einen Faktor 10 zuge-

setzt. Das Fließverhalten blieb dabei newtonisch, die Flüssigkeitsdichte und die Temperaturabhängigkeit der Viskosität verhielten sich näherungsweise wie bei reinem Wasser (Abweichungen < 3%). Die Erstarrungstemperatur von PEG20000 liegt bei 60 °C, daher bleibt der Zusatz nach der Trocknung bei ca. 80 °C als Feststoff im Filterkuchen zurück, was bei der Berechnung der Porosität berücksichtigt werden muß.

Für Rußsuspensionen wurde 2 Vol% Ethanol als Dispergierhilfsmittel zum Wasser gegeben. Veränderungen der Flüssigkeitsdichte und der Viskosität konnten dabei vernachlässigt werden. Bei den Versuchen zur Beeinflussung des Agglomerationszustandes wurden den Rußsuspensionen Natronlauge NaOH zur Verschiebung des pH-Wertes bzw. Aluminiumnitrat  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  zur Variation der elektrischen Leitfähigkeit hinzugegeben (vgl. Abschnitt 6.1.4.1).

Die Rußsuspensionen wurden in Gebinden von ca. 3 l angesetzt. Dazu wurde Rußpulver in das Gemisch aus Wasser und Alkohol eingerührt, 15 min mit einem Zahnkranzdispergierer behandelt und anschließend 15 min in einem Vakuumschrank entgast. Unmittelbar vor der Probenahme wurde die Suspension noch einmal dispergiert und entgast. Dadurch sollte gewährleistet werden, daß die Suspensionsproben jeweils im gleichen Agglomerationszustand vorliegen. Durch den hohen Energieeintrag beim Dispergieren findet eine Selektion zugunsten stabilerer Flocken statt, das Größenspektrum der Flocken wird eingeengt [Kleine 1992]. Um Alterungseffekte ausschließen zu können, wurden die Suspensionen nicht länger als zwei Wochen aufbewahrt.

Alle übrigen Suspensionen wurden als Einzelproben angesetzt. Zwischen Herstellung und Verwendung der Proben wurde eine Wartezeit von ca. einem Tag eingehalten, damit ausreichend Zeit zum Einstellen von Lösungsgleichgewichten bzw. zum Quellen gegeben war. Unmittelbar vor Versuchsbeginn wurden die Proben jeweils durch Aufschütteln redispergiert.

## 5.4 Charakterisierung der Suspensionen

Die maßgeblichen Eigenschaften aller verwendeten Suspensionen sind in Tabelle 5-2 zusammengestellt. Die elektrische Leitfähigkeit wurde mit dem Gerät LF 538 (Graphitelektrode TetraCon 325) der Firma WTW Wissenschaftlich Technische Werkstätten, Weilheim gemessen, der pH-Wert mit dem Gerät 340-B/SET-2 des gleichen Herstellers. Das Zeta-Potential wurde nach dem Prinzip der Mikro-Elektrophorese in verdünnten wäßrigen Suspensionen mit dem Gerät PenKem 501 der Firma Collotech, Niddatal bestimmt.

Tabelle 5-2: Eigenschaften der verwendeten Suspensionen

| Feststoff | Flüssigkeit                                 | Feststoffkonz.<br>$c_{\text{Susp}} / \%$ | pH-Wert<br>- | Leitfähigkeit<br>LF / $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ | Zeta-Potential<br>ZP / mV |
|-----------|---|--|--------------|--|---------------------------|
| Kaolin    | H <sub>2</sub> O demin.                     | 10,0                                     | 7,0          | 610  | -23                       |
| Zellulose | H <sub>2</sub> O demin.<br>+ 9,1 Gew% PEG   | 3,0                                      | 5,9          | 40   | -3                        |
| Divergan  | H <sub>2</sub> O demin.<br>+ 9,1 Gew% PEG   | 5,0                                      | 5,6          | 40   | -4                        |
| Ruß       | H <sub>2</sub> O demin.<br>+ 2 Vol% Ethanol | 1,5                                      | 2,5          | 1900   | -14                       |
| Kalkstein | H <sub>2</sub> O demin.                     | 15,0                                     | 8,9          | 50   | -22                       |



## 6 Experimentelle Ergebnisse

In diesem Kapitel werden vorrangig Ergebnisse grundlegender Experimente zur Erfassung des Materialverhaltens vorgestellt. Dabei fanden die Methoden Anwendung, die in Kapitel 4 beschrieben sind. Weitere Experimente zu speziellen Prozeßvarianten werden in Kapitel 7 eingebracht.

### 6.1 Materialverhalten kompressibler Haufwerke

Das Materialverhalten kompressibler Haufwerke wird im wesentlichen durch die Materialgesetze für Porosität und Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit vom Preßdruck charakterisiert. Diese Funktionen beschreiben, wie sensibel das Haufwerk auf Druckbeanspruchung reagiert, welche minimale Restfeuchte bei einem vorgegebenen Druck erreicht werden kann und wie sich der Druck auf die Kinetik der Fest-Flüssig-Trennung auswirkt.

Ausgangsbasis für die Formulierung der Materialgesetze sind die Ergebnisse von Preß- und Durchströmungsversuchen an der C-P-Zelle bei Preßdrücken zwischen ca. 0,2 bar und 16 bar (vgl. Kapitel 4.3). Die Grenzwerte der Materialfunktionen bei verschwindend kleinen Feststoffgerüstdrücken werden aus Sedimentationsdaten abgeschätzt (vgl. Kapitel 4.4.1). An die Meßwerte sind abschnittsweise einfache Potenzgesetze analog zu den Gleichungen (2-16) und (2-17) angepaßt worden, deren Verlauf als durchgezogene Linie bei den zugehörigen Meßwerten eingezeichnet ist. Bei der Anpassung wurde darauf geachtet, daß die Druckbereiche, in denen die Materialgesetze definiert sind, für Porosität und Widerstand übereinstimmen. Die Parameter dieser Funktionen sind für alle untersuchten Materialien in der Tabelle A1-2 im Anhang zusammengefaßt.

In zusätzlichen Preßversuchen wurde die elastische Rückdehnung der Haufwerke erfaßt. In den Diagrammen zur Porosität in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes sind die Porositäten, die unter Last gemessen worden sind, jeweils mit ausgefüllten Symbolen markiert, während den Porositäten im entlasteten Zustand offene Symbole zugeordnet sind.

#### 6.1.1 Plättchenförmige Partikeln

Die Ergebnisse der C-P-Untersuchungen in Abbildung 6-1 und Abbildung 6-2 weisen Kaolin als mäßig kompressibles Material gemäß der Einteilung nach Tiller und Hsyung [1993] aus (vgl. Abschnitt 2.3.1.2). Bei einer Erhöhung des Feststoffgerüstdruckes über nahezu zwei Dekaden verringert sich die Porosität um ca. 20 Prozentpunkte, der Widerstand steigt auf etwa den zehnfachen Wert an. Eine elastische Rückdehnung macht sich nur bei niedrigen Drücken bemerkbar.

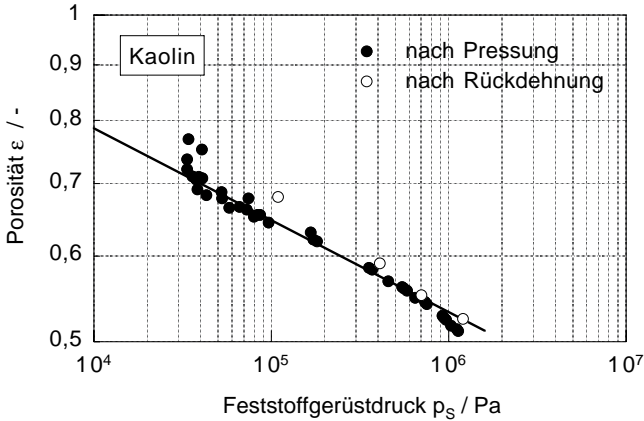


Abbildung 6-1: C-P-Daten für Kaolin: Porosität in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

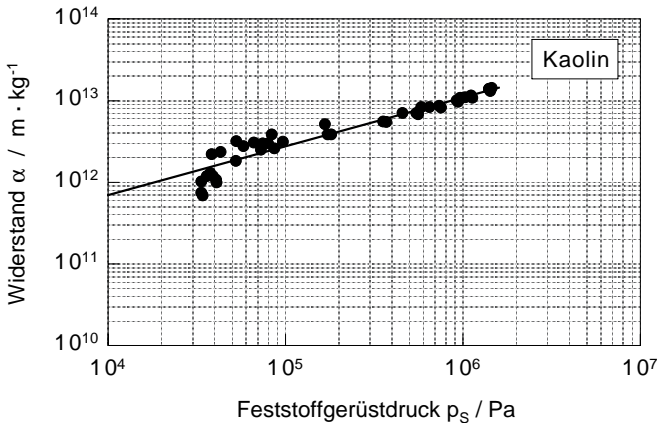


Abbildung 6-2: C-P-Daten für Kaolin: Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

Die Kompressibilität von Kaolin ist in erster Linie auf die Umlagerung der Partikeln zurückzuführen. Die Kaolinplättchen bauen im unbelasteten Zustand kartenhausähnliche Strukturen auf, die größeren Drucklasten nicht standhalten können. Bei einer Drucksteigerung klappen die Plättchen um und stapeln sich flach übereinander, die Stapel werden weiter zusammengeschoben. Das frei durchströmbare Porenvolumen wird dadurch erheblich vermindert; bei sphärischen Partikeln würde sich die Umlagerung in geringerem Maß auswirken. Die Rückdehnung bei niedrigen Drücken könnte damit erklärt werden, daß sich gering belastete Plättchen wieder aufrichten können.

### 6.1.2 Deformierbare Partikeln

In den Ergebnisse der C-P-Untersuchungen an Divergan in Abbildung 6-3 und Abbildung 6-4 wird kompressibles Materialverhalten deutlich sichtbar: Im untersuchten Druckbereich nimmt die Porosität um über 30 Prozentpunkte ab, während der Widerstand über nahezu zwei Dekaden ansteigt.

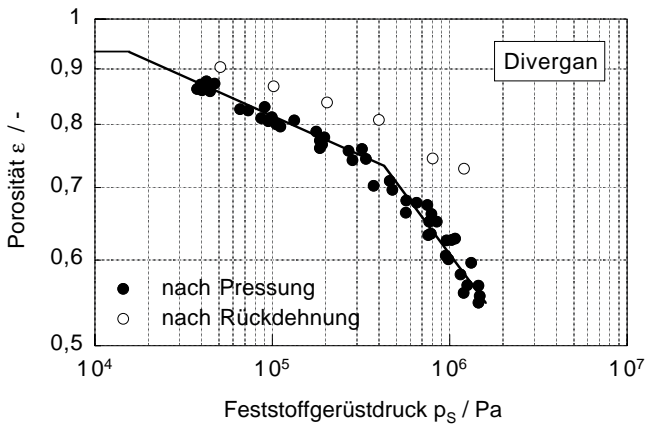


Abbildung 6-3: C-P-Daten für Divergan: Porosität in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

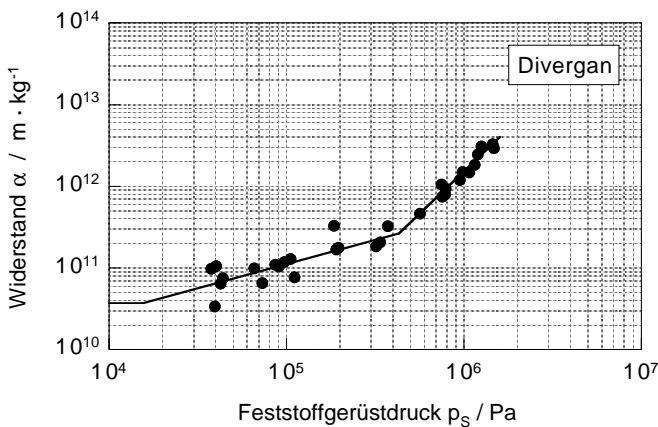


Abbildung 6-4: C-P-Daten für Divergan: Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes



Beachtlich ist die elastische Rückdehnung, die sich insbesondere bei höheren Drücken bemerkbar macht. Bei Experimenten mit vorgegebener Ausgangskuchenhöhe wird die durch Pressung verursachte Höhenänderung bei erhöhten Preßdrücken geringer, die durch Rückdehnung verursachte Höhenänderung verringert sich dagegen kaum. Deshalb führt die Rückdehnung bei hohen Preßdrücken zu einer größeren Porositätsänderung als bei kleinen Preßdrücken.

Zwei Bereiche sind klar zu unterscheiden: Im ersten Bereich ist die Kompressibilität noch mäßig, bei Drücken über ca. 4 bar hingegen ist das Materialverhalten als super kompressibel einzustufen (vgl. Abschnitt 2.3.1.2). Dieser Übergang tritt sowohl bei der Porosität als auch beim Widerstand hervor. Der Zusammenhang zwischen diesen beiden Größen bleibt im betrachteten Druckintervall nahezu unverändert.

Für die Kompressibilität von Divergan können zwei Mechanismen verantwortlich gemacht werden: Die Umlagerung körniger Partikeln und die Verformung der Partikeln an sich. Beim Umlagern verändern die Partikeln ihre Lage zueinander, Feststoffbrücken kollabieren und Partikeln schieben sich in Zwischenräume. Solche Vorgänge sind beim Entlasten nicht rückgängig zu machen. Der elastische Anteil der Verformung von Diverganpartikeln führt hingegen zu einer Rückdehnung beim Entlasten des Haufwerkes.

Die beiden Grundmechanismen wirken bei der mit steigenden Drücken fortschreitenden Kompaktierung des Haufwerkes zusammen. Bei niedrigen Preßdrücken ist die Haufwerksstruktur noch so locker, daß die Umlagerung der Partikeln wenig behindert ist. Gequetschte Partikeln können der Verformung entgehen, indem sie in größere Hohlräume ausweichen. Die Umlagerung führt zu einer kompakteren Struktur, in der mehr und mehr Partikeln die Position zu ihren Nachbarn kaum noch verändern können. Die räumlich fixierten Partikeln verformen sich unter der Drucklast und zwingen sich in benachbarte Lücken, bis sie durch andere gequetschte Partikeln daran gehindert werden. Schließlich drängen sich bei hohen Drücken die verformten Partikeln dicht aneinander und lassen nur noch enge Zwischenräume zwischen sich. Es ist zu vermuten, daß der Übergang zum super kompressiblen Materialverhalten dann einsetzt, wenn die dicht gedrängten Partikeln beginnen, einzelne Poren zu verschließen.

### **6.1.3 Faserförmige Partikeln**

Die Kompressibilität von Haufwerken aus Zellulosefasern wird durch die Ergebnisse der C-P-Untersuchungen in Abbildung 6-5 und Abbildung 6-6 belegt: Im betrachteten Druckintervall sinkt die Porosität um nahezu 30 Prozentpunkte, der Widerstand verzehnfacht sich etwa. Ähnlich wie bei Divergan macht sich die Rückdehnung vorwiegend bei höheren Drücken bemerkbar.

Auch bei Zellulose können zwei Kompressibilitätsbereiche abgegrenzt werden; bei Feststoffgerüstdrücken zwischen 5 und 6 bar geht das Material von mäßigem zu hoch kompressiblen Verhalten über.

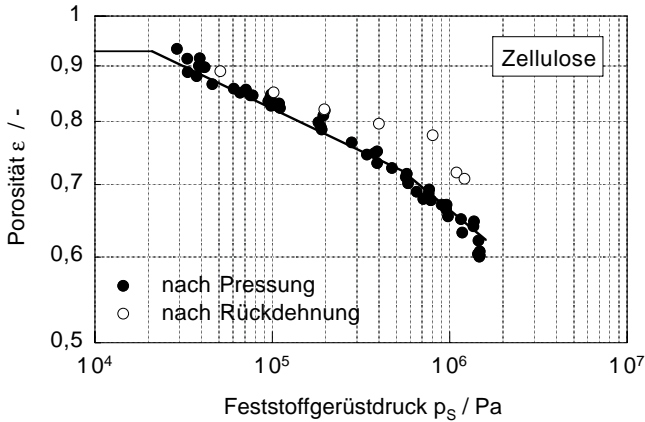


Abbildung 6-5: C-P-Daten für Zellulose: Porosität in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

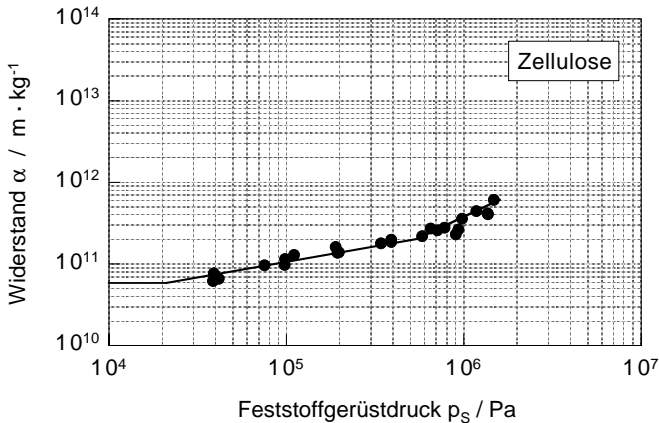


Abbildung 6-6: C-P-Daten für Zellulose: Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

Das kompressible Verhalten der Zellulosepackungen kann wie folgt erklärt werden: Im Ausgangszustand liegt ein lockeres Netzwerk aus Fasern vor. Mit wachsender Druckbelastung werden die Fasern ineinander geschoben. Dabei behindern sich die Fasern zunehmend. Die Fasern können sich gegenseitig ausweichen, indem sie sich verbiegen. Dadurch wird eine weitere Kompaktierung möglich. Das Rückbiegen von Fasern führt zu einer Ausdehnung des Haufwerkes nach dem Entlasten. Im ersten Kompressionsbereich überwiegt die plastische Verformung durch das Zusammenrücken der Fasern, im zweiten Bereich tritt der elastische Anteil stärker hervor.

### 6.1.4 Agglomerierte Feinstpartikeln

Von den untersuchten Materialien zeigen Rußfilterkuchen die höchste Kompressibilität. Die C-P-Daten in Abbildung 6-7 und Abbildung 6-8 zeigen im Druckbereich von 0,2 bis 15 bar eine Verminderung der Porosität von 97% auf 73%, der Widerstand steigt im gleichen Intervall um mehr als zwei Dekaden.

Auffällig sind zwei deutlich abgegrenzte Kompressionsbereiche: Im ersten Bereich wächst der Widerstand mit einer Potenz größer zwei mit dem Druck an, dieses super kompressible Verhalten wird im zweiten Bereich von einem langsameren Anstieg mit einer Potenz von ca. 0,6 abgelöst. Dieser Übergang findet schon bei einem vergleichsweise geringen Druck von etwa 1 bar statt. In den Porositätsdaten ist der Übergang weniger augenfällig.

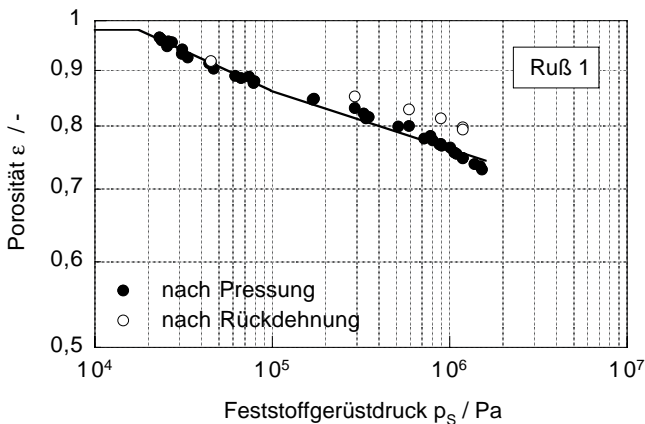


Abbildung 6-7: C-P-Daten für Ruß: Porosität in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

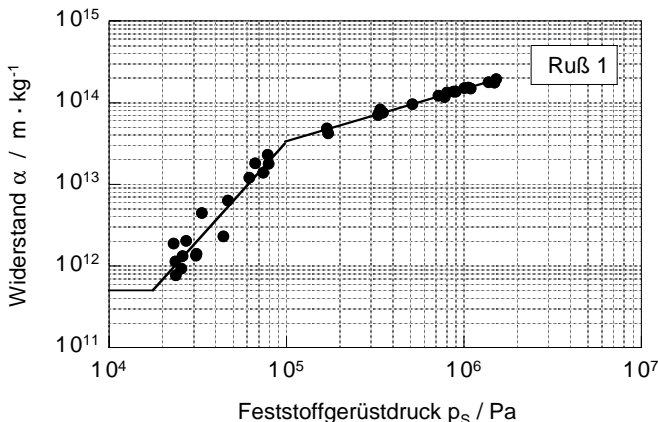


Abbildung 6-8: C-P-Daten für Ruß: Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

Ruß 1 liegt in wässriger Suspension agglomeriert vor (vgl. Kapitel 5.4). In den folgenden Abschnitten soll untersucht werden, inwieweit der Agglomerationszustand einer Suspension sich auf das Kompressionsverhalten von Filterkuchen auswirkt [Alles et al. 1999].

#### 6.1.4.1 Variation der physiko-chemischen Suspensionseigenschaften

Rußpartikeln können in wässrigen Suspensionen agglomerieren. In solchen feindispersen Systemen geben Grenzflächenkräfte die Stabilität einer Suspension vor (s. a. Kapitel 2.1.1). Anziehung oder Abstoßung zwischen Partikeln resultieren nach der DLVO-Theorie aus der Überlagerung von anziehenden Van-der Waals Kräften und abstoßenden elektrostatischen Kräften zwischen geladenen Oberflächen. Als Maß für die Stabilität einer Suspension wird häufig das Zeta-Potential als Näherung für das Potential an der Oberfläche der Partikeln herangezogen: Am isoelektrischen Punkt, bei einem Zeta-Potential von Null, ist die Anziehung zwischen Partikeln und damit die Agglomeratbildung maximal, bei hohen Beträgen des Zeta-Potentials überwiegt dagegen die Abstoßung, die Partikeln liegen vereinzelt in der dann stabil genannten Suspension vor. Das Zeta-Potential kann durch eine Variation des pH-Wertes oder der elektrischen Leitfähigkeit der Suspension beeinflusst werden [Wakeman et al. 1989], [Roth 1991], [Gösele 1995], [Altmann et al. 1998].

Um den Einfluß der physiko-chemischen Eigenschaften auf die Kompressibilität zu untersuchen, wurden Rußsuspensionen mit verschiedenen Zusätzen versehen. "Ruß 1" bezeichnet die Suspension aus Ruß in demineralisiertem Wasser ohne weitere Zusätze (vgl. Kapitel 5.3, 5.4). Der Suspension "Ruß 2" wurde Natronlauge NaOH zur Erhöhung des pH-Wertes zugegeben, der Suspension "Ruß 3" das Salz Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> zur Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit. Die wichtigsten Eigenschaften der drei Suspensionen sind in Tabelle 6-1 zusammengefaßt. Zeta-Potential,

elektrische Leitfähigkeit und pH-Wert wurden, wie in Kapitel 5.4 beschrieben, bei einer Temperatur von ca. 20°C gemessen, die Grenzporosität wurde aus Sedimentationsversuchen gemäß Kapitel 4.4.1 ermittelt. Zusätzlich wurden mit einem Photonenkorrelationsspektrometer (PCS, Typ ALVNIBS der Firma ALV, Langen) Partikelgrößen in unverdünnten Suspensionen gemessen. Der Tabellenwert entspricht charakteristischen Peaks in der Verteilungsdichte  $q_3(x)$ . Der erste Wert liegt jeweils in der Größenordnung der Primärpartikelgröße, der zweite Wert kann mit einer Agglomeratgröße in Verbindung gebracht werden.

Tabelle 6-1: Charakteristische Eigenschaften der Rußsuspensionen

| Suspension | Zusatz                     | pH   | Leitfähigkeit<br>$\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ | Zeta-Pot.<br>mV | $\epsilon_0$<br>– | charakt. Größe<br>m                    |
|------------|----------------------------|------|---|-----------------|-------------------|--|
| Ruß 1      | -                          | 2,5  | 1780  | -10             | 0,98              | $20\cdot 10^{-9}$ ; $8\cdot 10^{-6}$   |
| Ruß 2      | NaOH                       | 11,4 | 1980  | -40             | -                 | $30\cdot 10^{-9}$ ; $100\cdot 10^{-9}$ |
| Ruß 3      | $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ | 1,9  | 25250   | 0               | 0,98              | $20\cdot 10^{-9}$ ; $16\cdot 10^{-6}$  |

Die beiden Suspensionen "Ruß 1" und "Ruß 3" unterscheiden sich in erster Linie hinsichtlich der elektrischen Leitfähigkeit, ansonsten weisen sie ähnliche Merkmale auf. Die Zeta-Potentiale nahe bzw. am Nullpunkt lassen eine starke Agglomeration erwarten, was durch die PCS-Messungen bestätigt wird. Die Agglomeratgröße beträgt etwa das tausendfache der Primärpartikelgröße. Im Gegensatz dazu ist das Zeta-Potential der stark basischen Suspension "Ruß 2" typisch für stabile Suspensionen; die PCS-Daten legen nahe, daß es kaum größere Agglomerate gibt. Die Porositäten nach Schrumpfung (vgl. Kapitel 4.4.4) liegen für alle drei Rußsysteme bei etwa 0,65.

Für die Suspension "Ruß 1" wurden die Untersuchungen an der C-P-Zelle durch ähnliche Experimente mit Feststoffgerüstdrücken bis nahezu 100 bar in einer Hochdruckpresse, die bei Wiedemann [1996] detailliert beschrieben ist, ergänzt. Die Ergebnisse der Versuchsreihen mit den verschiedenen Rußsuspensionen sind in Abbildung 6-9 und Abbildung 6-10 dargestellt.

So wie sich die Suspensionen "Ruß 1" und "Ruß 3" in ihren physiko-chemischen Eigenschaften stark ähneln, so lassen sie sich auch bei den C-P-Daten kaum unterscheiden. Die Suspension "Ruß 2" hebt sich dagegen vor allem bei den Widerstandswerten deutlich ab.

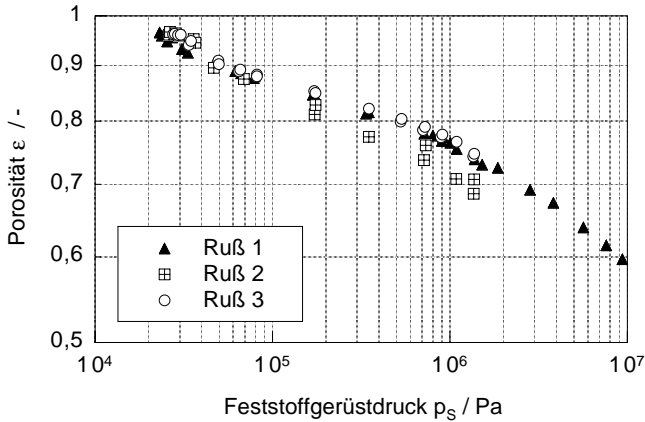


Abbildung 6-9: C-P-Daten für verschiedene Rußtypen: Porosität in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

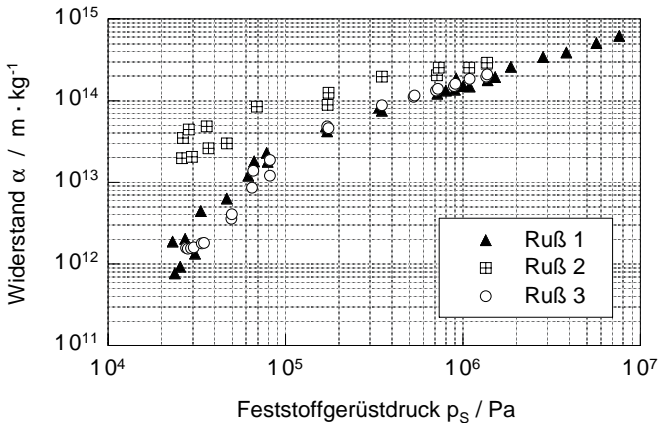


Abbildung 6-10: C-P-Daten für verschiedene Rußtypen: Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes

In der Auftragung des Widerstandes über der Porosität in Abbildung 6-11 kommen Unterschiede und Gemeinsamkeiten noch deutlicher zum Ausdruck. Bei mittleren Porositäten fallen die Widerstandswerte der drei Rußsuspensionen zusammen, erst bei Porositäten über 80% sinken die Werte für "Ruß 1" und "Ruß 3" drastisch ab, während die Widerstände von "Ruß 2" weiter mäßig abnehmen.

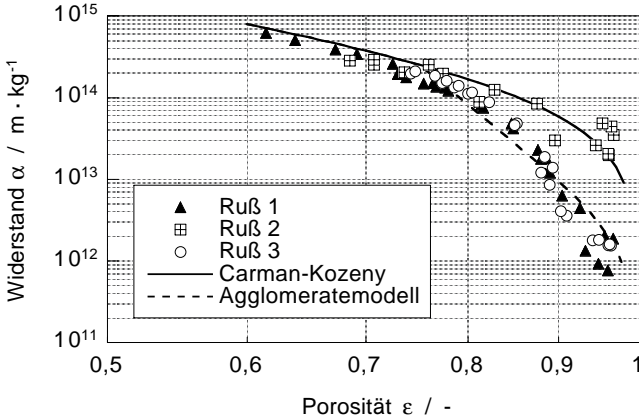


Abbildung 6-11: C-P-Daten: Widerstand in Abhängigkeit der Porosität für verschiedene Rußsuspensionen

Im Folgenden soll ein einfaches Modell entwickelt werden, das diese Ergebnisse qualitativ erklären kann.

#### 6.1.4.2 Modell zum Kompressionsverhalten von Haufwerken aus agglomerierten Feinstpartikeln

Zur Ermittlung der Permeabilität poröser Packungen wird häufig auf die Formel von Carman-Kozeny zurückgegriffen [Rumpf und Gupta, 1971]. Das zugrunde liegende geometrische Modell ist ein System paralleler, gewundener Kapillaren, für deren laminare Durchströmung mit einer newtonschen Flüssigkeit unter einem konstantem Druckgradienten das Gesetz von Hagen-Poiseuille gilt. Der hydraulische Radius der Poren kann dabei als Quotient aus Porenvolumen und Feststoffoberfläche in der Packung aufgefaßt werden. Wenn in einer weiteren Vereinfachung angenommen wird, daß die Packung aus monodispersen Kugeln mit dem Durchmesser  $d$  bestehe, gilt für die Haufwerkspermeabilität  $P$ :

$$P = \frac{1}{K_{C-K}} \cdot \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2} \cdot \frac{d^2}{36} \quad (6-1)$$

mit empirischen Werten für die Konstante  $K_{C-K}$  zwischen 3 und 7.

Unter Verwendung der Umrechnungsfaktoren aus Gleichung (2-3) kann auch der massenspezifische Widerstand  $\alpha$  mit der Carman-Kozeny Gleichung (6-1) berechnet werden. Die durchgezogene Linie in Abbildung 6-11 ergibt sich, wenn dabei für die Konstante  $K_{C-K}$  ein Wert von 5 und für den Partikeldurchmesser ein Wert von  $15 \cdot 10^{-9}$  m, was etwa der Primärpartikelgröße von Ruß entspricht, eingesetzt werden.

Diese Ergebnisse kommen den experimentellen Ergebnissen für "Ruß 2" sehr nahe. Der steile Abfall des Widerstandes bei hohen Porositäten für "Ruß 1" und "Ruß 3" wird jedoch nicht wiedergegeben.

Wenn eine kompaktere Struktur durch eine Umlagerung der Partikeln verursacht wird, dann sollte nach Carman-Kozeny die Permeabilität allein von der Porosität abhängen, weil andere Einflußgrößen wie Partikelform und -größe bzw. spezifische Oberfläche unverändert bleiben. Eine Verringerung der Porosität führt zu engeren Kapillaren und weniger freier Querschnittsfläche. Beide Effekte wirken sich negativ auf die Permeabilität aus. Mit sinkender Porosität sinkt demnach die Permeabilität und steigt der Widerstand.

Das Materialverhalten von "Ruß 2" folgt durchgängig der ausgewählten Porositätsfunktion nach Carman-Kozeny mit konstanter spezifischer Oberfläche. Dies legt den Schluß nahe, daß bei "Ruß 2" im betrachteten Druckbereich die Umlagerung von Primärpartikeln der vorherrschende Kompressionsmechanismus ist. Für "Ruß 1" und "Ruß 3" tritt dieses Verhalten erst bei niedrigen Porositäten, die hohen Drücken entsprechen, auf. Bei kleinen Drücken scheinen sich andere Mechanismen bemerkbar zu machen.

Die Ergebnisse der Suspensionscharakterisierung (vgl. Tabelle 6-1) deuten darauf hin, daß in "Ruß 1" und "Ruß 3" große Agglomerate vorliegen. Die hohen Porositäten bei niedrigen Drücken lassen darauf schließen, daß diese Agglomerate eine hohe Innenporosität aufweisen. Flüssigkeit kann um solche Agglomerate herum strömen, sie kann aber auch durch Hohlräume in den Agglomeraten fließen. Abbildung 6-12 illustriert die Durchströmung einer Packung aus agglomerierten Partikeln.

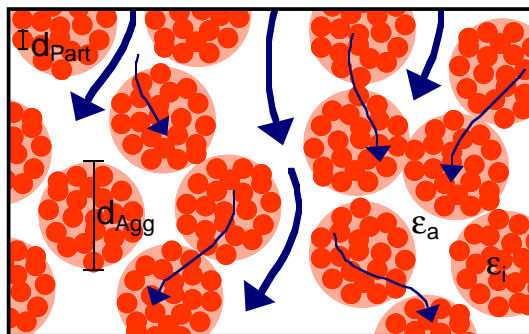


Abbildung 6-12: Durchströmung einer Packung aus agglomerierten Partikeln

Zur Gesamtporosität der Packung  $\varepsilon$  tragen sowohl die Porosität innerhalb der Agglomerate  $\varepsilon_i$  als auch die Porosität außerhalb  $\varepsilon_a$  bei:

$$1 - \varepsilon = (1 - \varepsilon_i)(1 - \varepsilon_a) \quad (6-2)$$



Die Flüssigkeitsvolumenströme innerhalb und außerhalb der Agglomerate,  $q_i$  und  $q_a$ , sollen in diesem einfachen Modell nach der Darcy-Gleichung (2-1) mit der Permeabilität nach Carman-Kozeny (6-1) berechnet werden

$$q_i = \frac{P_i \Delta p}{\eta \Delta h} = \frac{1}{K_{C-K}} \cdot \frac{\varepsilon_i^3}{(1 - \varepsilon_i)^2} \cdot \frac{d_{part}^2}{36} \cdot \frac{\Delta p}{\eta \Delta h} \quad (6-3)$$

$$q_a = \frac{P_a \Delta p}{\eta \Delta h} = \frac{1}{K_{C-K}} \cdot \frac{\varepsilon_a^3}{(1 - \varepsilon_a)^2} \cdot \frac{d_{agg}^2}{36} \cdot \frac{\Delta p}{\eta \Delta h} \quad (6-4)$$

Der Gesamtstrom  $q_{ges}$  summiert sich aus den beiden Teilströmen auf. Demzufolge ist die globale Permeabilität die Summe aus den Permeabilitäten  $P_i$  und  $P_a$ . Entsprechend gilt für den Widerstand:

$$\alpha = \frac{1}{(1 - \varepsilon) \rho_S (P_i + P_a)} = \frac{36 K_{C-K}}{(1 - \varepsilon) \rho_S} \cdot \left[ \frac{\varepsilon_i^3 d_{part}^2}{(1 - \varepsilon_i)^2} + \frac{\varepsilon_a^3 d_{agg}^2}{(1 - \varepsilon)^2} \right]^{-1} \quad (6-5)$$

Nach dieser Gleichung sind die Widerstandswerte errechnet worden, die als gestrichelte Linie in Abbildung 6-11 dargestellt sind. Dabei wird die Konstante  $K_{C-K}$  mit einem Wert von 5 angesetzt, die Primärpartikelgröße  $d_{part}$  mit  $15 \cdot 10^{-9}$  m, die Größe der Agglomerate  $d_{agg}$  mit  $150 \cdot 10^{-9}$  m. Für die Innenporosität der Agglomerate  $\varepsilon_i$  wird ein konstanter Wert von 0,65 angenommen, was der Porosität am Ende der Schrumpfung entspricht (s.o.). Die Verringerung der globalen Porosität  $\varepsilon$  wird demnach zunächst als das Resultat der Umlagerung stabiler Agglomerate in eine kompaktere Struktur aufgefaßt. Erst wenn diese Agglomerate sich nicht mehr enger packen können, setzt die Umlagerung der Primärpartikeln ein.

Die Daten, die nach dem Agglomeratmodell berechnet worden sind, geben das experimentell erfaßte Materialverhalten von "Ruß 1" und "Ruß 3" bei hohen Porositäten, d.h. bei niedrigen Drücken, qualitativ richtig wieder. Ungeachtet des Agglomerationszustandes in der unbelasteten Suspension verhalten sich alle drei Rußsysteme bei höheren Drücken weitestgehend gleich, der Widerstand läßt sich dann jeweils nach Carman-Kozeny mit der Primärpartikelgröße berechnen.

Diese Betrachtungen führen vor Augen, wie sich eine Flockung feiner Partikeln auf den Filtrationsprozeß auswirkt. In einem Filterkuchen aus feinen Partikeln sind die Zwischenräume sehr eng, dementsprechend ist der Widerstand auch bei hohen Porositäten sehr groß. Durch eine Flockung der feinen Partikeln wird der Widerstand erniedrigt, weil nun die Flüssigkeit durch die größeren Kanäle zwischen den Agglomeraten abströmen kann. Diese Kanäle verschwinden jedoch, wenn die Agglomerate unter Druckbelastung zusammengeschoben werden. Damit geht der positive Effekt der Flockung verloren, und der Widerstand steigt schnell auf den Wert des ungeflockten Systems.

Zweifellos ist die Struktur realer Filterkuchen weitaus komplizierter als sie in einem vereinfachten Modell dargestellt werden kann. Dennoch kann das vorgestellte Agglomeratmodell die experimentellen Befunde qualitativ richtig abbilden und den Einfluß einer Agglomeration auf das Materialverhalten feindisperser Systeme erklären.

## 6.2 Struktur kompressibler Haufwerke

Untersuchungen zum Verlauf der Porosität und des hydraulischen Druckes geben Aufschluß über die Struktur kompressibler Haufwerke. Im folgenden werden beispielhaft Ergebnisse aus Messungen an hochkompressiblen Rußfilterkuchen ("Ruß 1") gezeigt.

### 6.2.1 Lokaler Flüssigkeitsdruck

Zur Erfassung des lokalen Flüssigkeitsdruckes wird ein spezieller Kuchenbildungsring mit Drucksonden (vgl. Kap. 4.4.2) verwendet. Die unterste Sonde hat zum Filtermedium einen Abstand von 1 mm, fünf weitere Sonden sind jeweils 1 mm höher in unterschiedlichen Positionen am Umfang angebracht.

Mit dieser Einrichtung ist es möglich, lokale Flüssigkeitsdrücke während der Kuchenbildung zu erfassen. Exemplarisch sind in Abbildung 6-13 Meßergebnisse von der Filtration mit "Ruß 1" bei einer Gesamtdruckdifferenz von 11,9 bar dargestellt. Die Linien verbinden jeweils Daten, die zu gleichen Zeiten gemessen worden sind.

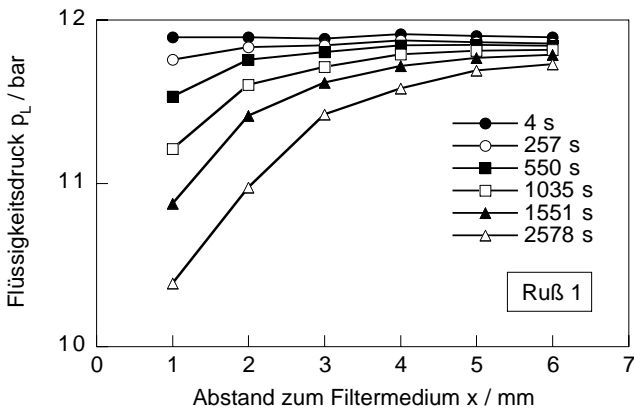


Abbildung 6-13: Gemessener Flüssigkeitsdruck in einem Filterkuchen aus "Ruß 1" bei einem Filtrationsdruck von 11,9 bar zu verschiedenen Zeitpunkten während der Kuchenbildung

In der ersten Meßreihe zeigen noch alle Sonden den Filtrationsdruck an. Zu Beginn der Filtration hat die Kuchenoberfläche die unterste Sonde noch nicht erreicht. Alle Sonden tauchen in die Suspension ein, die den angelegten Filtrationsdruck aufnimmt. Der hydrostatische Druckgradient ist über eine Höhe von 6 mm zu gering, als daß er in diesen Messungen erfaßt werden könnte.

Die weiteren Meßreihen zeigen einen Druckgradienten im Filterkuchen. An der untersten Sonde fallen die Meßwerte am frühesten ab, die anderen Sonden folgen um so später, je weiter sie vom Filtermedium entfernt sind. Sobald eine Sonde in den aufwachsenden Filterkuchen eingebettet wird, zeigt sie den lokalen Flüssigkeitsdruck im Haufwerk an, der aufgrund des strömungsbedingten hydraulischen Druckverlusts niedriger als der Druck in der Suspension ist. Ein deutliches Abfallen des Sondenmeßwertes signalisiert also, daß die Kuchenoberfläche die Höhe der Sonde überschritten hat. Mit fortschreitender Kuchenbildung werden immer neue Kuchenschichten abgelagert, so daß der Druckverlust zwischen der Kuchenoberfläche und der Position einer Sonde weiter zunimmt. Die Meßwerte einer Sonde sinken daher beständig ab.

Der Gradient des Flüssigkeitsdruckes im Filterkuchen ist deutlich nichtlinear. In den unteren Kuchenschichten fällt der Druck weitaus stärker ab als in den oberen. Diese Beobachtung weist auf das Phänomen der Grundsichtbildung (vgl. Kapitel 2.1.2) hin: In den stark kompaktierten Schichten am Filtermedium ist der lokale Durchströmungswiderstand hoch, was zu einem großen hydraulischen Druckverlust führt. Im Gegensatz dazu bieten die oberen, nahezu unverdichteten Schichten der Strömung kaum Widerstand, dementsprechend gering ist dort der Druckverlust.

Die experimentellen Ergebnisse stehen im Einklang mit den Ergebnissen aus der Prozeßsimulation in Kapitel 3.3.1. Allerdings konnte in dieser Untersuchung die Grundsichtverdichtung nur ansatzweise nachgewiesen werden, weil die Sonden nicht beliebig nahe an das Filtermedium gebracht werden können. Gerade dort sind aber die steilsten Druckgradienten zu erwarten.

### **6.2.2 Lokale Porosität**

Die schichtweise Präparation von Filterkuchen erlaubt eine Strukturanalyse nach dem Abschluß der Kuchenbildung (vgl. Kapitel 4.4.3). Der Kuchen wird dabei im entlasteten Zustand untersucht, die Ergebnisse können deswegen durch eine Rückdehnung verändert werden. Die Präparation selbst hat die Ergebnisse nicht nachweislich verfälscht; der Mittelwert der Schichtporositäten stimmt im Rahmen der Meßgenauigkeit mit der mittleren Porosität eines unzerlegten Filterkuchens überein.

In Abbildung 6-14 sind Ergebnisse von Strukturanalysen an Filterkuchen aus "Ruß 1" Simulationsergebnissen gegenüber gestellt, die mit den Materialgesetzen aus Kapitel 6.1.4 ermittelt worden sind.

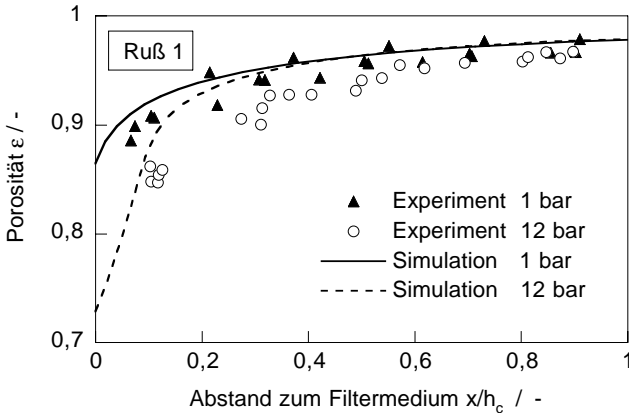


Abbildung 6-14: Gemessene und berechnete Porositäten in einem Filterkuchen aus "Ruß 1" bei Filtrationsdrücken von 1 bar und 12 bar

Auch die Porositätsdaten zeigen deutlich den Effekt der Grundsichtverdichtung. Ausgehend vom Maximalwert an der Kuchenoberfläche sinken die Porositäten über weite Bereiche des Kuchens allmählich ab, bis es zu einem drastischen Abfallen in der Nähe des Filtermediums kommt. In Filterkuchen, die unter höheren Druckdifferenzen gebildet worden sind, ist das Absinken der Porosität stärker ausgeprägt.

Die Simulationsergebnisse stimmen qualitativ gut mit den Ergebnissen der Kuchenpräparation überein. In der Simulation kommt der Übergang zu steilen Porositätsgradienten am Filtermedium noch deutlicher zum Ausdruck. Dieser Übergang ist in den experimentellen Ergebnissen verschwommen, weil die lokale Auflösung dieser Daten gröber ist. Bei der Präparation feuchter Kuchen unmittelbar nach der Filtration ist die minimale Schichtdicke auf ca. 2 mm begrenzt. Die gezeigten Meßdaten entsprechen jeweils den mittleren Porositäten solcher Schichten.

Der Einfluß des Filtrationsdruckes auf die Kuchenstruktur wird in Kapitel 7.1.2 eingehender diskutiert.

### 6.3 Vergleich experimenteller und simulierter Ergebnisse zur Kuchenbildung

Zur Auslegung der kuchenbildenden Filtration bieten sich zwei Alternativen an: Bei der direkten Methode wird der Vorgang in einem Laborversuch unter möglichst realitätsnahen Bedingungen nachvollzogen. Für ein vorgegebenes Stoffsystem werden optimale Prozeßbedingungen durch systematische Variation wichtiger Parameter wie Filtrationsdruck und Suspensionskonzentration gefunden. Jede

Parameterkombination wird in einem Einzelversuch untersucht. Wenn ein breites Parameterfeld betrachtet werden soll, muß bei dieser Vorgehensweise ein hoher experimenteller Aufwand in Kauf genommen werden. Bei der indirekten Methode hingegen beschränkt sich der experimentelle Aufwand auf eine Serie von C-P-Tests im interessanten Druckbereich. Die Materialgesetze, die aus den C-P-Daten ermittelt werden, können dann in Verbindung mit einer Prozeßsimulation, wie sie in Kapitel 3 beschrieben sind, zur Auslegung von Fest-Flüssig-Trennprozessen unter verschiedenen Prozeßbedingungen eingesetzt werden.

Im folgenden werden stichprobenartig experimentelle Ergebnisse zur Kuchenbildung bei konstanten Drücken mit Simulationsergebnissen verglichen. Dabei wird geprüft, inwieweit die Kombination von C-P-Tests mit einer Simulation gleichwertig zu klassischen Kuchenbildungsversuchen ist.

### 6.3.1 Verlauf der Kuchenbildung

Bei der Standardmethode zur Untersuchung der Kuchenbildung wird beobachtet, wie sich das Filtrat im Lauf der Versuchszeit akkumuliert. Aus einer geeigneten Darstellung der Meßdaten für das Filtratvolumen in Abhängigkeit der Zeit werden die Filtrationswiderstände ermittelt. Eine Analyse des Kurvenverlaufs läßt ein Urteil darüber zu, ob ideales Filtrationsverhalten vorliegt (vgl. Kapitel 4.2).

In Abbildung 6-15 wird am Beispiel Kaolin demonstriert, wie nahe die Simulationsergebnisse für das zeitabhängige flächenspezifische Filtratvolumen an die entsprechenden experimentellen Daten herankommen.

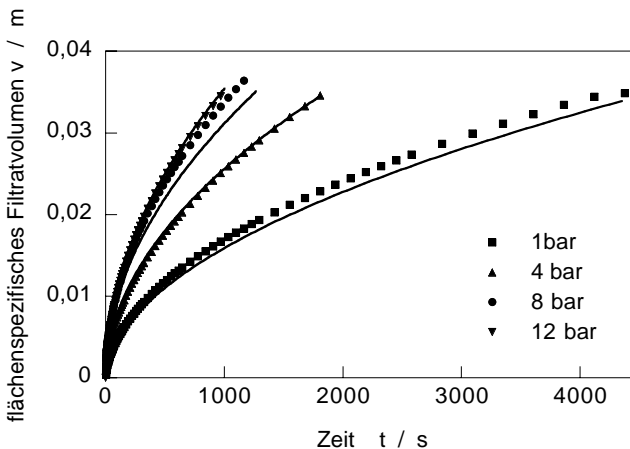


Abbildung 6-15: Flächenspezifisches Filtratvolumen in Abhängigkeit der Zeit bei der Kuchenbildung mit Kaolin bei verschiedenen Drücken;  
Symbole: Versuchsergebnisse, Linien: Simulationsergebnisse

Die Versuchsergebnisse zeigen die erwartete parabolische Abhängigkeit zwischen Kuchenbildungszeit und Filtratvolumen  $t^2 \sim V$  (vgl. Kapitel 2.2.1). Bei höheren Filtrationsdrücken läuft die Filtration beschleunigt ab. Die experimentellen Befunde werden von den Simulationsdaten bei allen Drücken richtig wiedergegeben.

Auch bei den anderen Versuchsmaterialien werden die Trends korrekt dargestellt, wenngleich die quantitativen Abweichungen zwischen Experiment und Simulation zum Teil etwas größer sind als bei Kaolin. Auch die Ergebnisse aus Experimenten mit variablen Drücken kommen den Vorhersagen der Simulation sehr nahe (vgl. Kapitel 7.3).

Die gute Übereinstimmung zwischen Simulation und Experiment läßt vermuten, daß die Voraussetzungen, die in Abschnitt 3.1.2.1 zur Modellierung getroffen werden, erfüllt sind. Die ausgewählten Versuchsmaterialien zeigen alle das für ideal kompressible Filterkuchen typische Verhalten, von dem in der Modellierung ausgegangen wird. Damit wird die Erwartung bestärkt, daß sich auch die mittleren Porositäten und Widerstände, die aus Simulation und Experiment hervorgehen, ähneln.

### 6.3.2 Mittelwerte für Porosität und Widerstand

Die mittlere Porosität und der mittlere Durchströmungswiderstand des Filterkuchens sind maßgebliche Größen für die Auslegung von Filtrationsprozessen. Die Porosität charakterisiert die Qualität der Fest-Flüssig-Trennung; bei gesättigten Kuchen ist sie ein direktes Maß für die Restfeuchte im Kuchen. Der Durchströmungswiderstand bestimmt die Kinetik des Trennvorgangs: je niedriger der Widerstand, desto schneller die Filtration. Beide Kennwerte gehen in die Berechnung des Durchsatzes von Filterapparaten ein.

Die Druckabhängigkeit der Porosität und des Widerstandes kompressibler Filterkuchen kann in vereinfachter Weise mit Potenzgesetzen angegeben werden (vgl. Kapitel 2.2.2), deren Exponenten zusätzlich zur Charakterisierung des Filtrationsverhaltens herangezogen werden sollen. Bei genauerer Betrachtung fällt auf, daß diese Parameter nicht immer konstant sind, sondern sich mit dem Druck ändern können. Um eine Vergleichbarkeit zu gewährleisten, sollen hier jeweils die Exponenten aus einer Anpassung an die Werte im Bereich von 1 bis 12 bar herangezogen werden.

In Abbildung 6-16 und Abbildung 6-17 werden exemplarisch die Mittelwerte experimenteller und simulierter Ergebnisse im Vergleich betrachtet. Die Parameter der zugehörigen Anpassungsfunktionen nach Gleichung (2-8) sind für alle untersuchten Materialien in Tabelle 6-2 zusammengefaßt.

Alle untersuchten Materialien zeigen das für kompressible Kuchen typische Filtrationsverhalten: Der mittlere Kuchenwiderstand steigt mit wachsendem Druck ( $N_\alpha > 0$ ), während die Porosität abnimmt ( $N_\varepsilon < 0$ ). Filtrationstests und C-P-Tests stimmen in ihren Kernaussagen überein: Hohe Werte der lokalen Kompressibilität  $n$  (vgl. Kapitel 6.1) korrelieren mit hohen globalen Kompressibilitäten  $N_\alpha$ .

Tabelle 6-2: Parameter der Anpassungsfunktionen für die Mittelwerte von Porosität und Widerstand

| Parameter  | Kaolin            |                   | Divergan          |                   | Zellulose         |                   | Ruß 1             |                   |
|--|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
|  | exp.              | sim.              | exp.              | sim.              | exp.              | sim.              | exp.              | sim.              |
| $K_\alpha / \text{m}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-N_\alpha}$ | $2\cdot 10^{12}$  | $2\cdot 10^{12}$  | $5\cdot 10^9$     | $1\cdot 10^{10}$  | $2\cdot 10^9$     | $6\cdot 10^9$     | $4\cdot 10^{12}$  | $2\cdot 10^{12}$  |
| $N_\alpha$   | 0,38              | 0,43              | 0,63              | 0,68              | 0,42              | 0,47              | 0,78              | 0,91              |
| $K_\varepsilon / \text{Pa}^{-N_\varepsilon}$                       | 0,67              | 0,65              | 0,88              | 0,87              | 0,87              | 0,88              | 0,96              | 0,98              |
| $N_\varepsilon$  | $-3\cdot 10^{-2}$ | $-3\cdot 10^{-2}$ | $-2\cdot 10^{-2}$ | $-2\cdot 10^{-2}$ | $-2\cdot 10^{-2}$ | $-3\cdot 10^{-2}$ | $-1\cdot 10^{-3}$ | $-1\cdot 10^{-3}$ |

Beim super kompressiblen Ruß steigt der Widerstand fast linear mit dem Druck; im Gegensatz dazu bleibt die Porosität nahezu unverändert. Die Mittelwerte von Widerstand und Porosität lassen in diesem Fall also mit keiner der für inkompressiblen Kuchen gebräuchlichen Porositätsfunktionen korrelieren. Dieses Verhalten ist für super kompressible Materialien typisch. Es kann auf die Grundsichtbildung zurückgeführt werden: Je höher die Kompressibilität, desto dünner ist die stark verdichtete Grundsicht (vgl. Abschnitt 3.3.1.2), und um so weniger trägt sie zum Mittelwert der Porosität bei.

Die Filtrationsdaten von Kaolin in Abbildung 6-16 sind typisch für ein mäßig kompressibles Material.

Im betrachteten Druckbereich steigt der mittlere Widerstand von Kaolin auf etwa den dreifachen Wert, die mittlere Porosität sinkt um etwa fünf Prozentpunkte. Die Widerstandswerte aus der Simulation sind nahezu deckungsgleich mit den experimentellen Werten, die berechneten Porositäten liegen etwas unter den gemessenen. Insgesamt kann die Übereinstimmung zwischen Simulation und Experiment als gut bezeichnet werden; die Simulation hat sich in diesem Fall zur Auslegung von Filtrationsprozessen bewährt.

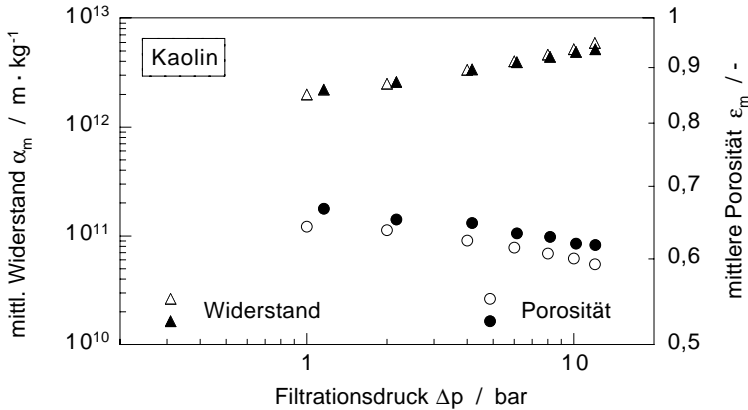


Abbildung 6-16: Mittelwerte von Porosität und Widerstand in Abhängigkeit vom Filtrationsdruck für Kaolin;  
 offene Symbole: Simulation, gefüllte Symbole: Experiment

Die größten Abweichungen zwischen Simulation und Experiment treten beim super kompressiblen Ruß auf. Zwar gibt die Simulation die experimentellen Trends durchaus richtig wieder, die gemessenen Porositäten liegen aber um zwei bis vier Prozentpunkte unter den berechneten Werten und die gemessenen Widerstände sind um das drei- bis vierfache größer als die berechneten Werte. In diesem Fall ist die Simulation für den prinzipiellen Verfahrensentwurf und die Apparateauswahl geeignet, die genaue Dimensionierung des Filters sollte aber durch ergänzende Filtrationsexperimente im interessanten Druckbereich abgesichert werden.

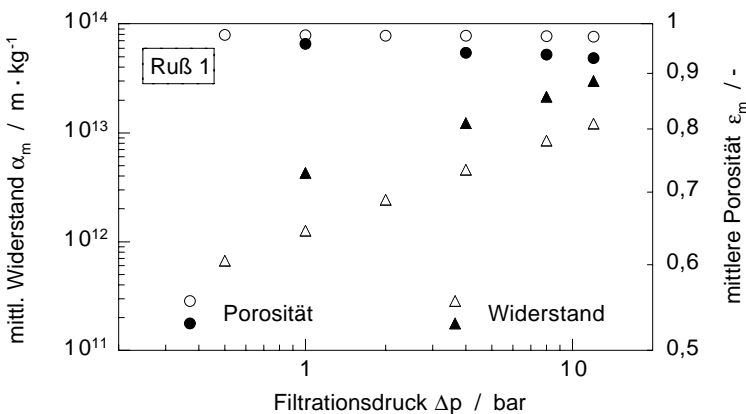


Abbildung 6-17: Mittelwerte von Porosität und Widerstand in Abhängigkeit vom Filtrationsdruck für Ruß 1;  
 offene Symbole: Simulation, gefüllte Symbole: Experiment



Experimente und Simulationen zur Kuchenbildung liefern für die ausgewählten Materialien die gleichen Tendenzen. Wenn Abweichungen auftreten, dann ist in den Experimenten die Kompressibilität etwas schwächer ausgeprägt als es die Simulation erwarten läßt (niedrigere Werte für  $N_0$ ). Die vorausberechneten Werte für die mittlere Porosität liegen in der Regel nahe an den experimentellen Werten. Bei den Widerständen ist die Übereinstimmung weniger gut.

Für die beobachteten Differenzen zwischen Experiment und Simulation können in erster Linie die Schwierigkeiten, die bei C-P-Messungen im Bereich kleiner Drücke auftreten (vgl. 4.3.5), verantwortlich gemacht werden. Die Werte der mittleren Widerstände werden stark von den C-P-Werten bei niedrigen Drücken geprägt, einen besonderen Stellenwert hat der Widerstand des unbelasteten Haufwerkes  $\alpha_0$ .

Gerade dieser Wert ist aber experimentell praktisch nicht zu erfassen, weil Durchströmungsexperimente an lockeren Haufwerken äußerst problematisch sind. Extrapolationen der Meßdaten zu noch kleineren Drücken sind heikel, weil nicht unbedingt eine gleichbleibende Kompressibilität vorausgesetzt werden kann. Hinzu kommt, daß sich die unvermeidlichen Reibungsverluste in C-P-Zellen (vgl. Kapitel 4.3.4) bei kleinen Drücken relativ stärker auswirken. Daher ist die Abschätzung des minimalen Widerstandes  $\alpha_0$  mit großen Fehlern behaftet.

Statt dessen ist es empfehlenswert, die C-P-Tests durch Sedimentationsversuche zu ergänzen (vgl. Kapitel 4.4.1).

An einer einfachen C-P-Zelle mit pneumatischem Kolben ist es aus genannten Gründen selbst bei großer Sorgfalt sehr schwierig, bei Drücken unter ca. 0,1 bar exakte reproduzierbare Messungen durchzuführen. Eine technisch anspruchsvolle Verbesserung könnte darin bestehen, den tatsächlichen Druck an der Grenzfläche zwischen Preßkolben und Haufwerk zu messen und diesen Druck zur Regelung des Kolbenvorschubs einzusetzen.

Eine einfachere, pragmatische Lösung besteht darin, in einzelnen Kuchenbildungsexperimenten mittlere Widerstände zu bestimmen und den Grenzwiderstand  $\alpha_0$  geeignet anzupassen.

## 6.4 Schlußfolgerungen

Zur Charakterisierung des Fest-Flüssig-Trennverhaltens von Suspensionen sind Experimente unumgänglich. Für einfache Auslegungsaufgaben geben Filtrations-tests bei ausgewählten Drücken Orientierung. In C-P-Tests kann das kompressible Materialverhalten genauer untersucht werden.

Ergebnisse der C-P-Tests sind Daten zur Porosität und zum Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit des Preßdruckes. An diese Daten können empirische Materialgesetze angepaßt werden. Die Parameter dieser Funktionen sind ausschlaggebend für die Zuordnung der Materialien zu verschiedenen Kompressionsklassen (vgl. Kapitel 2.3.1.2). Jedes Stoffsystem hat seine eigenen, sehr speziellen Materialgesetze. Die C-P-Daten charakterisieren das Kompressionsverhalten wie ein Fingerabdruck.

Die Analyse der C-P-Daten gibt Aufschluß über die Mechanismen, die der Kompaktierung des Haufwerkes zugrunde liegen. Häufig wird beobachtet, daß das Materialverhalten sich beim Überschreiten kritischer Drücke ändert. Dies läßt darauf schließen, daß in den einzelnen Druckbereichen unterschiedliche Mechanismen dominieren. Solche Übergänge sind aus der Preßfiltration bei hohen Drücken bekannt (z.B. [Riemenschneider 1983], [Bömkjes 1986]), konnten aber in den vorgestellten Untersuchungen schon bei Drücken unter 10 bar beobachtet werden (vgl. Kapitel 6.1).

Insbesondere können auch die Auswirkung einer Suspensionsvorbehandlung auf die Trenneigenschaften aus C-P-Daten abgelesen werden. Am gezeigten Beispiel (vgl. Kapitel 6.1.4) wird deutlich, daß durch Flockung Strukturen geschaffen werden können, die wesentlich durchlässiger als Haufwerke aus dispersen Feinpartikeln sind. Allerdings reagieren diese Strukturen äußerst empfindlich auf Druckbeanspruchung, so daß der positive Effekt der Suspensionsvorbehandlung bei höheren Drücken nicht mehr zum Tragen kommt.

Die Materialgesetze, die mit C-P-Tests bestimmt werden, können mit einem geeigneten Simulationsprogramm (vgl. Kapitel 3) direkt zur Auslegung von Trennprozessen eingesetzt werden. Ein Vergleich zwischen experimentellen Daten zur Kuchenbildung und entsprechenden Simulationsdaten ergibt eine gute qualitative Übereinstimmung. Die Simulation ist also für den prinzipiellen Verfahrensentwurf und die Apparateauswahl geeignet, die genaue Dimensionierung des Filters sollte aber durch ergänzende Filtrationsexperimente im interessanten Druckbereich abgesichert werden.



## **7 Effiziente Prozeßführung bei der Filtration mit kompressiblen Kuchen**

Die Besonderheiten kompressibler Filterkuchen erfordern eine sorgfältige Abstimmung der Betriebsparameter auf das Materialverhalten. Dem Filtrationsdruck kommt dabei eine besondere Bedeutung zu, weil er einerseits das treibende Potential für die Filtration vorgibt, andererseits aber zugleich die Kompaktierung des Haufwerkes bestimmt. Die Festlegung des Prozeßdruckes ist daher eine der wichtigsten Entscheidungen bei der Auswahl und Auslegung von Apparaten zur Filtration mit kompressiblen Kuchen [Alles und Anlauf 1998], [Alles et al. 1998].

Der Schwerpunkt der Diskussion effizienter Betriebsweisen in diesem Kapitel liegt deshalb bei der Wahl des Druckniveaus für die Kuchenbildung und einer nachgeschalteten Pressung. In diesem Zusammenhang wird auch die Frage nach einem schonenden Druckaufbau behandelt. Dabei wird nicht nur der Filterkuchen, sondern auch das Filtermedium betrachtet. Zum Abschluß wird mit der intermittierenden Kuchenfiltration (IKF) eine alternative Prozeßführung zur Leistungssteigerung vorgestellt.

In diesem Kapitel werden allgemeine Empfehlungen zur Prozeßführung entwickelt. Die konkrete Umsetzung an ausgewählten Apparaten steht im Mittelpunkt von Kapitel 8.

### **7.1 Wahl des Druckniveaus für die Kuchenbildung**

Die Druckdifferenz ist ein Hauptprozeßparameter bei der kuchenbildenden Filtration. Bei inkompressiblen Kuchen zeigt eine Erhöhung der Druckdifferenz eindeutige Wirkung: Das treibende Potential wird erhöht, demzufolge steigt der Massendurchsatz, während die Restfeuchte der starren Struktur unverändert bleibt. Bei kompressiblen Kuchen verursachen größere Drücke eine stärkere Kompaktierung. Dabei ist die Verminderung der Restfeuchte zwar positiv, die Erhöhung des Durchströmungswiderstandes aber negativ zu bewerten, weil der Effekt der Potentialerhöhung dadurch nur noch eingeschränkt zum Tragen kommt. Es ist deshalb zu erwarten, daß eine Druckerhöhung bei kompressiblen Kuchen eine geringere Durchsatzsteigerung als bei inkompressiblen Kuchen bewirkt.

#### **7.1.1 Einfluß des Filtrationsdruckes auf den Filtratdurchsatz**

Es ist eine verbreitete Ansicht, daß bei sehr kompressiblen Kuchen der Filtratdurchsatz bei steigendem Druck abnehmen könnte [Broens und Gasper 1990]. In Verbindung dazu steht der Gedanke an einen optimalen Druck, bei dem der Filtratdurchsatz ein Maximum erreicht. Bei kleineren Drücken soll sich die Erhöhung des

treibenden Potentials noch positiv auswirken können, bei größeren Drücken soll dagegen der Kompressionseffekt überwiegen.

Im folgenden wird die Frage nach dem optimalen Druck zunächst mit theoretischen Überlegungen angegangen, denen dann experimentelle Ergebnisse gegenüber gestellt werden.

Der flächenspezifische Filtratstrom  $q$  ist eine geeignete Größe zur Erfassung der Geschwindigkeit einer Filtration. Während der Kuchenbildung nimmt der Filtratstrom beständig ab, weil der aufwachsende Filterkuchen der Durchströmung einen immer größeren Widerstand entgegenstellt. Für den momentanen Filtratstrom aus einem ideal kompressiblen Kuchen (vgl. Kapitel 2.2.2) mit der Feststoffmasse  $w_{s,c}$  geht die Darcy-Gleichung (2-1) bei vernachlässigbarem Filtermediumwiderstand über in

$$q = \frac{\Delta p}{\eta w_{s,c} \alpha(\Delta p)} \quad (7-1)$$

#### 7.1.1.1 Globale Betrachtung zur Druckabhängigkeit des Filtratstroms

Zu einer ersten Orientierung dient die globale Betrachtung der Kuchenbildung (vgl. Kapitel 2.2), bei der die Druckabhängigkeit des mittleren Durchströmungswiderstandes in der Regel mit einfachen Potenzfunktionen beschrieben wird. Die Verwendung des Materialgesetzes aus Gleichung (2-11) führt beispielsweise zu

$$q = \frac{\Delta p}{\eta w_{s,c} \bar{\alpha}_0 \left(1 + \frac{\Delta p}{\Delta p_0}\right)^N} \quad (7-2)$$

Wie sich Änderungen des Filtrationsdruckes bei verschiedenen Exponenten  $N$  auf den Filtratstrom auswirken, illustrieren in Abbildung 7-1 die Ergebnisse einer Beispielrechnung nach Gleichung (7-2).

Der Exponent  $N$  bestimmt demnach den Zusammenhang zwischen Filtratstrom und Filtrationsdruck. Im Fall inkompressibler Kuchen ( $N = 0$ ) wächst der Filtratstrom direkt proportional mit dem Druck. Mit steigender Kompressibilität  $0 < N < 1$  wird das monotone Wachstum jedoch zunehmend degressiv, eine Druckerhöhung zeigt dann immer weniger Effekt. Bei hohen Drücken  $\Delta p \gg \Delta p_0$  kann der Filtratstrom über den einfacheren Zusammenhang  $q \sim \Delta p^{1-N}$  abgeschätzt werden.

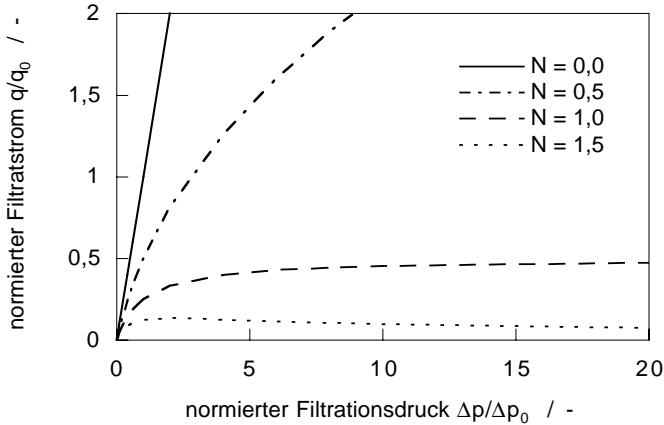


Abbildung 7-1: Filtratstrom in Abhängigkeit vom Filtrationsdruck bei Variation des Exponenten  $N$ , normierte Darstellung mit Bezugspunkt  $q_0$  ( $\Delta p_0$ ), Werte berechnet nach Gleichung (7-2)

Bei einem Exponenten  $N = 1$  strebt der Filtratstrom bei hohen Drücken gegen einen Grenzwert  $q_\infty$  von:

$$\lim_{\Delta p \rightarrow \infty} q_{N=1} = q_\infty = \frac{\Delta p_0}{\eta w_{S,C} \alpha_0} \quad (7-3)$$

Für praktische Belange ist der spezielle Druck interessant, bei dem der Filtratstrom den Schwellenwert  $z \cdot q_\infty$  erreicht:

$$\Delta p (q = z q_\infty) = \frac{z}{z-1} \Delta p_0 \quad (7-4)$$

Eine Kurvendiskussion zu Gleichung (7-2) läßt einen optimalen Druck  $\Delta p_{opt}$  mit maximalem Durchsatz bei Exponenten  $N > 1$  erwarten:

$$\Delta p_{opt} = \frac{\Delta p_0}{N-1} \quad (7-5)$$

Der Maximalwert des Durchsatzes würde dann folgenden Wert annehmen:

$$q_{max}(\Delta p_{opt}) = \frac{\Delta p_0}{\eta w_{S,C} \alpha_0} \frac{(N-1)^{N-1}}{N^N} \quad (7-6)$$

Aus der globalen Betrachtung ergeben sich keine Hinweise auf eine obere Schranke für den Exponenten  $N$ , die Existenz eines optimalen Druckes ist demzufolge nicht ausgeschlossen.

Zur Wahl eines geeigneten Filtrationsdruckes muß also die Kompressibilität des Filterkuchens eingeschätzt werden. Dazu kann der Exponent  $N$  empirisch direkt aus Kuchenbildungsversuchen über eine Anpassung von Gleichung (2-11) an Daten für den mittleren Widerstand in Abhängigkeit des Filtrationsdruckes bestimmt werden.

In der Praxis wird häufig die doppelt logarithmische Auftragung dieser Daten gewählt, um aus der Steigung einer Näherungsgerade die sogenannte globale Kompressibilität  $N_\alpha$  (vgl. Kapitel 2.2.2.), d.h. den Exponenten des einfachen Potenzgesetzes nach Gleichung (2-9), abzulesen. Die globale Kompressibilität ist in den meisten Fällen druckabhängig. In der Regel wächst sie mit dem Druck, bis sie bei hohen Drücken näherungsweise konstant bleibt. Die globale Kompressibilität kann dann nur abschnittsweise angegeben werden, bei der Extrapolation der Daten zu höheren Drücken ist also große Vorsicht geboten. Bei niedrigen Drücken liegt der Wert von  $N_\alpha$  unter dem Exponenten  $N$ , erst bei hinreichend großen Drücken wird die globale Kompressibilität ein guter Näherungswert für den Exponenten  $N$  aus Gleichung (2-11).

$$N_\alpha = \frac{d(\log \alpha)}{d(\log \Delta p)} \approx N \quad \text{für } \Delta p \gg \Delta p_0 \quad (7-7)$$

### 7.1.1.2 Lokale Betrachtung zur Druckabhängigkeit des Filtratstroms

Ein alternativer Zugang zur Wahl des geeigneten Filtrationsdruckes führt über die Materialgesetze für den lokalen Widerstand in Abhängigkeit des Feststoffgerüstdruckes, wie sie aus Ergebnissen von C-P-Tests ermittelt werden.

Ruth [1946] berechnet den mittleren Widerstand  $\bar{\alpha}_R$  aus einer Integration des Materialgesetzes  $\alpha(p_S)$  bis zur Gesamtdruckdifferenz am Kuchen  $\Delta p_C$  (vgl. Kapitel 2.3.2). Unter Vernachlässigung des Filtermediumwiderstandes geht Gleichung (2-23) über in:

$$\bar{\alpha}_R = \frac{\Delta p}{\int_0^{\Delta p} \frac{dp_S}{\alpha(p_S)}} = \frac{\Delta p}{l_\alpha} \quad (7-8)$$

Diese Beziehung gilt für ideal kompressible Kuchen, wenn der Flüssigkeitsstrom im Kuchen als konstant angesehen wird. Ohne diese Vereinfachung ergeben sich in erster Linie bei hohen Suspensionskonzentrationen etwas niedrigere Widerstandswerte (vgl. Kapitel 2.3.2). Insgesamt kann der Widerstand nach Ruth jedoch als gute Näherung für den tatsächlichen mittleren Widerstand aufgefaßt werden [Shirato et al. 1969], [Shirato und Aragaki 1972].

Die Methode, mittlere Widerstände indirekt aus C-P-Daten zu bestimmen, bietet den Vorteil, daß mit den Ergebnissen einer C-P-Testreihe Widerstände für beliebige Filtrationsdrücke bis zur oberen Grenze des C-P-Meßbereiches ( $\Delta p < p_{S,max}$ )

ermittelt werden können. Bei der direkten Bestimmung aus der Kuchenbildung verlangt dagegen in der Regel jeder Widerstandswert einen eigenen Versuch bei konstantem Druck. Der experimentelle Aufwand ist daher weitaus höher als in C-P-Tests.

Der Widerstand nach Ruth in Gleichung (7-8) kann mit beliebigen Typen von Materialgesetzen  $\alpha = f(p_s)$  berechnet werden, beispielsweise auch für Materialien, deren Struktur beim Überschreiten eines bestimmten kritischen Druckes  $p_{s,krit}$  kollabiert, so daß sich der Widerstand schlagartig um einen Faktor  $F_\alpha$  erhöht.

$$\begin{aligned} \alpha &= f(p_s) && \text{für } p_s < p_{s,krit} \\ \alpha &= F_\alpha \cdot f(p_s) && \text{für } p_s > p_{s,krit} \end{aligned} \quad (7-9)$$

Das Integral  $I_\alpha$  in Gleichung (7-8) muß dann bereichsweise gelöst werden. Im Anhang A2 ist die Berechnung der Integrale für die gebräuchlichsten Materialgesetze detailliert aufgeführt.

Leu et al. [1993] schlagen vor, die globale Kompressibilität  $N_\alpha$  unter Verwendung der Beziehung (7-8) aus C-P-Daten zu berechnen. Ihr Ansatz führt zu folgendem Zusammenhang:

$$N_\alpha = \frac{d(\log \alpha)}{d(\log \Delta p)} = \frac{\Delta p}{\alpha} \frac{d(\alpha)}{d(\Delta p)} = 1 - \frac{\Delta p}{I_\alpha} \frac{d(I_\alpha)}{d(\Delta p)} \quad (7-10)$$

Mit dem Materialgesetz aus Gleichung (2-17) ergibt sich dann für  $n^* > 1$

$$N_{\alpha,2-17} = 1 + \frac{n^* - 1}{1 + (F_\alpha - 1) \left( \frac{\Delta p}{p_{S,krit}} \right)^{n^*-1} - n^* F_\alpha \left( \frac{\Delta p}{p_{S,min}} \right)^{n^*-1}} \quad (7-11)$$

Analog führt das Materialgesetz nach Gleichung (2-19) mit  $n > 1$  zu:

$$N_{\alpha,2-19} = 1 + \frac{1}{F_\alpha} \frac{\Delta p}{p_{S,0}} \frac{n-1}{\left(1 + \frac{\Delta p}{p_{S,0}}\right)^n} \left( \frac{1}{F_\alpha} \left(1 + \frac{\Delta p}{p_{S,0}}\right)^{1-n} + \left(1 - \frac{1}{F_\alpha}\right) \left(1 + \frac{p_{S,krit}}{p_{S,0}}\right)^{1-n} - 1 \right)^{-1} \quad (7-12)$$

In beiden Fällen bleibt der Wert für die globale Kompressibilität  $N_\alpha$  auch bei beliebigen hohen lokalen Kompressibilitäten  $n$  bzw.  $n^*$  unter dem Grenzwert 1.

$$\lim_{n \rightarrow \infty} N_{\alpha,2-17} = \lim_{n \rightarrow \infty} N_{\alpha,2-19} = 1 \quad (7-13)$$

Diese Grenzwertbetrachtung legt nahe, daß es auch für den Exponenten  $N$ , der mit der globalen Kompressibilität  $N_\alpha$  zumindest bei hohen Drücken abgeschätzt werden kann, eine obere Schranke  $N = 1$  gibt. Demnach wäre auch bei höchst kompressiblen Filterkuchen nicht mit einem optimalen Druck zu rechnen.



Ein genaueres Bild ergibt sich, wenn der druckabhängige Filtratstrom direkt mit dem Widerstand nach Ruth berechnet wird:

$$q(\Delta p) = \frac{\Delta p}{\eta w_{S,C} \alpha_R} = \frac{I_\alpha}{\eta w_{S,C}} \quad (7-14)$$

In Abbildung 7-2 sind exemplarische Ergebnisse einer solchen Berechnung für das Materialgesetz 2-19 ohne Sprungfunktion bei verschiedenen lokalen Kompressibilitäten  $n$  zusammengefaßt. Ähnliche Kurven ergeben sich, wenn die Integrale  $I_\alpha$  wie im Anhang A2 gezeigt, für andere Materialgesetze gelöst werden.

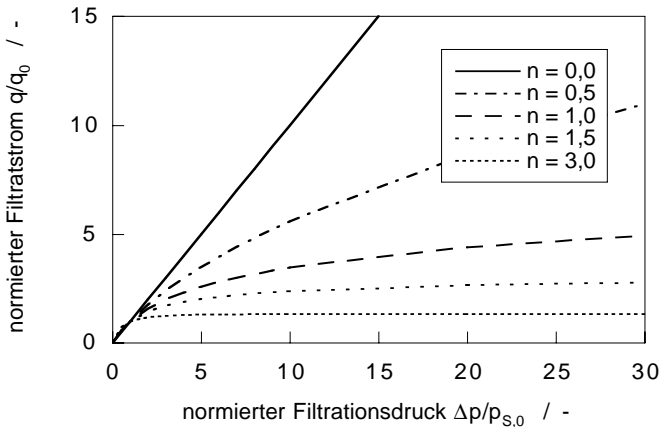


Abbildung 7-2: Filtratstrom in Abhängigkeit vom Filtrationsdruck bei Variation des Exponenten  $n$ , normierte Darstellung mit Bezugspunkt  $q_0(p_{S,0})$ , Werte berechnet nach Gleichung (7-14),  $F_\alpha = 1$

Wiederum zeigt sich, daß der druckabhängige Filtratstrom  $q(\Delta p)$  stark mit der Kompressibilität variiert. Nur bei inkompressiblen Kuchen ( $n = 0$ ) wächst der Filtratstrom direkt proportional mit dem Druck. Bei kompressiblen Kuchen ( $n > 0$ ) ist das Wachstum degressiv. Mit steigender lokaler Kompressibilität  $n$  verlaufen die Kurven immer flacher.

Für alle Werte von  $n > 1$  wächst der Filtratstrom einem Grenzwert für unendlich hohe Drücke entgegen. Bei endlichen Drücken wird dieser Wert nicht erreicht, dennoch ist er ein wertvoller Orientierungswert für die Auslegung in der Praxis. Je kompressibler der Filterkuchen ist, desto niedriger liegt der Grenzwert und um so schneller kommt der Filtratstrom in seine Nähe. Hoch kompressible Filterkuchen reagieren schon bei sehr niedrigen Drücken kaum noch auf eine Drucksteigerung.

$$\begin{aligned} \lim_{\Delta p \rightarrow \infty} q_{2-19} &= \lim_{\Delta p \rightarrow \infty} \frac{1}{\eta w_{S,C}} \frac{P_{S,0}}{\alpha_0 (1-n)} \left( \frac{1}{F_\alpha} \left( 1 + \frac{\Delta p}{P_{S,0}} \right)^{1-n} + \left( 1 - \frac{1}{F_\alpha} \right) \left( 1 + \frac{P_{S,krit}}{P_{S,0}} \right)^{1-n} - 1 \right) \\ &= \frac{1}{\eta w_{S,C}} \frac{P_{S,0}}{\alpha_0 (1-n)} \left( 1 - \left( 1 - \frac{1}{F_\alpha} \right) \left( 1 + \frac{P_{S,krit}}{P_{S,0}} \right) \right) \end{aligned} \quad (7-15)$$

Für Materialgesetze ohne Sprungfunktion hat der Faktor  $F_\alpha$  den Wert 1. Gleichung (7-15) vereinfacht sich damit zu einem ähnlichen Ausdruck wie ihn Tiller und Kwon [1998] für den Grenzwert bei hohen Drücken angeben.

Bei der Berechnung der Grenzwerte  $q$  aus C-P-Daten nach Gleichung (7-15) ist allerdings Vorsicht angebracht. Die Ergebnisse aus Kapitel 6.1 zeigen, wie die Befunde anderer Autoren ([Grace 1953], [Riemenschneider 1983], [Bömkes 1986], [Tiller et al. 1987a], [Wiedemann 1996] u.a.), daß bei vielen Stoffsystemen unterschiedliche Kompressionsbereiche auftreten, für die jeweils eigene Materialgesetze gelten. In die Abschätzung des Grenzwertes gehen dann die Parameter der Materialgesetze aller Bereiche ein. Ein endlicher Grenzwert kann nur auftreten, wenn im Materialgesetz höchster Drücke der Widerstand überproportional zum Feststoffgerüstdruck wächst. Eine Extrapolation über den Meßbereich hinaus ist in jedem Fall heikel, weil nicht ausgeschlossen werden kann, daß bei sehr hohen Drücken andere Kompressionsmechanismen auftreten, die in den Messungen nicht erfaßt werden konnten.

Um noch einmal auf die Frage nach dem optimalen Druck einzugehen, muß die Steigung der Funktion  $q(\Delta p)$ , die sich aus der ersten Ableitung der Beziehung (7-14) ergibt, betrachtet werden. Maßgeblich ist dabei die Ableitung des Integrales  $I_\alpha$  nach seiner oberen Grenze.

$$\frac{dq}{d\Delta p} = \frac{1}{\eta w_{S,C}} \frac{d}{d\Delta p} \int_0^{\Delta p} \frac{dp_S}{\alpha(p_S)} = \frac{1}{\eta w_{S,C}} \frac{1}{\alpha(\Delta p)} > 0 \quad (7-16)$$

Allgemein gilt für beliebige physikalisch sinnvolle Materialgesetze (vgl. Kapitel 3.1.2), daß die monoton wachsende Funktion  $\alpha(p_S)$  stets positive Werte annimmt. Damit sind auch für die Ableitung von  $I_\alpha$  nur positive Werte möglich, sie kann ihr Vorzeichen nicht wechseln. Danach kann die Funktion  $q(\Delta p)$  kein Maximum aufweisen. Gemäß dieser theoretischen Überlegungen kann es für ideal kompressible Filterkuchen keinen optimalen Druck mit maximalem Durchsatz geben.

Dies gilt auch für Materialgesetze mit Sprungfunktion, wie die Ergebnisse einer Beispielrechnung in Abbildung 7-3 veranschaulichen (Parameter:  $p_{S,krit} / p_{S,0} = 10$ ,  $F_\alpha = 10$ ).

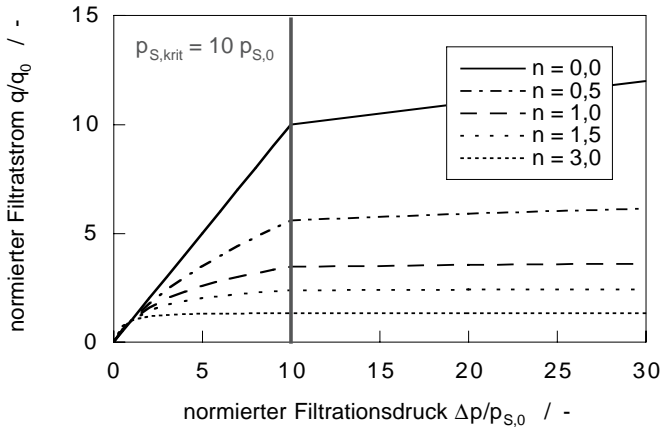


Abbildung 7-3: Filtratstrom in Abhängigkeit vom Filtrationsdruck bei Variation des Exponenten  $n$ , normierte Darstellung mit Bezugspunkt  $q_0(p_{S,0})$ , Werte berechnet nach Gleichung (7-14),  $F_\alpha = 10$

Die Kurven für den Filtratstrom in Abhängigkeit vom Filtrationsdruck verlaufen in Abbildung 7-3 ähnlich wie in Abbildung 7-2, auffallend ist jedoch das Abknicken der Kurven beim kritischen Druck  $p_{S,krit}$ . Sobald dieser Druck überschritten wird, setzt das Kollabieren der Filterkuchenstruktur ein, was zu einem drastisch erhöhten Gesamtwiderstand führt. Eine Auswertung der Gleichung (7-16) ergibt, daß sich die Steigung der Kurven um einen Faktor  $1/F_\alpha$  vermindert. Für lokale Kompressibilitäten  $n > 1$  liegt der Grenzwert für den Filtratstrom bei hohen Drücken nach Gleichung (7-15) auf einem niedrigeren Niveau. Je höher der Sprungfaktor, um so deutlicher zeigen sich diese Effekte.

Es bleibt zu betonen, daß das schlagartige Kollabieren von Kuchenstrukturen durchaus den Anstieg des Filtratstroms mit dem Filtrationsdruck stark abbremsen kann, ein Absinken des Filtratstroms kann jedoch bei ideal kompressiblen Materialien in keinem Fall auftreten. Demnach gibt es auch bei höchst kompressiblen Materialien keinen optimalen Druck.

### 7.1.1.3 Vergleich mit experimentellen Werten

Die eigenen experimentellen Ergebnisse bestätigen diese Aussagen. Bei allen Materialien bleibt die globale Kompressibilität  $N < 1$ , selbst wenn lokale Kompressibilitäten  $n > 1$  auftreten. In allen Fällen nimmt der Filtratstrom, wenn auch schwach, mit dem Filtrationsdruck zu. Ein optimaler Filtrationsdruck mit maximalem Durchsatz wird nie beobachtet.

Beispielhaft sind in Abbildung 7-4 experimentelle Ergebnisse zur Abhängigkeit des Filtratstroms vom Filtrationsdruck für verschiedene Materialien zusammengefaßt. Zwar liegen die Feststoffe jeweils mit ähnlichen effektiven Partikelgrößen zwischen 4

und  $14\ \mu\text{m}$  in Suspension vor, die Gestalt der Feststoffteilchen unterscheidet sich jedoch deutlich. Micro-Calcilin ist ein feinkörniger Kalkstein. Kaolinpartikeln sind plättchenförmig. Die nanoskaligen Primärpartikeln von Ruß lagern sich zu komplexen Agglomeraten zusammen. Diese Unterschiede schlagen sich in der globalen Kompressibilität  $N_\alpha$  nieder: Micro-Calcilin ist mit einem Wert für  $N_\alpha = 0,18$  wenig kompressibel, Kaolin mit einem Wert für  $N_\alpha = 0,38$  mäßig kompressibel und Ruß mit einem Wert für  $N_\alpha = 0,78$  hoch kompressibel. Die  $N_\alpha$  Werte gelten für Filtrationsdrücke unter 16 bar.

Entsprechend verschieden sind die Kurvenverläufe für den Filtratstrom in Abhängigkeit des Filtrationsdruckes. Die Kurve von Micro-Calcilin kommt der Grenzkurve für den inkompressiblen Fall am nächsten. Bei Kaolin wächst der Filtratstrom deutlich degressiv mit dem Druck, bei Ruß stagniert er praktisch auf niedrigem Niveau. Ein optimaler Druck tritt bei keinem der Materialien auf.

Wenn sich der Filtratstrom wie beim hoch kompressiblen Ruß nur noch wenig mit dem Filtrationsdruck ändert, ist es allerdings schwierig, zwischen der Streuung der Meßwerte und einem allgemeinen Trend zu unterscheiden. Hier ist es besonders wichtig, den Filtrationsdruck über einen weiten Bereich zu variieren, bevor eine zuverlässige Aussage getroffen wird. Im Beispiel Ruß markieren die Werte des normierten Filtratstroms von 2,2 beim vierzigfachen und 2,5 beim achtzigfachen des Bezugsdruckes den langsamen Anstieg des Filtratstroms.

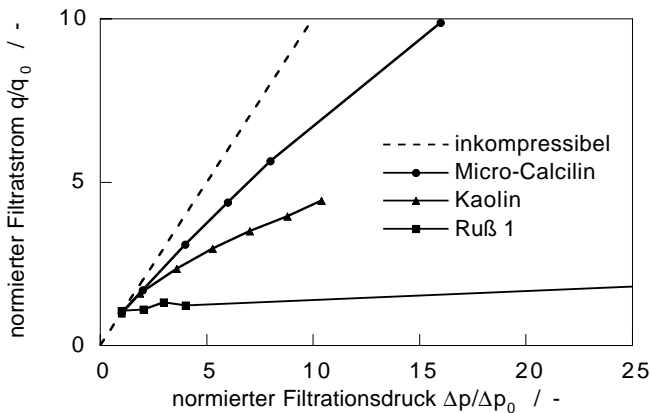


Abbildung 7-4: Experimentelle Ergebnisse für den Filtratstrom in Abhängigkeit vom Filtrationsdruck, normierte Darstellung mit Bezugspunkt  $q_0$  ( $\Delta p_0$ )

Das degressive Ansteigen des Filtratstroms mit zunehmendem Druck wird ebenso wie die Stagnation des Filtratstroms bei hohen Drücken vielfach beobachtet ([Grace 1953], [Sørensen 1992], [Cleveland et al. 1995] u. a.). Tiller und Kwon [1998] fassen Daten für hoch kompressible Filterkuchen aus zahlreichen Quellen zusammen. Bei allen hoch kompressiblen Materialien zeigt sich ein stagnierender Filtratstrom, ein optimaler Druck mit maximalem Durchsatz tritt nie auf. Sørensen und Sørensen [1997] zeigen am Beispiel von Belebtschlamm, daß der Filtratstrom schon ab so niedrigen Drücken wie 0,02 bar praktisch nicht mehr auf weitere Steigerungen des Filtrationsdruckes reagiert.

#### **7.1.1.4 Optimaler Druck bei nicht ideal kompressiblen Kuchen**

Eine seltene Ausnahme stellen die Beobachtungen von Orlicek [1956] dar, der ein Paraffin bei vier verschiedenen Drücken filtrierte. Beim höchsten Druck verläuft die Kuchenbildung langsamer als bei den beiden nächst niedrigeren Drücken. Orlicek selbst schließt aus, daß dieser Effekt alleine auf die Eigenschaften des kompressiblen Kuchens zurückzuführen sei. Vielmehr vermutet er, daß sich unter dem höchsten Druck am Filtermedium die Partikel so stark verformen, daß sie mit ihrer vergrößerten Auflagefläche die Poren des Filtermediums blockieren. Es ist auch denkbar, daß unter dem hohen Druck das Paraffin zu schmelzen beginnt und die Poren verklebt (Als Schmelzpunkt wird 54 °C genannt, ohne Aussagen zum Druck). Leider sind weitere Einzelheiten zur Versuchsdurchführung nicht bekannt, die notwendig wären, um diesen Effekt aufzuklären. Es ist aber davon auszugehen, daß die Paraffinkuchen sich nicht wie ideal kompressible Filterkuchen verhalten, d.h. daß ihr Widerstand nicht allein vom Feststoffgerüstdruck abhängt.

In komplexen Stoffsystemen können neben dem Druck weitere Einflußgrößen auf den Durchströmungswiderstand auftreten. Beispielsweise können sich Kristallisationsvorgänge in einer Erhöhung des Widerstandes äußern. In biologischen Systemen sind die Zellen häufig von einer hoch viskosen Polysaccharidschicht umhüllt. Wenn die Zellen eng gepackt sind, können die Schleimschichten benachbarter Zellen ineinander übergehen. Die Poren verkleben dann regelrecht, eine Durchströmung wird nahezu unmöglich.

In solchen Fällen wird der Widerstand nicht allein durch die Kompressibilität vorgegeben, vielmehr kommen noch weitere Komponenten hinzu, die beispielsweise von der Zeit, vom durchgesetzten Filtratvolumen oder von der Durchströmungsgeschwindigkeit abhängen können. Wenn bei der Auswertung experimenteller Ergebnisse allein die Abhängigkeit zwischen Filtratfluß und Filtrationsdruckdifferenz betrachtet wird, gehen Informationen zu weiteren Einflußgrößen verloren. So können bei den wenigen Literaturdaten, bei denen ein optimaler Druck mit maximalem Durchsatz auftritt ([Orlicek 1956], [Bender und Koglin 1986]), nur Vermutungen über die Ursachen dieses Phänomens angestellt werden.

Bei den Experimenten, deren Ergebnisse in Kapitel 6.1 vorgestellt sind, wurde stets kritisch überprüft, ob tatsächlich ideal kompressibles Materialverhalten vorliegt. Dazu wurden stichprobenartig C-P-Versuche mit verschiedenen Ausgangskuchenhöhen und verschiedenen Durchströmungsgeschwindigkeiten durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Tests zeigen, daß der Durchströmungswiderstand allein vom Feststoffgerüstdruck abhängt., es tritt kein Einfluß der Zeit, der Filtratmenge oder des Filtratstroms auf.

### 7.1.1.5 Optimaler Druck im Zentrifugalfeld

Alle Aussagen zum optimalen Druck beziehen sich bisher auf die kuchenbildende Filtration unter Differenzdruck ohne zusätzliche Feldkräfte. In diesem Fall ist die Kompaktierung des Filterkuchens allein auf die Kräfte, die durch die Flüssigkeitsströmung übertragen werden, zurückzuführen. Bei der Filtration in Zentrifugen ergibt sich ein völlig anderes Bild. Durch die Massenkräfte wird der Filterkuchen am Außenradius, also am Filtermedium, weitaus stärker zusammengepreßt, als es die Durchströmungskräfte allein bewirken könnten. Bei einer Erhöhung der Schleuderziffer steigt der Druck im Feststoffgerüst unabhängig von der Filtratströmung weiter an. So kann bei hoch kompressiblen Filterkuchen eine optimale Schleuderziffer mit maximalem Durchsatz auftreten, die auch als optimaler Druck aufgefaßt werden kann. Wird die Schleuderziffer über diesen kritischen Wert erhöht, dann überwiegt der Effekt der Verdichtung durch die Massenkräfte im Zentrifugalfeld und der Filtratstrom nimmt ab [Friedmann und Windhab 1998].

### 7.1.2 Einfluß des Filtrationsdruckes auf die Kuchenstruktur

Ein Blick auf die Struktur kompressibler Kuchen zeigt anschaulich, wie es dazu kommt, daß die für die Auslegung maßgeblichen Mittelwerte von Widerstand und Porosität des Kuchens weitaus weniger empfindlich auf Änderungen des Filtrationsdruckes reagieren als die lokalen Werte. Damit wird verständlicher, warum auch bei hoch kompressiblen Haufwerken mit lokalen Kompressibilitäten  $n \gg 1$  die globale Kompressibilität  $N$  den Wert 1 nicht übersteigt.

Exemplarisch demonstrieren die Simulationsergebnisse für das Materialgesetz "C" in Abbildung 7-5 und Abbildung 7-6, wie sich verschiedene Filtrationsdrücke auf die Struktur hoch kompressibler Kuchen auswirken.

Die Grundschichtverdichtung, die schon in Kapitel 2.1.2 eingehend diskutiert wird, kommt auch hier deutlich zum Ausdruck. Von der Kuchenoberfläche bis zum Filtermedium nimmt die Kompaktierung zu, was sich in steigenden Widerständen und sinkenden Porositäten äußert. Am Filtermedium wirkt bei vernachlässigbarem Mediumwiderstand der gesamte Filtrationsdruck als Preßdruck im Feststoffgerüst. Dementsprechend können an dieser Stelle die lokalen Strukturdaten direkt aus den Materialgesetzen bestimmt werden:  $\alpha(x=0) = \alpha(p_s = \Delta p)$ ,  $\varepsilon(x=0) = \varepsilon(p_s = \Delta p)$ . Ein erhöhter Filtrationsdruck schlägt sich also unmittelbar in einer verstärkten

Grundsichtverdichtung nieder. Im Beispiel wächst bei einer lokalen Kompressibilität von  $n = 2$  der Widerstand am Filtermedium quadratisch mit der Gesamtdruckdifferenz.

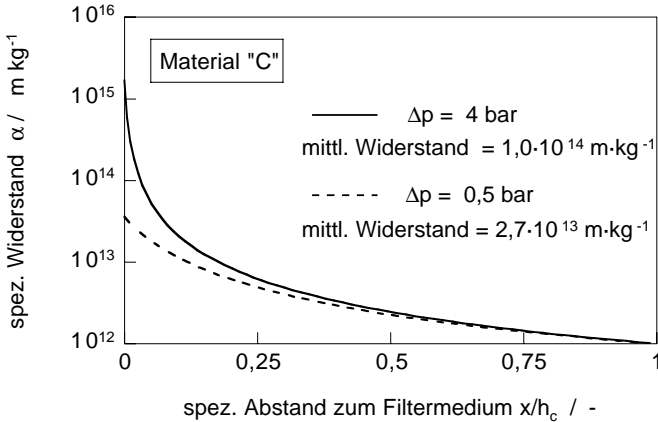


Abbildung 7-5: Massenspezifischer Widerstand  $\alpha$  in Abhängigkeit des relativen Abstandes  $x/h_c$  am Ende der Kuchenbildung bei Gesamtdruckdifferenzen  $\Delta p$  von 0,5 und 4,0 bar; Simulationsergebnisse Materialgesetz "C"

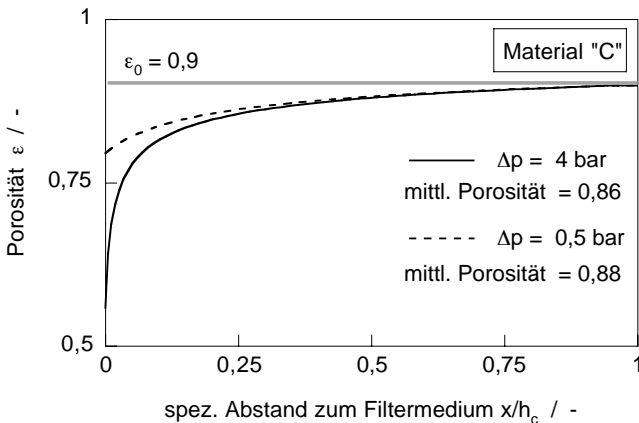


Abbildung 7-6: Porosität  $\epsilon$  in Abhängigkeit des relativen Abstandes  $x/h_c$  am Ende der Kuchenbildung bei Gesamtdruckdifferenzen  $\Delta p$  von 0,5 und 4,0 bar; Simulationsergebnisse Materialgesetz "C"

Auffällig ist, daß der mittlere Widerstand und die mittlere Porosität bei weitem nicht so heftig auf eine Erhöhung des Filtrationsdruckes ansprechen wie die lokalen Werte.

Die Gegenüberstellung der Strukturdaten bei verschiedenen Drücken führt vor Augen, daß sich ein erhöhter Filtrationsdruck nur in den filtermediumnahen Schichten merklich auf die Strukturdaten auswirkt. Dort führen die enorm gesteigerten lokalen Widerstände zu noch größeren lokalen Druckgradienten. Da sich in hoch kompressiblen Filterkuchen nahezu der gesamte hydraulische Druckverlust in der Grundsicht konzentriert (vgl. Kapitel 2.1.2), bleibt im restlichen Kuchen der Feststoffgerüstdruck auf niedrigem Niveau. Dementsprechend verbleibt die Kuchenstruktur in diesen Bereichen nahezu unbeeinflußt von einer Erhöhung der Gesamtdruckdifferenz. So sind die Kurven bei verschiedenen Drücken in ca. 80% des Kuchens nahezu deckungsgleich, erst im restlichen Fünftel am Filtermedium treten nennenswerte Unterschiede auf.

In die Mittelwerte von Widerstand und Porosität gehen aber alle Schichten ein. Der überwiegende Anteil von Schichten mit nahezu unveränderter Struktur mildert dann den Effekt der verstärkten Grundsichtverdichtung bei erhöhten Drücken erheblich ab.

### **7.1.3 Empfehlungen zur Wahl des Kuchenbildungsdruckes**

Sowohl die theoretischen Betrachtungen als auch die experimentellen Untersuchungen zeigen, daß die bei inkompressiblen Filterkuchen bewährte Maxime "viel hilft viel" bei kompressiblen Kuchen an Gültigkeit einbüßt. Je kompressibler ein Material, desto geringer fällt die Durchsatzsteigerung bei Erhöhung des Filtrationsdruckes aus. Eine Verschlechterung des Durchsatzes aufgrund kompressiblen Materialverhaltens konnte nicht festgestellt werden.

Weil sich also die Bildung hoch kompressibler Kuchen durch höhere Drücke kaum beschleunigen läßt, sind dazu niedrige Drücke ausreichend, erst beim Auspressen der Filterkuchen sind hohe Preßdrücke zur weitergehenden Restfeuchteabsenkung sinnvoll (vgl. Kapitel 7.2).

Wenn es auch aus verfahrenstechnischer Sicht keinen optimalen Filtrationsdruck gibt, so wird die Wahl des Filtrationsdruckes doch aus Gründen der Wirtschaftlichkeit zu einer Optimierungsaufgabe. Apparate, die für hohe Drücke ausgelegt sind, sind in der Anschaffung und im Betrieb spezifisch teurer als Apparate im Niederdruckbereich. Dem erhöhten finanziellen Aufwand steht insbesondere bei hoch kompressiblen Kuchen eine sehr geringe Verbesserung des Verfahrensergebnisses gegenüber. In solchen Fällen ist es ökonomisch sinnvoller, einen niedrigen Filtrationsdruck zu wählen.



## 7.2 Kombination Kuchenbildung und Pressung

Kompressible Filterkuchen können durch Nachpressen weitergehend entwässert werden. Unter mechanischer Last, die beispielsweise durch einen Preßkolben, eine Preßwalze oder ein Preßband aufgebracht werden kann, wird der Kuchen verdichtet, wobei die Flüssigkeit aus den Poren verdrängt wird. Dadurch wird die Restfeuchte des Kuchens gesenkt, ohne daß eine Untersättigung auftritt.

Eine mechanische Flüssigkeitsabtrennung ist weitaus energieeffizienter als eine thermische. Daher ist es in der Regel empfehlenswert, kompressible Filterkuchen vor dem Trocknen auszupressen. Bewährte Apparate zur Preßfiltration sind beispielsweise Filterpressen (diskontinuierlich) oder Siebbandpressen (kontinuierlich). In Kapitel 8.2. werden verschiedene Typen von Preßfiltern diskutiert.

### 7.2.1 Grundlagen des Nachpressens

Das Nachpressen bewirkt eine Vergleichmäßigung der Kuchenstruktur. Die Druckgradienten, welche die inhomogene Struktur kompressibler Kuchen mit ausgeprägter Grundschicht bestimmen (vgl. Abbildung 7-7), werden beim Nachpressen abgebaut. Nach Ablauf dieses Vorgangs, der als Konsolidierung bezeichnet wird [Shirato et al. 1986], [Leclerc und Rebouillat 1985], liegt ein homogener Preßling vor (vgl. Abbildung 7-8).

Die Kuchenstruktur im Konsolidierungsgleichgewicht  $\varepsilon$  wird durch den Preßdruck vorgegeben, der im Konsolidierungsgleichgewicht dem Feststoffgerüstdruck im ganzen Haufwerk entspricht:  $\varepsilon(p_p) = \varepsilon(p_s = p_p)$ .

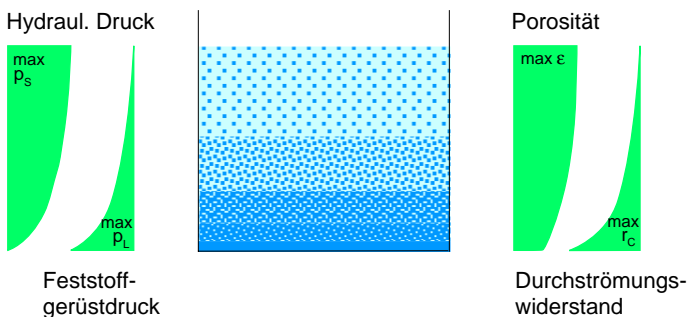


Abbildung 7-7: Inhomogene Filterkuchenstruktur nach der Kuchenbildung

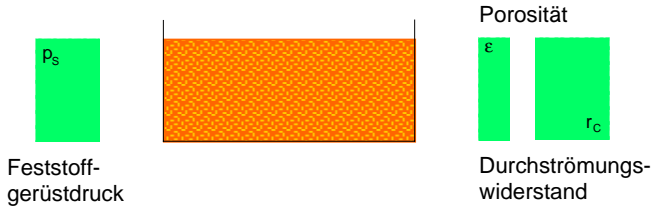


Abbildung 7-8: Homogene Filterkuchenstruktur nach der Pressung

Die mechanische Druckbelastung beim Pressen und die Druck- und Schleppkräfte der abströmenden Flüssigkeit führen zur Zerstörung von Feststoffbrücken, zur Wanderung kleiner Partikeln in Hohlräume, zu plastischen Deformationen und, vor allem bei weichen oder faserigen Stoffen, zu elastischen Deformationen. Die Deformationen begünstigen wiederum Umlagerungen im Haufwerk. Diese Vorgänge werden unter dem Begriff primäre Konsolidierung zusammengefaßt.

Die Strukturänderungen der primären Konsolidierung können mit den gleichen Materialgesetzen für Porosität und Durchströmungswiderstand in Abhängigkeit vom Feststoffgerüstdruck beschrieben werden, die auch bei der lokalen Betrachtung der Kuchenbildung zum Einsatz kommen (vgl. Kapitel 2.3).

Parallel zur primären Konsolidierung kann es infolge zeitabhängiger Kriechvorgänge zur sogenannten sekundären Konsolidierung kommen. Dieser Effekt gewinnt erst bei langen Preßzeiten, die in technischen Prozessen selten relevant sind, an Bedeutung gegenüber der primären Konsolidierung. Die sekundäre Konsolidierung kommt im Gegensatz zur primären nicht zum Stillstand, nachdem der hydraulische Druckgradient im Kuchen abgebaut worden ist.

Bei ideal kompressiblen Kuchen kann die sekundäre Konsolidierung vernachlässigt werden. Die Aussagen zum Konsolidierungsgleichgewicht beziehen sich dann auf das Ende der primären Konsolidierung.

### 7.2.2 Konsolidierungspotential

Zur Beurteilung der Nachverdichtung bietet es sich an, das Konsolidierungspotential  $\Delta\varepsilon$  als Kenngröße einzuführen. Es resultiert aus der mittleren Porosität nach der Kuchenbildung abzüglich der Porosität nach der Pressung beim gleichen Druck.

$$\Delta\varepsilon(\Delta p) = \varepsilon(\Delta p) - \varepsilon_{\infty}(p_P = \Delta p) \quad (7-17)$$

Beispielhaft ist in Abbildung 7-9 das Konsolidierungspotential von Ruß gezeigt. Während die Porosität der inhomogenen Filterkuchen auch bei erhöhten Filtrationsdrücken auf hohem Niveau bleibt, sinkt die Porosität der gepreßten Kuchen schon bei niedrigen Drücken stark ab. Auch bei höheren Drücken ist durch Auspressen immer noch eine spürbare Entwässerung erreichbar.

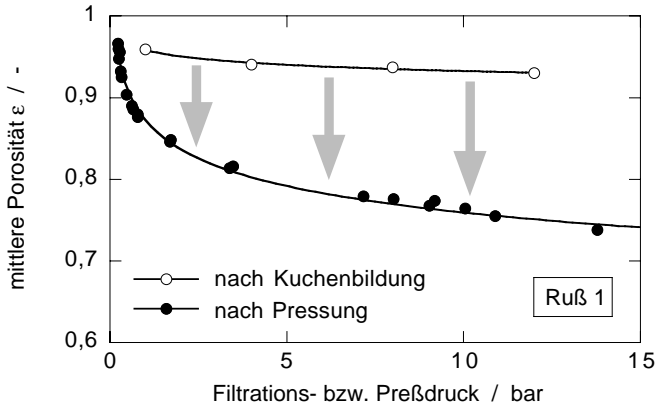


Abbildung 7-9: Konsolidierungspotential von Ruß (experimentelle Daten)

Charakteristisch für hoch kompressible Haufwerke ist die starke Abnahme der Porosität mit steigendem Preßdruck. Zugleich führt eine ausgeprägte Grundschichtverdichtung dazu, daß die mittleren Porositäten hoch kompressibler Kuchen außerordentlich hoch liegen, und das nahezu unabhängig vom Druck (vgl. Kapitel 7.1.2). Deshalb klappt bei steigenden Drücken die Schere zwischen der Porosität nach der Kuchenbildung und der Porosität nach dem Pressen um so weiter auseinander, je kompressibler der Filterkuchen ist.

Einen ersten Anhaltspunkt zur Abschätzung des Konsolidierungspotentiales liefert die Porosität des unbelasteten Haufwerkes  $\epsilon_0$ , die aus Sedimentationsversuchen abgeschätzt werden kann (vgl. Kapitel 4.4.1). Hohe Werte von  $\epsilon_0$  deuten auf eine hohe Kompressibilität und damit auf ein großes Konsolidierungspotential hin [Tiller und Yeh 1987].

Während bei hoch kompressiblen Kuchen hohe Drücke zur Kuchenbildung weder im Hinblick auf die Restfeuchte noch auf die Filtrationsgeschwindigkeit nennenswerte Vorteile bringen (vgl. Kapitel 7.1), können hohe Preßdrücke für eine weitergehende Entfeuchtung durchaus lohnenswert sein. Deshalb ist in solchen Fällen eine zweistufige Prozeßführung empfehlenswert: zunächst die Kuchenbildung bei niedrigem Druck, gefolgt von einer Pressung bei hohem Druck (vgl. auch Kapitel 7.2.5).

### 7.2.3 Kinetik des Nachpressens

Shirato und seine Mitarbeiter haben grundlegende Arbeiten zur Kinetik der Preßfiltration geliefert [Shirato et al. 1986] (vgl. auch [Leclerc und Rebouillat 1985]). Auf diese Quellen stützt sich die folgende Darstellung.

Zur Charakterisierung der Haufwerksstruktur während der Konsolidierung ist neben der Porosität  $\epsilon$ , dem Quotienten aus Hohlraumvolumen zu Gesamtvolumen, auch die Porenziffer  $e$ , der Quotient aus Hohlraumvolumen zu Feststoffvolumen, gebräuchlich. Während die Porosität maximal den Wert eins oder 100% annehmen kann, gibt es keine obere Schranke für die Porenziffer.

$$e = \frac{\text{Hohlraumvolumen}}{\text{Feststoffvolumen}} = \frac{V_H}{V_S} = \frac{\epsilon}{1 - \epsilon}, \quad 0 < e < \infty \quad (7-18)$$

Das Fortschreiten der Konsolidierung wird mit dem Konsolidierungsgrad  $U_c$  beschrieben, der die aktuelle Kuchenhöhenverminderung  $H_0 - H(t)$  auf die maximal mögliche Kuchenhöhenverminderung  $H_0 - H$  im Gleichgewicht bezieht. Dieser Wert kann auch aus den entsprechenden Porenziffern berechnet werden.

$$U_c = \frac{H_0 - H(t)}{H_0 - H_\infty} = \frac{e_0 - e(t)}{e_0 - e_\infty} \quad (7-19)$$

Für vergleichende Aussagen wird die dimensionslose Konsolidierungszeit  $T_c$  herangezogen. Sie setzt sich zusammen aus der Konsolidierungsdauer  $t_c$ , der Anzahl der Filterflächen  $i$ , der flächenbezogenen Feststoffbeladung  $w_{s,0}$  und dem Konsolidierungskoeffizient  $C_e$ .

$$T_c = C_e \frac{i^2}{w_{s,0}^2} t_c \quad (7-20)$$

Der druckabhängige Materialparameter  $C_e$  kann wie folgt aus den Ergebnissen von C-P-Tests bei jedem Preßdruck mit dem Durchströmungswiderstand  $\alpha$  und der Ableitung der Porenziffer nach dem Preßdruck  $d e / d p_s$  berechnet werden:

$$C_e = \frac{p_s}{\eta \alpha (d e / d p_s)} \quad (7-21)$$

In die dimensionslose Konsolidierungszeit  $T_c$  gehen die Anzahl der Filterflächen und die flächenbezogene Feststoffbeladung quadratisch ein. Daraus ergibt sich, das ein effizienter Preßfilter mit vielen Entwässerungsflächen und geringen Kuchenhöhen arbeiten sollte. Apparate, die nach diesen Vorgaben gestaltet sind, werden in Kapitel 8.2 vorgestellt.

In Abbildung 7-10 ist der typische Konsolidierungsverlauf für die verschiedenen Ausgangssituationen homogener Schlamm ( $\varepsilon > \varepsilon_0$ ) und inhomogener Filterkuchen dargestellt. Die Daten sind für das hoch kompressible Beispielmateriale "C" mit dem Simulationsprogramm berechnet worden.

In der Anfangsphase steigt der Konsolidierungsgrad des Schlammes proportional zur Wurzel der dimensionslosen Zeit, bei langen Zeiten strebt der Wert asymptotisch gegen den Grenzwert eins. Beim Filterkuchen ist die Konsolidierung zu Beginn langsamer, nimmt später jedoch einen ähnlichen Verlauf wie beim Schlamm. Die Unterschiede sind darauf zurückzuführen, daß beim Filterkuchen die verdichtete Grundschrift von Anfang an wie ein Flaschenhals das Abströmen der ausgepreßten Flüssigkeit behindert, wohingegen sich beim Schlamm eine ähnliche Grundschrift erst während des Preßvorgangs bildet.

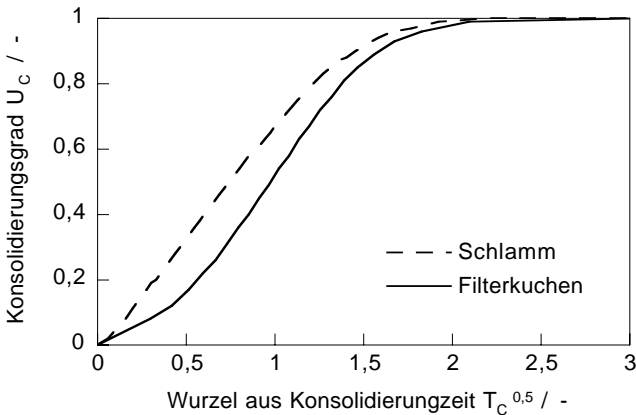


Abbildung 7-10: Konsolidierungskinetik für verschiedene Ausgangssituationen  
Simulationsergebnisse für Material "C"

Das nach Gleichung (7-17) definierte Konsolidierungspotential bezieht sich auf die Porosität nach dem Abschluß der primären Konsolidierung. Dieser theoretische Wert ist ein Grenzwert für unendlich lange Zeiten. In der Praxis kann das Nachpressen allerdings nur von begrenzter Dauer sein. Das praktisch erreichbare Konsolidierungspotential bleibt also hinter dem theoretischen Maximalwert zurück. Wie jedoch Abbildung 7-10 zeigt, läßt sich auch mit moderaten Preßzeiten das Konsolidierungspotential weitestgehend ausschöpfen.

Als Faustregel gilt, daß das Filtrat aus super kompressiblen Kuchen während des Nachpressens zunächst mit einer ähnlichen Geschwindigkeit ausströmt wie bei der Kuchenbildung. Erst gegen Ende der Pressung, wenn der Konsolidierungsgrad Werte von 80% überschreitet, nimmt die Filtratgeschwindigkeit deutlich ab [Tiller und Yeh 1987].

Die Konsolidierung kommt am schnellsten zum Abschluß, wenn der Preßdruck direkt nach der Kuchenbildung seinen Höchstwert erreicht. Das schlagartige Aufbringen des Preßdruckes kann allerdings dann Probleme aufwerfen, wenn die Abdichtung der Preßkammer bei hohen Drücken den unverdichteten, fließfähigen Teil des Filterkuchens nicht zurückhalten kann. Derartige Schwierigkeiten können beispielsweise bei Siebbandpressen oder Plattenpreßfiltern auftreten (vgl. Abschnitte 8.2.2.1 und 8.2.1.2). In solchen Fällen empfiehlt es sich, den Preßdruck allmählich aufzubauen. Ein hinreichend vorverdichtetes Haufwerk läßt sich auch bei hohen Preßdrücken nicht mehr durch einen Dichtungsspalt quetschen.

#### 7.2.4 Pressen mit Gasdifferenzdruck

In Apparaten ohne spezielle Preßvorrichtung kann auch ein Gasdifferenzdruck zum Nachpressen eingesetzt werden. Voraussetzung dafür ist, daß der kapillare Eintrittsdruck des Filterkuchens nicht überschritten wird. Sonst würde das Gas in die Poren des Filterkuchens eindringen und die Porenflüssigkeit verdrängen. Dieser Entfeuchtungsvorgang wird bei kompressiblen Filterkuchen häufig durch das Auftreten von Schrumpfrissen gestört [Wiedemann 1996].

Solange der Gasdifferenzdruck unter dem kapillaren Eintrittsdruck liegt, kann unmittelbar nach Abschluß der Kuchenbildung, d.h. sobald der Flüssigkeitsspiegel die oberste Partikelschicht erreicht, der Nachpreßvorgang einsetzen. Dabei wirken die Menisken an der Oberfläche des Filterkuchens wie eine Preßmembran.

Entscheidend für den kapillaren Eintrittsdruck eines Filterkuchens ist die Porengröße an der Haufwerksoberfläche. Durch das Aufbringen einer feinporigen Deckschicht kann das Eindringen von Gas auch bei vergleichsweise grobkörnigen Filterkuchen vermieden werden [Shirato et al. 1985], [Stahl 1992]. Die Deckschicht kann aus dem Feingutanteil des Feststoffes bestehen, der in einem vorgeschalteten Klassierschritt abgetrennt worden ist, oder aber aus einem Fremdmaterial, das die Kuchenoberfläche quasi versiegelt (vgl. Abbildung 7-11).

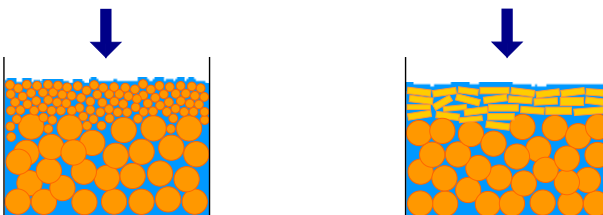


Abbildung 7-11: Pressen unter Gasdifferenzdruck mit einer Deckschicht aus artemigenem Feingut (links) oder Fremdmaterial (rechts)

Yagishita et al. [1990] schlagen als Alternative die Verwendung einer hoch viskosen, nicht-Newtonischen Flüssigkeit vor. Beim Eindringen in das Haufwerk ruft diese Flüssigkeit hohe lokale Druckgradienten hervor, die zu einer Kompaktierung der oberen Schichten führen. Bei einem Wasseraufbereitungsschlamm werden mit dieser Methode ähnliche Restfeuchten wie beim konventionellen Pressen erreicht.

### **7.2.5 Empfehlungen zu Verfahrenskombinationen mit Pressung**

In vielen Prozessen mit kompressiblen Filterkuchen ist das Nachpressen notwendig, weil die inhomogene Struktur Probleme bei der Handhabung der feuchten Kuchen aufwirft.

An Trommelfiltern beispielsweise kann es dazu kommen, daß der wenig verdichtete Oberkuchen beim Auftauchen aus der Suspension in den Trog zurückfließt. Der Feststoff reichert sich dann im Trog an, in Folge dessen kann der Filter nicht stationär betrieben werden. Mit einem speziellen Preßband (vgl. Abschnitt 8.1.2.2) kann dieses Problem vermieden werden.

Die Weitergabe eines Filterkuchens an einen Trockner ist sehr schwierig, wenn der Kuchen nasse, klebrige Oberflächen aufweist. Auch hier kann durch Nachpressen Abhilfe geschaffen werden [Ruhland 1999].

Wenn der Filterkuchen gewaschen werden soll, ist es empfehlenswert, den Kuchen vor der Waschung zu pressen. Dadurch kann bei hoch kompressiblen Kuchen schon ein Großteil der Mutterlauge ausgeschoben werden. Das Porenvolumen ist nach dem Pressen wesentlich geringer als unmittelbar nach der Kuchenbildung, dementsprechend wird deutlich weniger Flüssigkeit zum Auswaschen benötigt. Durch das Pressen wird die Porenradienverteilung im Filterkuchen eingeeengt [Puff 1992], was eine gleichmäßige Auswaschung begünstigt. Strukturänderungen, die während des Waschens aufgrund der Veränderung der physiko-chemischen Bedingungen im Filterkuchen auftreten können ([Bender 1983], [Gösele 1995], [Heuser und Stahl 1998]), machen sich an vorgepreßten Kuchen weniger bemerkbar. Zwar müssen bei dieser Vorgehensweise längere Waschzeiten in Kauf genommen werden, weil der Preßling mit seiner kompakten Struktur einen höheren Durchströmungswiderstand als der ungepreßte Filterkuchen hat, die Vorteile des Pressens überwiegen jedoch.

Preßfilter sind vergleichsweise aufwendige Apparate. Zur Bildung von Filterkuchen aus Suspensionen mit geringem Feststoffanteil sind die hohen Drücke, für die Preßfilter ausgelegt sind, wenig hilfreich. Insbesondere bei hoch kompressiblen Filterkuchen können auch mit einfachen Vakuumfiltern ähnliche Durchsätze und Restfeuchten (vgl. Kapitel 7.1) wie bei Hochdruckfiltern erreicht werden.

Preßfilter werden dann am effizientesten genutzt, wenn sie mit Schlämmen hohen Feststoffgehaltes beschickt werden. Mit einer Voreindickung, beispielsweise durch Sedimentation im Erd- oder Zentrifugalfeld, kann schon der größte Teil der

Flüssigkeit auf einfache Weise abgetrennt werden. Der Preßfilter wird dadurch spürbar entlastet. Hinzu kommt, daß bei Schlämmen die Preßkinetik günstiger verläuft als bei Filterkuchen (vgl. Kapitel 7.2.3). Beide Effekte tragen dazu bei, daß für die Nachpressung weniger spezifisch teure Preßfilterfläche benötigt wird.

### 7.3 Wahl der Druckanstiegsfunktion

In der Praxis ist es eine übliche Vorgehensweise, den Filtrationsdruck nicht schlagartig, sondern allmählich ansteigend aufzubringen. Dadurch soll eine frühzeitige Kompaktierung vermieden werden.

Diese Methode wurde in Simulation und Experiment nachvollzogen. Verschiedene Varianten des Druckaufbaus, die in Abbildung 7-12 dargestellt sind, wurden im Hinblick auf Filtrationszeit und Restfeuchte des gesättigten Filterkuchens miteinander verglichen. Als Filtermedium kam bei allen in diesem Kapitel vorgestellten Experimenten eine engporige Membran zum Einsatz.

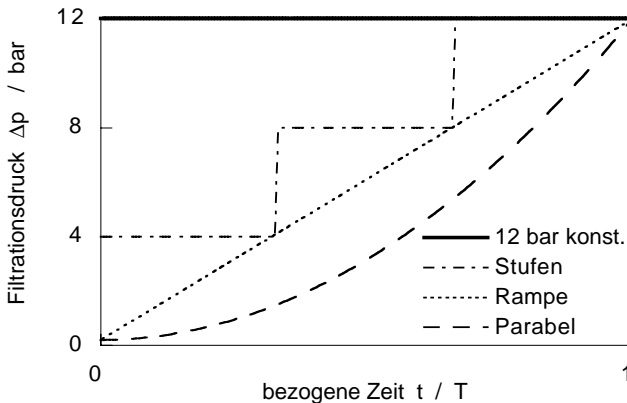


Abbildung 7-12: Druckfunktionen im Test

#### 7.3.1 Einfluß des Druckanstiegs auf die Filtrationsdauer

In Abbildung 7-13 sind beispielhaft Filtrationsverläufe für Kaolin bei verschiedenen Druckprofilen gezeigt. Die Ergebnisse aus Experiment und Simulation zeigen übereinstimmend, daß die Kuchenbildung bei einem konstanten hohen Druck früher zum Abschluß kommt als bei einer allmählichen Drucksteigerung bis zum gleichen Enddruck. Je später der Bereich niedriger Drücke verlassen wird, um so länger dauert die Kuchenbildung. Bei gleicher Suspensionsmenge unterscheiden sich die Gesamtfiltrationsmengen kaum. Dies läßt erwarten, daß unabhängig von der Art des Druckanstiegs Kuchen mit gleicher Restfeuchte vorliegen (vgl. Kapitel 7.1.2).



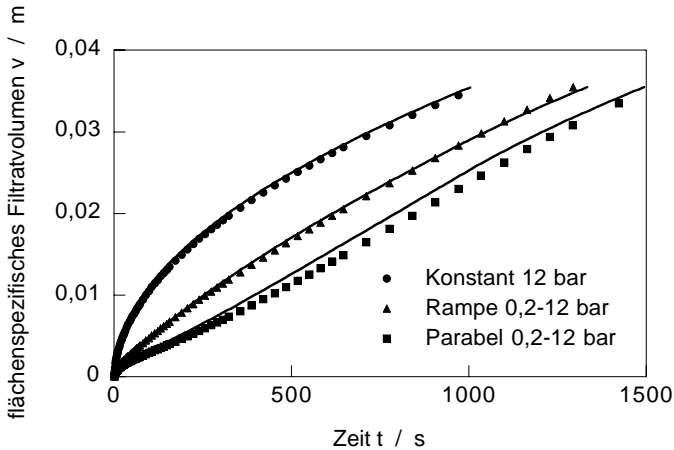


Abbildung 7-13: Filtratvolumen in Abhängigkeit der Filtrationszeit für Kaolin bei verschiedenen Druckprofilen mit einem Enddruck von 12 bar; Experimentelle Daten: Symbole, Simulationsdaten: Linien

Die weiteren Ergebnisse für Kuchenbildungszeiten aus Experiment und Simulation in Tabelle 7-1 belegen, daß ein verzögerter Druckaufbau in allen Fällen zu einer verlangsamteten Filtration führt. Die verschiedenen Materialien zeigen jeweils das gleiche Verhalten: Die Filtration ist am schnellsten, wenn der maximale Druck von Anfang an aufgebracht wird, dann folgen in der Reihe ansteigender Filtrationsdauer die lineare und parabolische Drucksteigerung. Die Kuchenbildung verläuft demnach um so schneller, je früher hohe Drücke erreicht werden. Die Zeitverluste sind beim inkompressiblen Referenzmaterial am größten, beim hoch kompressiblen Ruß sind die Verluste weitaus geringer.

Tabelle 7-1: Filtrationszeiten für verschiedene Druckprofile bezogen auf die Filtrationszeit bei einem konstanten Druck von 12 bar

|             | Mat. "I" | Kaolin |      | Divergan |      | Zellulose |      | Ruß 1 |      |
|-------------|----------|--------|------|----------|------|-----------|------|-------|------|
| Versuchstyp | sim.     | exp.   | sim. | exp.     | sim. | exp.      | sim. | exp.  | sim. |
| Rampe       | 150%     | 130%   | 133% | 108%     | 120% | 112%      | 121% | 108%  | 116% |
| Parabel     | 168%     | 160%   | 149% | 112%     | 138% | 118%      | 138% | 123%  | 128% |

Diese Ergebnisse stehen im Einklang mit den Betrachtungen zur Filtration bei konstanten Drücken in Kapitel 7.1. Für ideal kompressible Filterkuchen gibt es keinen optimalen Druck mit maximaler Kuchenbildungsgeschwindigkeit, sondern je nach Kompressibilität bewirkt eine Druckerhöhung eine mehr oder minder starke Beschleunigung der Filtration. Wenn der Filtrationsdruck erst allmählich gesteigert wird, verläuft die Kuchenbildung in der Anfangsphase langsamer als der Referenzvorgang, bei dem der Druck schon zu Beginn den Maximalwert annimmt. Dieser Nachteil kann nicht mehr wett gemacht werden.

Der Zeitverlust ist bei inkompressiblen Kuchen, für die eine Drucksteigerung die stärkste Beschleunigung der Filtration bewirkt, am größten. Bei hoch kompressiblen Kuchen läßt sich die Filtrationsgeschwindigkeit durch eine Drucksteigerung nur geringfügig erhöhen. Ein mit der Zeit ansteigender Filtrationsdruck verursacht dann weniger schwerwiegende Einbußen bei der Filtrationsleistung.

### 7.3.2 Einfluß des Druckanstiegs auf die Kuchenstruktur

Die Gegenüberstellung der mittleren Porositäten in Tabelle 7-2 beweist, daß die mittlere Porosität der Kuchen unabhängig von ihrer Vorgeschichte allein vom Enddruck abhängt. Die Ergebnisse aus der Simulationsrechnung sind trotz unterschiedlicher Versuchstypen für ein gegebenes Material identisch. Bei den experimentellen Ergebnissen ergeben sich unter Berücksichtigung der bei hoch kompressiblen Kuchen unvermeidlichen Meßungenauigkeiten keine signifikanten Abweichungen.

Tabelle 7-2: Mittlere Porositäten nach der Kuchenbildung bei verschiedenen Druckprofilen mit einem Enddruck von 12 bar

| Versuchstyp | Mat. "I" | Kaolin |      | Divergan |      | Zellulose |      | Ruß 1 |      |
|-------------|----------|--------|------|----------|------|-----------|------|-------|------|
|             | sim.     | exp.   | sim. | exp.     | sim. | exp.      | sim. | exp.  | sim. |
| Konstante   | 0,90     | 0,62   | 0,59 | 0,84     | 0,83 | 0,83      | 0,82 | 0,93  | 0,93 |
| Rampe       | 0,90     | 0,62   | 0,59 | 0,86     | 0,83 | 0,86      | 0,82 | 0,94  | 0,93 |
| Parabel     | 0,90     | 0,63   | 0,59 | 0,86     | 0,83 | 0,87      | 0,82 | 0,94  | 0,93 |

Dies legt den Schluß nahe, daß die Haufwerksstruktur allein von der momentanen Druckbelastung abhängt. Solange der Filtrationsdruck niedrig ist, bleibt die Haufwerksstruktur permeabel, allerdings bleibt auch der Filtratstrom wegen des niedrigen treibenden Potentials gering. Wird der Druck während der Filtration erhöht, so nimmt das Haufwerk schnell die kompakte Struktur an, die der neuen Belastung entspricht. Daher kommt der positive Effekt des größeren Potentials dann kaum noch zum Tragen.

Die Versuchsergebnisse in Abbildung 7-14 belegen, daß diese These gerechtfertigt ist. Bei einer stufenweisen Erhöhung des Filtrationsdruckes stellen sich quasi spontan die gleichen Verhältnisse wie in den entsprechenden Referenzversuchen bei konstanten Drücken ein. Der Filterkuchen hat also kein "Gedächtnis", d.h. er kann bei einer Drucksteigerung die durchlässigere Struktur aus zurückliegenden Phasen mit geringerer Druckbelastung nicht bewahren.

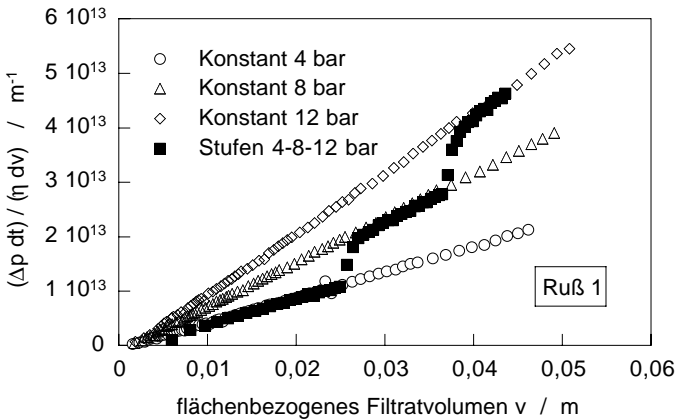


Abbildung 7-14: Filtration mit Ruß bei konstanten oder stufenweise gesteigerten Drücken, experimentelle Ergebnisse

Dieses Verhalten ist typisch für ideal kompressible Haufwerke, deren Struktur allein vom aktuellen Feststoffgerüstdruck abhängt. Die Prozeßsimulation setzt solches Verhalten voraus. Die gute Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation (vgl. Abbildung 7-13, und Tabelle 7-2) bekräftigt, daß diese Annahme berechtigt ist.

## 7.4 Einfluß der Prozeßführung auf den effektiven Filtermediumwiderstand

Bei den bisherigen Betrachtungen zur Wahl des Filtrationsdruckes stand der Durchströmungswiderstand des kompressiblen Filterkuchens im Mittelpunkt, der Widerstand des Filtermediums wurde ausgeblendet. Diese Vernachlässigung ist oft gerechtfertigt, denn in der Regel werden Filtermedien so ausgewählt, daß ihr Widerstand im Vergleich zum Widerstand des Filterkuchens sehr gering ausfällt [Rushton und Griffith 1972], [Anlauf 1989].

Es gibt aber auch Fälle, bei denen zur Sicherstellung einer vollständigen Feststoffrückhaltung, zur Unterdrückung des Gasdurchbruchs bei der Gasdifferenzdruckentfeuchtung oder aufgrund hoher Ansprüche an die mechanische Festigkeit vergleichsweise hohe Filtermediumwiderstände in Kauf genommen werden. Dann muß bei der Prozeßauslegung auch berücksichtigt werden, wie sich der Filter-

mediumwiderstand bei verschiedenen Einstellungen verändert. Insbesondere bei der Filtration mit kompressiblen Filterkuchen, für die der Filtrationsdruck der wichtigste Parameter ist, sollte auf die Druckabhängigkeit des Filtermediumwiderstandes geachtet werden.

Der für die Filtration maßgebliche effektive Filtermediumwiderstand  $R_{M,eff}$  stimmt äußerst selten mit dem Widerstand  $R_{M,0}$  überein, der aus Durchströmungstests des sauberen Filtermediums mit Luft oder reinem Wasser berechnet wird [Rushton und Griffith 1972], [Anlauf 1989]. Häufig ist der effektive Widerstand um ein Vielfaches höher als es die Herstellerangaben für  $R_{M,0}$  erwarten lassen.

$$R_{M,eff} = R_{M,0} + \Delta R_M \quad (7-22)$$

Die Hauptursache für diese Diskrepanz liegt darin, daß sich während der Filtration Partikeln auf oder in den Poren des Filtermediums ablagern und damit das frei durchströmbare Volumen verringern. Daraus resultiert eine Erhöhung des effektiven Filtermediumwiderstandes. Ob und in welchem Ausmaß sich die Verlegung des Filtermediums bemerkbar macht, hängt vom Typ der Partikelabscheidung ab.

#### 7.4.1 Abscheidemechanismen am Filtermedium

Im Idealfall der reinen Oberflächenfiltration werden alle Partikeln an der Filterkuchenseite des Filtermediums abgeschieden. Solange die Poren des Mediums kleiner als die feinsten Partikeln in der Suspension sind, kann keine Partikel in das Innere des Mediums eindringen. Die Abscheidung beruht dann allein auf dem Siebeffekt an der Oberfläche des Mediums (vgl. Abbildung 7-15).



Abbildung 7-15: Partikelabscheidung durch die Siebwirkung des Filtermediums

Weil die Partikeln den Stromlinien der Flüssigkeit folgen, ist es wahrscheinlicher, daß eine Partikel auf einer Pore abgeschieden wird als daneben. In Folge dessen werden einzelne Poren durch Partikeln abgedeckt. Die effektive Filterfläche wird dadurch verringert, der effektive Filtermediumwiderstand steigt. Dieser Effekt macht sich stark bemerkbar, wenn Porenweite des Mediums und Partikelgröße in der gleichen Größenordnung liegen und nur wenige Poren auf der Oberfläche verteilt sind (Abbildung 7-15 rechts). Wenn die Poren des Mediums viele kleine Öffnungen darstellen, ist eher die Möglichkeit gegeben, daß die Flüssigkeit neben den verlegten Poren noch freie Passagen findet (Abbildung 7-15 links).

Die Erhöhung des effektiven Filtermediumwiderstandes durch die Abdeckung von Poren hängt also in erster Linie von der Geometrie der Filtermediumoberfläche und der Partikeln ab. Ein prägender Einfluß von Prozeßparametern wie Filtrationsdruck und Suspensionskonzentration ist nicht zu erwarten.

Selbst wenn die Partikelgröße unter der Porengröße des Mediums liegt, kann dann noch eine vollständige Abscheidung an der Oberseite des Mediums erreicht werden, wenn die ersten Partikeln stabile Feststoffbrücken bauen (vgl. Abbildung 7-16). Die Brückenbögen überspannen die Poren, nachfolgende Partikeln lagern sich auf den Brücken ab. Allerdings besteht die Gefahr, daß Brücken kollabieren. Falls die Partikeln nach dem Zusammenbruch das Filtermedium ungehindert passieren können, verursachen sie einen Feststoffdurchschlag im Filtrat. Ansonsten kommt es zur Abscheidung von Partikeln im Filtermedium, das dann ähnlich wie ein Tiefenfilter wirkt. Die abgeschiedenen Partikeln verstopfen die Poren des Mediums, deshalb erhöht sich sein Durchströmungswiderstand.



Abbildung 7-16: Partikelabscheidung durch Bildung von Feststoffbrücken

Ob die Partikeln Brücken bilden, hängt von verschiedenen Einflußgrößen ab [Rushton und Griffith 1972]: der Partikelgrößenverteilung, dem Verhältnis von Porengröße zu Partikelgröße, der Porenform und der Struktur des Filtermediums. Der Aufbau von Feststoffbrücken wird durch hohe Feststoffkonzentrationen begünstigt [Heertjes 1957], [Anlauf und Müller 1990]. Wenn gleichzeitig viele Partikeln zur gleichen Pore gedrängt werden, behindern sie einander. Sie können sich gegenseitig verkeilen und ein Gewölbe über der Pore aufbauen. Kommen dagegen bei niedrigen Konzentrationen nur vereinzelte Partikeln an, so können diese nacheinander die Pore passieren.

Die Stabilität der Feststoffbrücken hängt neben Partikeleigenschaften wie Größe, Form, Oberflächenbeschaffenheit und Agglomerationsgrad auch von der mechanischen Belastung ab. Wenn die statische Beanspruchung durch den Feststoffgerüstdruck oder die dynamische Beanspruchung durch Strömungskräfte zu groß werden, können Feststoffbrücken zusammenbrechen.

Es ist demnach zu erwarten, daß bei offenporigen Filtermedien die Prozeßbedingungen großen Einfluß auf den effektiven Filtermediumwiderstand nehmen.

#### **7.4.2 Einfluß des Filtrationsdruckes auf den effektiven Filtermediumwiderstand**

Der Filtrationsdruck kann den Filtermediumwiderstand auf verschiedene Weise beeinflussen: Dicke, weiche Medien können unter der Drucklast zusammengedrückt werden. Dadurch werden die Poren zusammengedrückt, das durchströmbare Volumen wird kleiner und der Strömungswiderstand steigt. Bei höheren Drücken werden Partikeln, die an der Mediumoberfläche abgeschieden werden, noch fester auf das Medium gedrückt. Der negative Effekt der Tuchverlegung wird dadurch verstärkt. Falls die Feststoffbrücken bei hohen Drücken instabil werden, ist der Erfolg der Trennung auf offenporigen Filtermedien insgesamt in Frage gestellt.

Der Einfluß des Filtrationsdruckes auf den effektiven Filtermediumwiderstand wurde experimentell nach der in Kapitel 4.4.5 beschriebenen Methode untersucht.

Zwei grundlegend verschiedene Filtermedientypen wurden betrachtet: ein multifiles, kalandriertes Filtertuch (Polypropylengewebe PP2876 von Scapa Filtration GmbH, Salzgitter), das nach Herstellerangaben alle Partikeln, die größer als 7,5 µm sind, vollständig abscheidet und eine feinporige Membran, die alle Partikeln, die größer als 0,2 µm sind, zurückhalten soll (vgl. Kapitel 4.1.1).

Die Druckdifferenz während der Kuchenbildung wurde entweder konstant gehalten oder ausgehend von 0,3 bar in einem parabolischen Profil so gesteigert, daß der Maximaldruck zu der Zeit erreicht wurde, die 2/3 der Kuchenbildungszeit bei konstantem Maximaldruck entsprach. Alle anderen Prozeßparameter wurden konstant gehalten.

Abbildung 7-17 und Abbildung 7-18 zeigen beispielhafte Resultate für die Durchströmungswiderstände dieser beiden Filtermedien nach Filtrationen mit Ruß.

Beim multifilen Filtertuch liegt der effektive Widerstand in allen Fällen deutlich über dem Durchströmungswiderstand des sauberen Tuches (vgl. Abbildung 7-17). Der Einfluß des Filtrationsdruckes auf den effektiven Widerstand tritt klar hervor. Im beobachteten Druckbereich wächst der Widerstand nach einer Kuchenbildung bei konstantem Druck in erster Näherung linear mit dem Filtrationsdruck; vom Fünffachen des Wasserwertes bei 0,3 bar auf das Fünfzehnfache bei 12 bar.

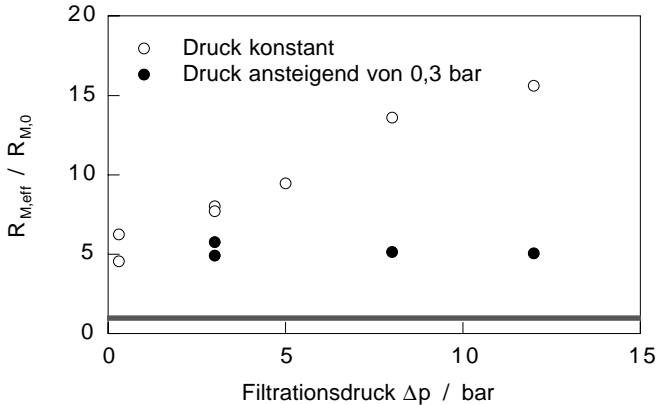


Abbildung 7-17: Bezogener effektiver Durchströmungswiderstand  $R_{M,eff}/R_{M,0}$  eines multifilen Filtertuches nach der Filtration mit Ruß bei verschiedenen Filtrationsdrücken, experimentelle Werte

Zu ähnlichen Ergebnissen kommen auch Bott [1985] und Anlauf [1986] in umfangreichen Untersuchungen an verschiedenen Stoffsystemen und Filtertüchern bei Drücken bis zu ca. 4 bar. Eine Flockung der Feststoffe wirkt sich nicht nur auf den Kuchenwiderstand, sondern auch auf den Tuchwiderstand aus: Stabile Flocken führen zu niedrigeren und weniger druckabhängigen Tuchwiderständen [Bott 1985]. Eindeutige Zusammenhänge zwischen der Druckabhängigkeit des Tuchwiderstandes und den Gewebeeigenschaften treten nicht hervor [Anlauf 1986].

In den Experimenten bei konstanten Filtrationsdrücken über 2 bar tritt ein Trübstoß auf, dessen Intensität bei höheren Drücken zunimmt. Unter diesen Bedingungen werden die ersten Partikeln von der Strömung durch das Filtertuch hindurch mitgerissen. Die Partikeln, die mit dem Filtrat aufgefangen werden, können das Filtertuch ungehindert passieren. Es kann angenommen werden, daß andere Partikeln, die von der Filtratströmung näher an die Porenwände geführt werden, sich dort ablagern und damit zur Erhöhung des effektiven Filtertuchwiderstandes führen. Der Filtratstrom wird dadurch abgebremst. Schließlich bilden sich unter abgemilderten Belastungen doch noch Feststoffbrücken und es kommt zu der gewünschten Abscheidung der Partikeln.

Wenn Partikeln in das Filtermedium hinein gedrückt werden, führt dies zu einer Verzahnung zwischen Filterkuchen und Filtermedium [Anlauf 1989]. Dadurch wird das Ablösen des Kuchens vom Filtermedium erschwert. Kuchenstücke, die am Medium haften bleiben, führen zu einem zusätzlichen Vorwiderstand für den nächsten Filtrationsschritt [Müller et al. 1986], [Weigert und Ripperger 1999]. Die Filtrationsleistung nimmt daraufhin ab.

Die Qualität der Brückenbildung läßt sich auf einfache Weise nach dem Abwurf des Filterkuchens erkennen: Wenn von Anfang an stabile Brücken gebildet werden, läßt sich der Kuchen leicht abwerfen. Bei vollständiger Ablösung kommt die Filtermediumoberfläche wieder klar zu Tage, an der Kuchenunterseite ist ein Abdruck der Filtermediumoberfläche zu erkennen. Dagegen bleiben bei starker Verzahnung Partikelschichten auf dem Filtermedium zurück.

In einzelnen Experimenten ist das Tuch mehrfach zur Filtration eingesetzt worden (bis zu zehn Wiederholungsversuche). Nach der ersten Kuchenbildung steigt der effektive Filtermediumwiderstand nicht mehr merklich an. Die irreversible Tuchverlegung konzentriert sich demnach auf den ersten Filtrationsschritt. In der industriellen Praxis wird häufig von einer fortlaufenden Erhöhung des Tuchwiderstandes berichtet [Jung und Drucks 1996]. Diese Beobachtung kann in der Regel auf eine unzureichende Reinigung des Filtermediums zwischen den Filtrationszyklen zurückgeführt werden. In Einzelfällen führt ein Auskristallisieren des Feststoffes im Filtertuch zu einem erhöhtem Widerstand [Haarmann-Kühn 2000].

Bei keiner Kuchenbildung unter ansteigendem Druck ist ein Trübstoß zu beobachten. Außerdem ist auffällig, daß die Widerstände nach Kuchenbildungen bei variablen Drücken sich trotz verschiedener Maximaldrücke nicht unterscheiden. Alle liegen auf dem Niveau, das nach einer Filtration bei einem konstanten Druck von 0,3 bar erreicht wird. Bei ansteigendem Druck scheint also allein der Ausgangsdruck, und nicht der Enddruck, maßgeblich für den effektiven Filtermediumwiderstand zu sein.

Bei niedrigen Ausgangsdrücken kann die Brückenbildung unverzüglich einsetzen. Die Belastung ist noch nicht so hoch, als daß die empfindlichen ersten Brückenbögen zerstört würden. Im Verlauf der Kuchenbildung werden fortwährend weitere Partikeln auf den ersten Gewölben abgelagert. Die Festigkeit der Brücken nimmt zu, so daß sie später auch hohen Drücken standhalten können. Durch ein schonendes Anfiltrieren läßt sich also selbst bei offenporigen Filtermedien eine vollständige Abscheidung von Anfang an erreichen.

Diese Experimente liefern erste Anhaltspunkte zum Einfluß des Filtrationsdruckes auf den effektiven Widerstand offenporiger Filtermedien. Interessante Fragestellungen für weitere Untersuchungen liegen darin, das Zusammenwirken der verschiedenen Einflußgrößen zu analysieren. Es ist zu erwarten, daß der maximale Druck, den die Feststoffbrücken zu Beginn der Kuchenbildung ertragen können, sich bei kleineren Brückenbögen (Verhältnis Porenweite zu Partikelgröße) oder auch bei höheren Feststoffkonzentrationen zu höheren Werten verschiebt. Die Stabilität der Brücken wird außerdem durch die Festigkeit von Feststoffflocken und die Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Filtermedium beeinflußt.

Ganz anders als der Widerstand des offenporigen Mediums verhält sich der effektive Widerstand der feinporigen Membran (vgl. Abbildung 7-18). Unabhängig vom Filtrationsdruck liegt er nur geringfügig über dem Wasserwert. Experimente bei



konstanten oder ansteigenden Drücken liefern ähnliche Ergebnisse. Ein Trübstoß tritt nicht auf. Auch in anderen Filtrationsexperimenten mit Ruß und der gleichen Membran (vgl. Kapitel 6.3) ist die vollständige Abscheidung des Feststoffes im gesamten betrachteten Druckbereich bis 16 bar gewährleistet.

Die vernachlässigbaren Unterschiede zwischen den Membranwiderständen vor und nach der Kuchenbildung sprechen dafür, daß kaum Partikeln in der Membran abgelagert werden, d.h. daß die Partikelabscheidung an der ausgewählten Membran in erster Linie auf dem Siebeffekt feiner Poren beruht. Zwar liegt die Porenweite um eine Größenordnung über der Primärpartikelgröße des eingesetzten Feststoffes, aber die Partikeln scheinen sich nicht aus dem Agglomeratverbund zu lösen.

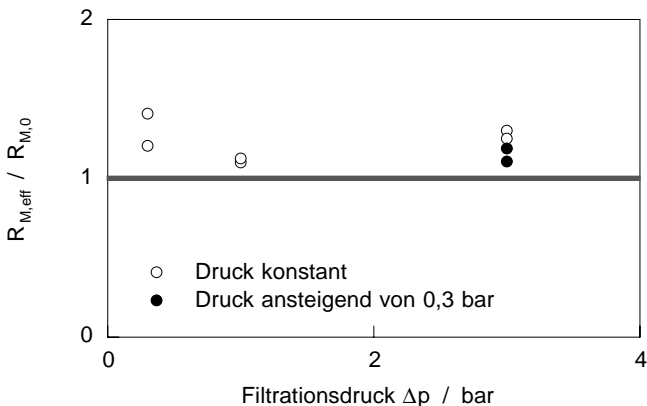


Abbildung 7-18: Bezogener effektiver Durchströmungswiderstand  $R_{M,eff}/R_{M,0}$  einer feinporigen Membran nach der Filtration mit Ruß bei verschiedenen Filtrationsdrücken

### 7.4.3 Empfehlungen zur Auswahl des Filtermediums

Die Auswahlkriterien für Filtermedien sind vielfältig [Purchas 1980]. Neben der Abscheideleistung und dem Durchströmungswiderstand müssen die mechanischen Eigenschaften, die Oberflächenbeschaffenheit, die Beständigkeit gegen über chemischer oder thermischer Belastung und das Langzeitverhalten berücksichtigt werden [Rushton und Griffith 1972], [Anlauf 1989], [Weigert und Ripperger 1996]. Die Gewichtung der Kriterien richtet sich nach den Anforderungen, die in einem konkreten Trennprozeß gestellt werden. Im Allgemeinen kommt dem Durchströmungswiderstand des Filtermediums besondere Bedeutung zu, weil er die Filtrationsgeschwindigkeit und damit die Trennleistung des Prozesses mitbestimmt.

Die Durchflußleistung bei reiner Flüssigkeit wird im wesentlichen durch die Porengröße und die freie Durchströmungsfläche des Filtermediums vorgegeben. Maßgeblich für den Filtrationsprozeß ist jedoch der effektive Filtermediumwiderstand, der nur aus Experimenten mit der zu trennenden Suspension ermittelt werden kann [Rushton und Griffith 1972]. Er wird durch die Struktur der ersten Partikelschicht und Feststoffeinlagerungen im Filtermedium geprägt [Anlauf 1989].

Auch die Tuchunterlage nimmt Einfluß auf den effektiven Filtermediumwiderstand. Die Drainage des Filtrates ist an den Stellen, an denen das Medium auf Stützrippen oder -stegen aufliegt, behindert. Der effektive Filtermediumwiderstand steigt bei großen Auflageflächen und schlechter Querfiltration im Filtermedium. Abhilfe kann durch ein Drainagegewebe geschaffen werden, daß zwischen Filtermedium und Stützkörper gelegt wird.

Ein optimales Verfahrensergebnis wird dann erreicht, wenn die Betriebsbedingungen auf die Eigenschaften des Filtermediums, des Trennapparates und der Suspension abgestimmt werden [Anlauf und Müller 1990]. Hohe Suspensionskonzentrationen sind vorteilhaft, weil sie die Bildung von Feststoffbrücken begünstigen. Wenn durch eine geeignete Suspensionsvorbehandlung feine Feststoffe in größere Flocken eingebunden werden können, ist die Gefahr der Filtermediumverstopfung verringert. Auch der Filtrationsdruck kann sich auf den Durchströmungswiderstand und die Abscheideleistung des Filtermediums auswirken.

Wenn der Filtermediumwiderstand wie im Fall der ausgewählten Membran keine nennenswerte Druckabhängigkeit zeigt, kann sich die Wahl des Filtrationsdruckes allein nach den Anforderungen, die kompressible Kuchen stellen, richten. Ein ähnliches Filtrationsverhalten zeigen fein gewebte monofile Filtertücher [Anlauf und Müller 1990].

Offenporige Gewebe, bei denen die Bildung von Feststoffbrücken Voraussetzung für die Partikelabscheidung ist, verlangen dagegen für eine vollständige Abscheidung einen reduzierten Druck oder ein schonendes Anfiltrieren. Trotz dieses Nachteils kommen grobe Gewebe oft wegen ihrer mechanischen Robustheit zum Einsatz.

In manchen Apparaten wird das schonende Anfiltrieren unwillkürlich erreicht, beispielsweise beim Speisen einer Filterpresse mit einer Kreiselpumpe, die erst bei absinkenden Filtratströmen höhere Differenzdrücke aufbaut, oder beim Vorfiltrieren an Drehfiltern unter Einfluß des hydrostatischen Druckes im Suspensionstrog [Schweigler 1991].

## 7.5 Intermittierende Kuchenfiltration

Gerade bei kompressiblen Filterkuchen mit hohen Durchströmungswiderständen sind Prozeßvarianten gefragt, die den Massendurchsatz wirksam erhöhen können. Eine einfache und zugleich sehr effiziente Methode dazu ist die intermittierende Kuchenfiltration (IKF), die im folgenden vorgestellt und eingehend diskutiert wird.

### 7.5.1 Prinzip der IKF

Das Prinzip der IKF besteht darin, die Kuchenbildung bei kleinen Kuchenhöhen zu unterbrechen, den Kuchen in der verbliebenen Suspension wieder anzumaischen und dann die Filtration fortzusetzen. Die Bildung hoher Filterkuchen mit entsprechend großen Widerständen wird also bis zum letzten Filtrationsschritt unterdrückt. Statt dessen wird die Anfangsphase der Kuchenbildung mit dem vergleichsweise hohen Filtratstrom mehrfach durchlaufen. Im Chargenbetrieb erhöht sich die Feststoffkonzentration in der Suspension bei jeder Resuspendierung, was wiederum zu einer Beschleunigung der Kuchenbildung führt.

Bei einer idealen IKF verursacht die vollständige Resuspendierung keine Totzeit und die Widerstände des Filtermediums und des Filterkuchens verändern sich nicht. In Abbildung 7-19 und Abbildung 7-20 ist am Beispiel einer IKF mit drei Resuspendierungen qualitativ dargestellt, wie sich dann die Kuchenhöhe und das Filtratvolumen mit der Zeit verändern.

Die Daten wurden anhand der Grundgleichung der Kuchenbildung (Gleichung 2-6) unter Einbeziehung der Massenbilanzen für die einzelnen Abschnitte berechnet. Dabei wurden die Unterbrechungszeitpunkte so gewählt, daß in jedem Abschnitt die gleiche Filtratmenge anfiel.

Wie bei der Standardfiltration ohne Resuspendierung werden auch in den Filtrationsschritten der IKF der Filtratstrom und der Kuchenaufbau mit der Zeit immer langsamer. Unmittelbar nach einer Resuspendierung sind jedoch erhebliche Zunahmen im Filtratvolumen und in der Kuchenhöhe zu verzeichnen. Je später die Resuspendierung erfolgt, desto eher fällt der Filtratstrom wieder ab, weil die Aufkonzentration des Feststoffes in der Suspension zu einem schnelleren Kuchenaufbau führt. Im letzten Schritt wird der gesamte Feststoff so schnell abgeschieden, daß die IKF gegenüber der Standardfiltration eine beachtliche Zeitersparnis bringt.

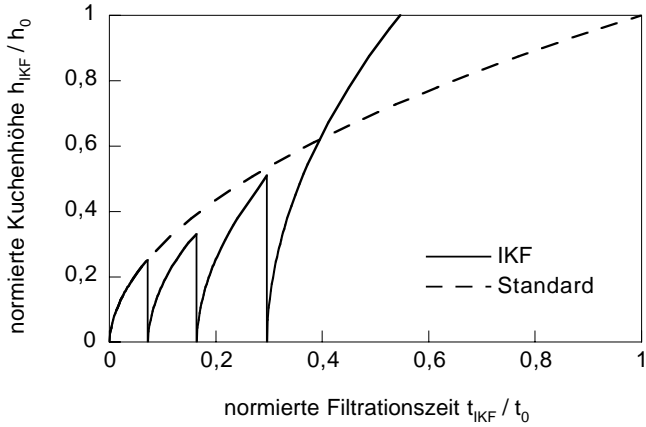


Abbildung 7-19: normierte Kuchenhöhe in Abhängigkeit der normierten Zeit bei einer Filtration mit drei Resuspendierungen im Vergleich zu einer Standardfiltration, berechnete Werte für inkompressible Kuchen

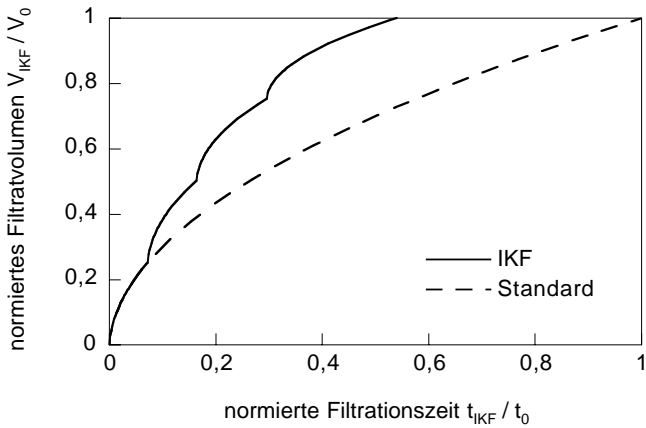


Abbildung 7-20: normiertes Filtratvolumen in Abhängigkeit der normierten Zeit bei einer Filtration mit drei Resuspendierungen im Vergleich zu einer Standardfiltration, berechnete Werte für inkompressible Kuchen

## 7.5.2 Intermittierende Filtration mit inkompressiblen Kuchen

### 7.5.2.1 Wahl des Resuspendierungszeitpunktes

Als Maß für die Effizienz einer IKF mit  $n$  Teilschritten eignet sich die relative Zeiterparnis  $ZE$ , wobei die Dauer einer Filtration ohne Resuspendierung bei gleicher Ausgangsmenge als Referenzzeit  $t_0$  herangezogen wird:

$$ZE := \frac{t_0 - \sum_{j=1}^n t_j}{t_0} \quad (7-23)$$

Maßgeblich für den Erfolg der IKF ist die Wahl des günstigsten Resuspendierungspunktes. Als Kriterium dafür, wann die Filtration unterbrochen werden soll, können z.B. die Filtrationszeit, das Filtratvolumen, der Filtratstrom oder die Kuchenhöhe eingesetzt werden. Im folgenden soll das relative Filtratvolumen  $V_{rel}$  verwendet werden, für das die Filtratmenge bis zum  $i$ -ten Resuspendierungspunkt auf die Filtratmenge des Referenzversuches ohne Resuspendierung bezogen wird.

$$V_{rel} = \frac{\sum_{j=1}^i V_j}{V_{Ref}} \quad (7-24)$$

Analog wird die relative Zeit  $t_{rel}$  wie folgt definiert:

$$t_{rel} = \frac{\sum_{j=1}^i t_j}{t_{Ref}} \quad (7-25)$$

Aus der Grundgleichung der kuchenbildenden Filtration (2-6) kann zusammen mit Massenbilanzen für das Resuspendieren folgende Gleichung für die Zeiterparnis bei der IKF mit einmaliger Unterbrechung abgeleitet werden:

$$ZE = 1 - \frac{\sum_{j=1}^n \left( \frac{R_C}{R_M} \right)_{Ref} \cdot \frac{(V_{rel,j} - V_{rel,j-1})^2}{(1 - V_{rel,j-1})} + 2(V_{rel,j} - V_{rel,j-1}) \cdot \left( \frac{R_C}{R_M} \right)_{j-1}}{\left( \frac{R_C}{R_M} \right)_{Ref} + 2} \quad (7-26)$$

Die Ergebnisse, die in Abbildung 7-21 und Abbildung 7-22 gezeigt werden, wurden nach Gleichung (7-26) berechnet.

Bei einer idealen IKF mit einmaliger Resuspendierung wird die maximale Zeiterparnis dann erreicht, wenn die Kuchenbildung zu dem Zeitpunkt abgebrochen wird, bei dem die Hälfte des Filtrates angefallen ist (vgl. Abbildung 7-21). Bei einer späteren Resuspendierung würde der Kuchen im ersten Filtrationsabschnitt zu weit anwachsen, bei einer vorzeitigen Resuspendierung im zweiten Abschnitt. Übertragen auf eine IKF mit mehreren Resuspendierungen bedeutet dies, daß das Filtrataufkommen in jedem Filtrationsschritt gleich hoch sein sollte.

### 7.5.2.2 Einfluß des Filtermediumwiderstandes

Auch der Filtermediumwiderstand nimmt Einfluß auf die Effizienz der IKF. Da durch das Wiederanmischen lediglich der momentane Kuchenwiderstand verringert werden kann, ist die erreichbare Zeitersparnis um so höher, je geringer der Anteil des Filtermediumwiderstandes am Gesamtwiderstand ist (vgl. Abbildung 7-21).

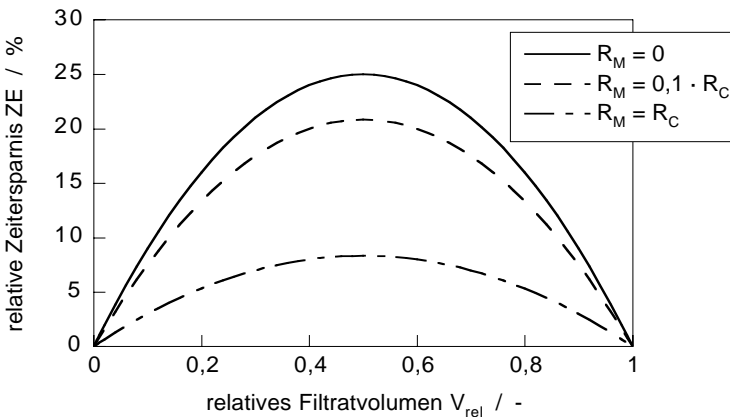


Abbildung 7-21: Relative Zeitersparnis bei einmaligem Resuspendieren in Abhängigkeit des relativen Filtratvolumens (ideale IKF), berechnete Werte für inkompressible Kuchen

Bei der idealen IKF wird davon ausgegangen, daß der Filtermediumwiderstand unverändert bleibt. Tatsächlich kann sich dieser Widerstand zwischen zwei Filtrationsschritten erhöhen; sei es, weil der vor Filtrationsbeginn übliche Reinigungsschritt entfällt oder weil bei der Kuchenabnahme eine Restschicht bleibt, die zusammen mit dem Filtermedium einen erhöhten Vorwiderstand mit sich bringt.

Wie sich eine Erhöhung des Filtermediumwiderstandes während der IKF auf die relative Zeitersparnis niederschlägt, zeigt Abbildung 7-22 beispielhaft für den Fall, daß der Filterkuchenwiderstand das zwanzigfache des ursprünglichen Filtermediumwiderstandes beträgt.

Es wird deutlich, daß ein erhöhter Filtermediumwiderstand nach dem Wiederanmischen die Zeitersparnis erheblich vermindern kann. Der Resuspendierungszeitpunkt muß den veränderten Verhältnissen angepaßt werden: Bei einer vorzeitigen Unterbrechung wird der positive Effekt des Resuspendierens durch den negativen Effekt der Erhöhung des Filtermediumwiderstandes zunichte gemacht.

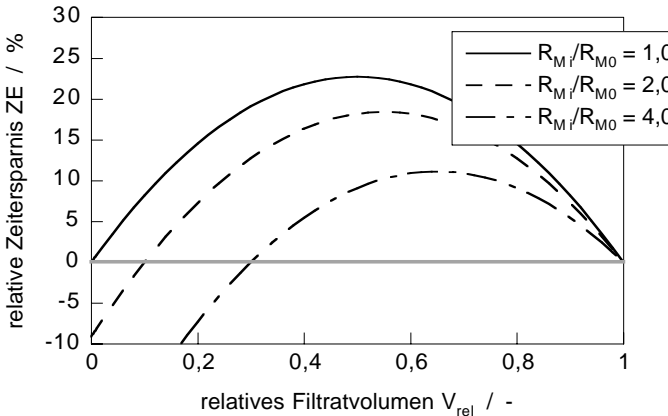


Abbildung 7-22: Relative Zeitersparnis bei einmaligem Resuspendieren in Abhängigkeit des relativen Filtratvolumens mit erhöhtem Filtermediumwiderstand im zweiten Filtrationsschritt, berechnete Werte für inkompressible Kuchen

Bei der Verwendung eines offenporigen Filtermediums könnte nach dem Resuspendieren erneut ein Trübstoß auftreten. Allerdings ist aufgrund der erhöhten Feststoffkonzentration im zweiten Filtrationsabschnitt das Risiko für einen Trübstoß erheblich reduziert (vgl. Kapitel 7.4.1).

### 7.5.2.3 Experimentelle Ergebnisse zur IKF mit wenig kompressiblen Kuchen

Die experimentellen Ergebnisse in Abbildung 7-23 für den feinen Kalkstein Mikro-Calcilin beweisen, daß die berechneten Zeitersparnisse durchaus realistisch sind. Die Spitzenwerte erreichen nahezu die maximale Zeitersparnis, die bei vernachlässigbarem Filtermediumwiderstand erreicht werden sollte. Ein Einfluß des Filtrationsdruckes tritt bei diesem wenig kompressiblen Material (globale Kompressibilität  $N_\alpha = 0,18$ ) nicht hervor.

Gegenüber der Grenzkurve für die ideale IKF sind die Versuchsergebnisse zu kleineren Zeitersparnissen und späteren Resuspendierungspunkten verschoben. Diese Verschiebung ist auf den Einfluß des Filtermediums zurückzuführen. Im Referenzversuch ohne Wiederanmaischen machte sich ein Filtermediumwiderstand bemerkbar, der ca. 1/40 des Kuchenwiderstandes betrug. Nach der Resuspendierung erhöhte sich der Filtermediumwiderstand um den Faktor 2,5. Wenn diese experimentellen Befunde bei der Berechnung nach Gleichung (7-26) berücksichtigt werden, ergibt sich eine Kurve (gestrichelte Linie in Abbildung 7-23), welche die gemessenen Werte sehr gut annähert.

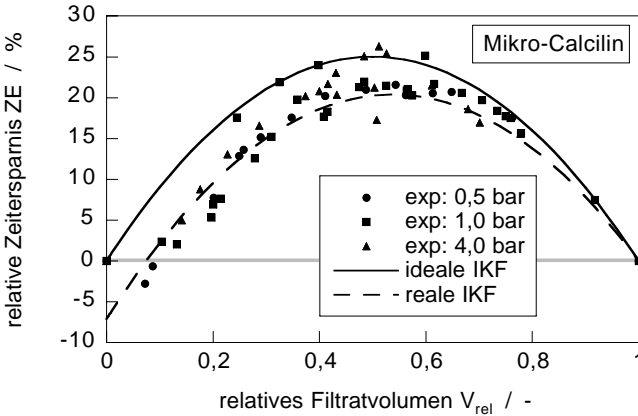


Abbildung 7-23: Relative Zeitersparnis bei einmaligem Resuspendieren in Abhängigkeit des relativen Filtratvolumens; experimentelle Werte für Mikro-Calcilin bei einer Ausgangskonzentration von 15 %

**7.5.2.4 Mehrfaches Resuspendieren**

Die Zeitersparnis der IKF läßt sich weiter steigern, wenn der Kuchen nicht nur einmal, sondern mehrfach resuspendiert wird. Allerdings tragen die weiteren Resuspendierungen immer weniger zur Effizienzsteigerung bei, wie die berechneten Ergebnisse in Abbildung 7-24 zeigen.

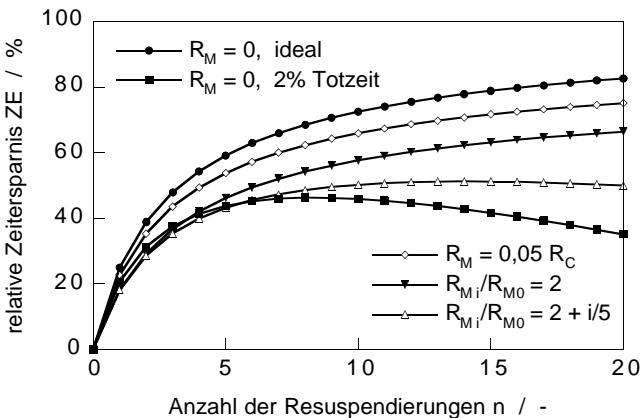


Abbildung 7-24 Relative Zeitersparnis bei mehrmaligem Resuspendieren in Abhängigkeit der Anzahl der Teilschritte für unterschiedliche Bedingungen, berechnete Werte



Der günstigste Fall ist die ideale IKF bei vernachlässigbarem Filtermediumwiderstand. Sobald nicht mehr der Kuchenwiderstand allein die Filtrationsgeschwindigkeit bestimmt, reduzieren sich die Zeitgewinne. Wenn sich der Widerstand des Filtermediums allein bei der ersten Resuspendierung erhöht, wird die Zeiterparnis schon vermindert. Falls sich der Filtermediumwiderstand bei jeder Resuspendierung weiter verschlechtert, so führt dies beim Überschreiten einer kritischen Anzahl von Resuspendierungen zu Einbußen in der Zeitersparnis.

Sofern sich eine Totzeit zum Wiederanmaischen nicht vermeiden läßt, sollte die Anzahl der Unterbrechungen gering gehalten werden, weil sonst Zeitverluste statt der erwünschten Zeitersparnis auftreten können. Je größer der Anteil der Totzeit an der Gesamtfiltrationszeit ist, desto kleiner ist die optimale Anzahl der Resuspendierungen.

Falls vor dem Wiederanmaischen eine Mindestkuchenhöhe erreicht werden muß, dürfen die Filtrationsintervalle nicht beliebig kurz werden. Daraus resultiert eine Obergrenze für die Anzahl der Resuspendierungen.

Die experimentell ermittelten Zeiterparnisse für Mikro-Calcilin liegen nach viermaligem Resuspendieren ohne Berücksichtigung einer Totzeit bei etwa 40%. Dieser Wert wird von der Berechnung, die den Einfluß des Filtermediums berücksichtigt (s.o.), vorhergesagt. Er liegt etwas unter dem maximal erreichbaren Wert von 48% für die ideale IKF.

#### **7.5.2.5 Ständiges Resuspendieren**

Im Grenzfall ständigen Resuspendierens ( $n \rightarrow \infty$ ) geht die IKF in die Querstromfiltration über, bei der die Kuchenbildung unterdrückt wird. Selbst wenn sich die Ablagerung von Feststoff am Filtermedium nicht vollständig vermeiden läßt, können doch außerordentlich hohe Durchsätze erreicht werden [Michel und Gruber 1971], [Tiller und Cheng 1977], [Koch et al. 1999]. Der Filterapparat wird dabei als Eindicker betrieben. Im kontinuierlichen Betrieb wird der Feststoff in einem stark aufkonzentrierten Schlamm ausgetragen. Dieses Verfahren stößt dann an seine Grenze, wenn die Fließfähigkeit des Schlammes nicht mehr gewährleistet ist. In einer anderen Verfahrensvariante wird nur im ersten Abschnitt der Filtration zum Aufkonzentrieren ständig resuspendiert, damit die anschließende Kuchenbildung beschleunigt abläuft [Tiller und Crump 1977]. Der Feststoff wird dann im Filterkuchen ausgetragen.

Die experimentellen Ergebnisse in Abbildung 7-25 zeigen, wie stark sich die Filtration von Mikro-Calcilin durch ständiges Aufrühren beschleunigen läßt: Gegenüber der konventionellen Kuchenbildung beträgt die Zeiterparnis ca. 60%.

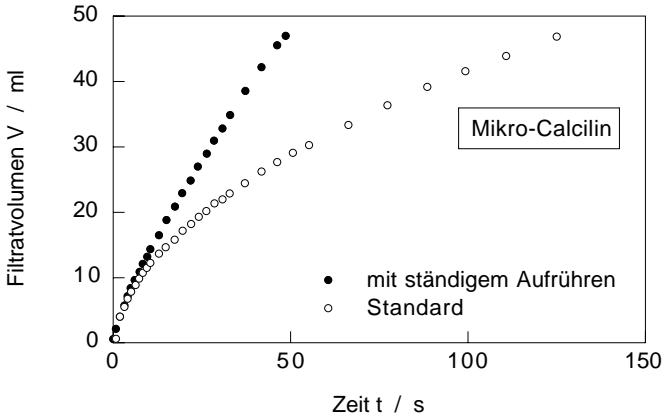


Abbildung 7-25: Filtratvolumen in Abhängigkeit der Zeit bei einer Filtration mit ständigem Aufrühren im Vergleich zu einer Standardfiltration, experimentelle Werte für Mikro-Calcilin

### 7.5.3 Intermittierende Filtration mit kompressiblen Kuchen

Das Prinzip der IKF läßt sich auch bei kompressiblen Kuchen anwenden. Da kompressible Kuchen häufig extrem hohe spezifische Widerstände aufweisen und der Filtratstrom deshalb schon bei niedrigen Kuchenhöhen stark abnimmt, ist die IKF hier besonders lohnenswert.

#### 7.5.3.1 Kritischer Resuspendierungspunkt

Strenggenommen kann eine Kuchenbildung nur dann stattfinden, wenn der Feststoffgehalt in der Suspension  $c_v$  niedriger ist als der Feststoffgehalt in der frisch abgelagerten, noch unbelasteten Kuchenschicht  $(1-\varepsilon_0)$ . Diese Bedingung muß bei jedem Filtrationsschritt einer IKF erfüllt sein.

Der Feststoffgehalt in der Suspension nach dem Wiederanmaischen kann aus einer einfachen Volumenbilanz ermittelt werden. Unter der Voraussetzung, daß das Filtermedium alle Partikeln zurückhält, steht nach dem Resuspendieren noch der gesamte Feststoff  $V_s$  zur Verfügung, das Flüssigkeitsvolumen ist jedoch um das akkumulierte Filtratvolumen der bisherigen Filtrationsschritte vermindert. In der Abbildung 7-26 sind die Verhältnisse an einem kompressiblen Kuchen vor und nach der ersten Resuspendierung dargestellt.

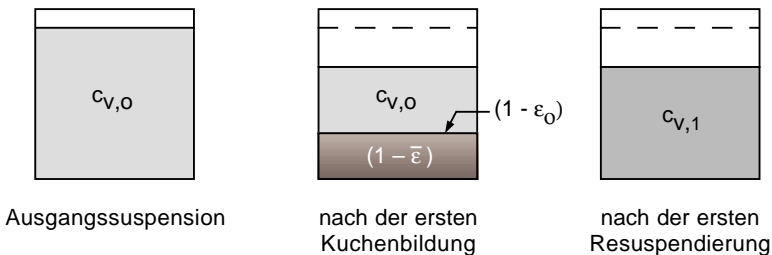


Abbildung 7-26: Feststoffgehalt in Filterkuchen und Suspension bei der idealen IKF mit kompressiblen Kuchen

Für den Feststoffgehalt nach der n-ten Resuspendierung muß also folgende Bedingung erfüllt sein:

$$c_{V,0} = \frac{V_S}{V_{\text{Susp}} - \sum_{j=1}^n V_{F,j}} \leq 1 - \epsilon_0 \quad (7-27)$$

Wenn die Feststoffkonzentration in der Suspension über dem kritischen Wert liegt, hat sich schon ein Feststoffgerüst ausgebildet, das Kräfte aufnehmen kann. In diesem Fall kann keine Kuchenbildung im eigentlichen Sinn mehr stattfinden. Statt dessen setzt unmittelbar die Konsolidierung ausgehend von einem homogenen eingedickten Schlamm ein (vgl. Kapitel 7.2.2), oder, falls der kapillare Eintrittsdruck überschritten wird, eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung.

Um zu gewährleisten, daß der Feststoffgehalt in der Suspension unter dem kritischen Wert bleibt, darf die letzte Unterbrechung nicht zu spät erfolgen, damit noch genügend Flüssigkeit zum Wiederanmaischen bleibt. Mit der Definition des relativen Volumens in Gleichung (7-24) ergibt sich unter Beachtung der Bedingung aus Gleichung (7-27) für das kritische relative Volumen  $V_{\text{rel,krit}}$ , das den letzten zulässigen Resuspendierungspunkt markiert:

$$V_{\text{rel,krit}} = \frac{1 - (c_{V,0} / 1 - \epsilon_0)}{1 - (c_{V,0} / 1 - \bar{\epsilon})} \quad (7-28)$$

Inkompressible Kuchen sind homogen, bei ihnen stimmt also die Porosität der Kuchenoberfläche  $\epsilon_0$  mit der mittleren Porosität  $\bar{\epsilon}$  überein. Das kritische relative Volumen hat dann den Wert eins, d.h. das Resuspendieren ist zulässig, solange noch ein beliebig kleiner Rest Suspension zur Verfügung steht.

Im Gegensatz dazu nimmt in den inhomogenen kompressiblen Kuchen die Porosität ausgehend von ihrem Maximalwert  $\epsilon_0$  an der Kuchenoberfläche bis zum Minimalwert am Filtermedium ab. Deshalb ist die mittlere Porosität  $\bar{\epsilon}$  stets niedriger als die Grenzporosität  $\epsilon_0$ . Demnach liegt der Wert für das kritische relative Volumen immer unter eins. Dieser Wert strebt gegen null, wenn sich die Ausgangskonzentration der Grenzporosität nähert. Große Unterschiede zwischen der mittleren

Porosität und der Grenzporosität führen dazu, daß der letzte Filtrationsschritt der IKF bei einem niedrigen Wert des kritischen relativen Volumens durchgeführt werden muß.

### 7.5.3.2 Einfluß der Suspensionskonzentration auf die Struktur kompressibler Kuchen

Die Struktur kompressibler Filterkuchen hängt nicht allein vom Filtrationsdruck, sondern auch von der Feststoffkonzentration in der Suspension ab ([Shirato und Aragaki 1972], vgl. Kapitel 2.3.2). Bei niedrigen Feststoffkonzentrationen ist die Relativgeschwindigkeit zwischen Feststoff und Flüssigkeit groß. Dementsprechend hoch ist der hydraulische Druckverlust, den das Feststoffgerüst abfangen muß. Bei hohen Feststoffkonzentrationen ist dagegen die Relativgeschwindigkeit klein, und es werden weniger Spannungen auf das Haufwerk übertragen. Demzufolge wird der Kuchen dann weniger kompaktiert, seine Porosität ist größer und sein Widerstand geringer. Diese Zusammenhänge sind in Abbildung 7-27 mit Simulationsdaten für das Modellmaterial "R" beispielhaft illustriert.

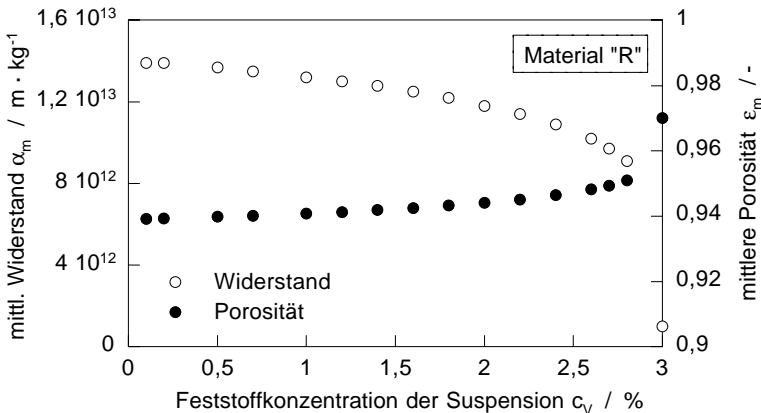


Abbildung 7-27: Mittelwerte von Porosität und Widerstand in Abhängigkeit der Feststoffkonzentration der Suspension bei einem Filtrationsdruck von 4 bar, Simulation mit dem Materialgesetz "R"

Bei niedrigen Feststoffkonzentrationen ändern sich die mittleren Strukturdaten wenig; erst in der Nähe des oberen Grenzwertes steigt die Porosität deutlich an, während der Widerstand abfällt. Im Grenzfall maximaler Feststoffkonzentration ist die Suspension soweit eingedickt, daß die Feststoffpartikel Spannungen übertragen können. Dann besteht kein Unterschied mehr zur Struktur eines unbelasteten Haufwerkes, das durch die Porosität  $\epsilon_0(p_s=0)$  und den Widerstand  $\alpha_0(p_s=0)$  charakterisiert ist.

Gegenüber dem dominanten Einfluß des Druckes auf die Kuchenstruktur ist der Konzentrationseinfluß in der Regel vernachlässigbar; bei der IKF sollte er aber wegen der durch das Wiederanmaischen verursachten Aufkonzentration der Suspension berücksichtigt werden.

Während bei inkompressiblen Kuchen in jedem Filtrationsschritt der IKF Kuchen gleicher Porosität und gleichen Widerstandes gebildet werden, hängt die Struktur kompressibler Kuchen vom Zeitpunkt der Resuspendierung ab. Wenn die Filtration später unterbrochen wird, ist der Feststoffanteil in der Suspension nach dem Resuspendieren höher und der Filterkuchen, der danach entsteht, wird lockerer. Dieser Effekt führt zu einer zusätzlichen Beschleunigung der Kuchenbildung: Einerseits kann das Filtrat schneller abströmen, weil der offenporige Kuchen der Strömung einen kleineren Widerstand entgegen setzt, andererseits verbleibt in den größeren Hohlräumen mehr Flüssigkeit, es fällt also insgesamt weniger Filtrat an.

Der Konzentrationseinfluß bei kompressiblen Kuchen bewirkt also, daß die durch IKF erzielbare Zeitersparnis um so höher ausfällt, je später resuspendiert wird. Der späteste zulässige Resuspendierungspunkt wird dabei durch das kritische relative Volumen vorgegeben (vgl. Gleichung (7-28)). Im Gegensatz zur IKF mit inkompressiblen Kuchen gibt es demnach keinen optimalen Resuspendierungspunkt. In Abbildung 7-28 sind die mit der Prozeßsimulation berechneten Zeitersparnisse für das inkompressible Modellmaterial "I" und das hochkompressible Modellmaterial "R" zur Veranschaulichung gegenübergestellt.

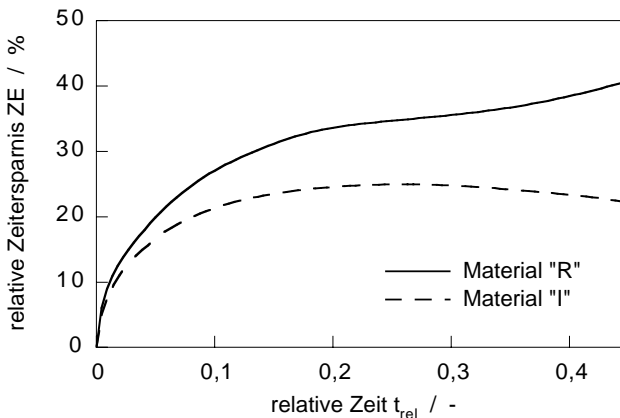


Abbildung 7-28: Zeitersparnis in Abhängigkeit der relativen Zeit bei der IKF mit einer Resuspendierung (Filtrationsdruck 4 bar, Ausgangssuspensionskonzentration 1,5%); Simulationsergebnisse für die Materialgesetze "I" und "R"

### 7.5.3.3 Experimentelle Ergebnisse zur IKF mit kompressiblen Kuchen

Experimente mit einmaligem Wiederanmaischen von Rußfilterkuchen belegen, daß sich mit der IKF bei hoch kompressiblen Kuchen beachtliche Zeitersparnisse realisieren lassen. Die beispielhaften Versuchsergebnisse in Abbildung 7-29 bestätigen damit die Vorhersagen der Prozeßsimulation.

Während die Ergebnisse aus Simulation und Experiment zur Zeitersparnis in weiten Bereichen gut übereinstimmen, treten bei großen relativen Zeiten Abweichungen auf. Bei ideal kompressiblen Kuchen läßt der Konzentrationseffekt steigende Zeitgewinne bei späten Resuspendierungen erwarten, wie es die Simulationsergebnisse zeigen. In den Experimenten dagegen stagnierten die Zeitersparnisse auf hohem Niveau.

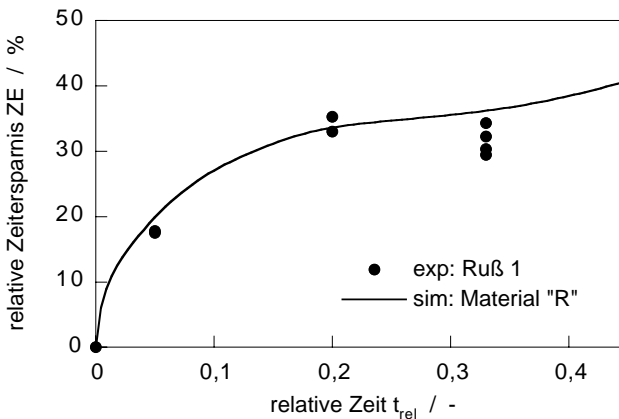


Abbildung 7-29: Zeiterparnis in Abhängigkeit der relativen Zeit bei der IKF mit einer Resuspendierung (Filtrationsdruck 8 bar, Ausgangssuspensionskonzentration 1,5%); Symbole: Experimente mit Ruß 1, Linie: Simulation für Material "R"

Die Porositätsänderungen, die der Konzentrationseffekt hervorruft, sind gering. In Abbildung 7-30 sind die Mittelwerte der Porosität in Abhängigkeit der relativen Resuspendierungszeit dargestellt. Die Simulationsergebnisse zeigen einen stetigen Anstieg der Porosität mit zunehmender Dauer des ersten Filtrationsschrittes. In den experimentellen Daten deutet sich dagegen ein Minimum der Porosität bei mittleren relativen Zeiten an. Die aufgrund des Konzentrationseffektes erwartete Auflockerung der Kuchenstruktur bei später Resuspendierung zeigt sich nicht eindeutig. Es ist also zu vermuten, daß in den Experimenten Phänomene auftreten, die in der Simulation mit ihren idealisierenden Annahmen noch nicht berücksichtigt sind.

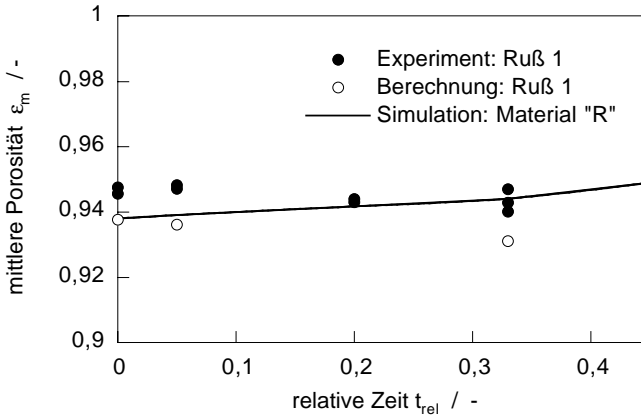


Abbildung 7-30: Mittlere Porosität in Abhängigkeit der relativen Zeit bei der IKF mit Ruß bei einmaligem Resuspendieren (Filtrationsdruck 8 bar, Ausgangskonzentration 1,5%); Symbole: Experimente mit Ruß 1, Linie: Simulation für Material "R"

In diesem Zusammenhang verdient eine experimentelle Beobachtung besondere Beachtung: Trotz heftigen Rührens gelingt es nicht, die Filterkuchen vollständig zu resuspendieren. Vielmehr liegen in der Suspension nach dem Wiederaanmaischen einzelne Klumpen aus kompaktiertem Material vor, die mit anfiltriert werden und die Struktur des neuen Filterkuchens stören. In Abbildung 7-31 sind die Auswirkungen unvollständigen Resuspendierens schematisch dargestellt.

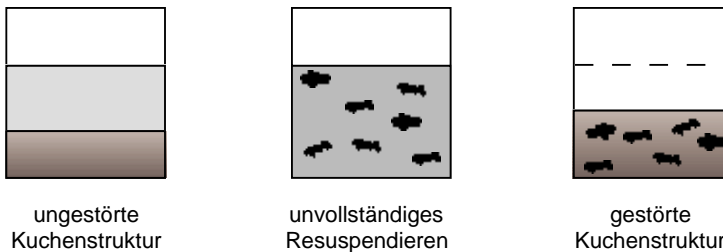


Abbildung 7-31: Unvollständiges Resuspendieren bei der IKF mit kompressiblen Kuchen

Die Ergebnisse einer schichtweise Präparation von Filterkuchen, die bei unterschiedlichen Drücken aufgebaut worden sind (vgl. Tabelle 7-3), zeigen, daß die einzelnen Klumpen ähnliche Porositäten wie die Grundsicht der Filterkuchen aufweisen.

Tabelle 7-3: Mittlere Porositäten von unterschiedlichen Schichten in Filterkuchen aus Ruß 1 nach den zweiten Filtrationsschritt einer IKF (Ausgangssuspensionskonzentration 1,5 %)

| Probe                            | mittlere Porosität<br>$\Delta p = 0,8 \text{ bar}$ | mittlere Porosität<br>$\Delta p = 8,0 \text{ bar}$ |
|----------------------------------|--|--|
| unterste Schicht am Filtermedium | 0,90   | 0,86   |
| zweite Schicht                   | 0,93   | 0,92   |
| dritte Schicht                   | 0,94   | 0,93   |
| Schicht an der Oberfläche        | 0,96   | 0,95   |
| kompaktierte Klumpen             | 0,93   | 0,88   |

Offenbar ist die Grundsicht der Rußfilterkuchen so stark kompaktiert, daß sie sich im Gegensatz zum restlichen Filterkuchen durch einfaches Aufrühren nicht mehr resuspendieren läßt. Demnach war der Feststoffgerüstdruck in der Grundsicht so hoch, daß es zu einer irreversiblen Verdichtung kam. Eine interessante Fragestellung für weitere Untersuchungen besteht darin, zu klären, wie der maximale Druck, der noch ein Wiederanmaischen zuläßt, von Materialeigenschaften beeinflusst wird.

Die eingelagerten Klumpen aus kompaktiertem Material führen zu einer Absenkung der mittleren Filterkuchenporosität. Je später resuspendiert wird, desto mehr Feststoff wird im vorherigen Schritt in der Grundsicht eingelagert worden und um so stärker wird die Porosität im nächsten Schritt vermindert. Dieser Effekt ist gegenläufig zum Konzentrationseffekt, der bei späterem Wiederanmaischen höhere Porositäten hervorruft. Bei den berechneten Daten in Abbildung 7-30 sind beide Effekte berücksichtigt.

Das Minimum, das bei den experimentellen Werten für die mittlere Porosität bei einmaligem Resuspendieren auftritt, kann so interpretiert werden, daß zunächst das unvollständige Resuspendieren den stärkeren Einfluß auf die Kuchenstruktur hat, bis bei sehr spätem Wiederanmaischen doch der Konzentrationseffekt überwiegt.

Für das verfahrenstechnische Ergebnis muß die unvollständige Resuspendierung nicht nachteilig sein. Zwar kann eine Waschung oder eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung nach der Kuchenbildung durch die Klumpen aus kompaktiertem Material behindert werden, weil sich die Flüssigkeit aus ihren engen Poren schlecht verdrängen läßt. Demgegenüber steht aber der positive Effekt der Restfeuchteabsenkung.

Letztendlich ist es für den Zeitgewinn, der durch IKF erreicht werden kann, maßgeblich, daß nach dem Resuspendieren wieder freie Filterfläche für die folgende Kuchenbildung zur Verfügung steht. Dies ist auch dann gegeben, wenn der Kuchen unvollständig redispersiert wird. Wenn es gelingt, die kompaktierte



Kuchengrundschrift separat auszuschleusen, wird der nächste Filtrationsschritt sogar noch schneller ablaufen, weil weniger Suspension abgetrennt werden muß.

#### 7.5.4 Technische Umsetzung der IKF

Zunächst soll allgemein geklärt werden, welche Arbeitsschritte bei der IKF bewältigt werden müssen, bevor darauf eingegangen wird, wie die IKF an verschiedenen Filtertypen realisiert werden kann.

Zwischen zwei Filtrationsschritten der IKF müssen folgende Aufgaben gelöst werden: das Ablösen des Filterkuchens vom Filtermedium und das Wiedermischen des Kuchens.

Mit einem Schaber oder einer Pflugschar kann der Kuchen auf einfache Weise abgenommen werden. Um Verletzungen des Filtermediums auszuschließen, muß dabei allerdings bei starren Schabern ein Sicherheitsabstand zum Filtermedium eingehalten werden. Deshalb bleibt eine Grundschrift des Filterkuchens zurück, was zu einem erhöhten Vorwiderstand im nächsten Filtrationsschritt führt. Die Effizienz der IKF kann dadurch erheblich eingeschränkt werden (vgl. Kapitel 7.5.2.2).

Mit einem geeigneten Rührer oder mit rotierenden Bürsten kann der Kuchen in einem Arbeitsgang abgelöst und wiederangemischt werden. Voraussetzung dafür ist, daß der Kuchen wenig kohäsiv ist. Wie die Beispiele in Kapitel 7.5.3.3 zeigen, lassen sich kompressible Kuchen mit stark verdichteter Grundschrift jedoch nicht ohne weiteres zerteilen.

Eine rückstandsfreie Kuchenabnahme kann durch das Rückspülen mit Filtrat erreicht werden. Lockere Kuchen können dadurch zugleich redispersiert werden. Der Eintrag zusätzlicher Flüssigkeit verschlechtert allerdings das Trennergebnis.

Welche der Möglichkeiten im Einzelfall realisiert werden kann, hängt von den apparativen Gegebenheiten und vom Materialverhalten des Kuchens ab. Wichtige Randbedingungen sind zum Beispiel, ob in oder entgegen der Schwerkraft filtriert wird oder ob der Kuchen gegen Umgebungsdruck oder einen Überdruck ausgeht.

Konventionelle Filterapparate, wie z.B. Trommelfilter oder Kerzenfilter, können oft ohne große apparative Veränderungen zur IKF eingesetzt werden. Damit ist eine einfache Möglichkeit gegeben, trotz hoher Filtrationswiderstände den Massendurchsatz wirksam zu erhöhen.

Tiller und Crump [1977] schlagen vor, einen Teil der Filterfläche am Trommelfilter zum Eindicken mit ständigem Resuspendieren zu nutzen. Bei leicht dispergierbaren Kuchen hat dieses Verfahren gute Erfolgsaussichten. Ansonsten besteht die Gefahr, daß Kuchenstücke absedimentieren und sich am Boden des Suspensionstroges ansammeln. Dieses Problem entsteht bei Horizontalfiltern nicht, weil hier die

Filtration in Richtung der Schwerkraft verläuft. Ein weiterer Vorteil liegt darin, daß im Vakuumbetrieb kompaktierte Kuchenstücke mit schräg angestellten Schabern oder Schnecken auf einfache Weise ausgeschleust werden könnten.

In Rührwerksnutschen läßt sich die Kuchenbildung beschleunigen, wenn der Rührer schon während der Kuchenbildung zum Abschaben und Wiederanmaischen des Kuchens eingesetzt wird.

Diskontinuierliche Kerzen- oder Blattfilter [Brociner 1972] werden zu effektiven Eindickern, wenn mit kurzen Rückspülintervallen die Bildung dicker Filterkuchen unterdrückt wird. Eine untere Grenze für die Kuchendicke ist dadurch gegeben, daß das Absprengen der Kuchen auf der Wirkung von Trägheitskräften beruht.

Die IKF mit ständigem Resuspendieren wird als sogenannte dynamische (Mikro-) Filtration in Scherspaltfiltern erfolgreich praktiziert [Malinovskaya et al. 1972], [Bagdasarian et al. 1978], [Schiele 1979], [Ripperger 1992], [Berndt und Kripenstapel 1997]. Auf ihrem Weg durch einen engen Spalt zwischen rotierenden und feststehenden Filterelementen wird der Suspension fortlaufend Flüssigkeit entzogen. Die starke Scherströmung im Spalt kann die Kuchenbildung weitestgehend unterdrücken. Mit dem Feststoffgehalt in der Suspension steigt das Drehmoment der Filterwelle. Der eingedickte Schlamm muß ausgetragen werden, bevor ein kritisches Drehmoment überstiegen wird, sonst verstopft der Apparat. Bei feindispersen Suspensionen können mit Scherspaltfiltern hohe Massendurchsätze und niedrige Restfeuchten erreicht werden.

## 7.6 Schlußfolgerungen

Bei der Filtration mit kompressiblen Kuchen muß die Prozeßführung sorgfältig auf das Materialverhalten abgestimmt werden. Besonderes Augenmerk verdient dabei die Filtrationsdruckdifferenz, weil sie einerseits das treibende Potential für den Trennvorgang vorgibt, aber andererseits zugleich die Kompaktierung des Haufwerkes bestimmt.

Für die nach Tiller definierten Materialklassen (vgl. Abschnitt 2.3.1.2) können folgende Empfehlungen formuliert werden (vgl. auch [Tiller und Yeh 1987]):

Inkompressible Kuchen sind in der Regel aus relativ groben ( $> 100\mu\text{m}$ ) und starren Partikeln aufgebaut. Ihr Wachstum kann durch eine Erhöhung der Druckdifferenz beschleunigt werden, der Massendurchsatz steigt näherungsweise proportional zur Quadratwurzel der Druckdifferenz. Für eine weitergehende mechanische Flüssigkeitsabtrennung bietet sich die Gasdifferenzdruckentfeuchtung im Anschluß an die Kuchenbildung an. Dabei soll die Druckdifferenz auf die Kapillardruckkurve abgestimmt sein: Bei niedrigen Drücken lassen sich nur die groben Poren entleeren, bei höheren Drücken kann auch aus feineren Poren Flüssigkeit verdrängt werden. Schrumpfung und Rißbildung sind bei inkompressiblen Kuchen nicht zu erwarten.

Mäßig kompressible Kuchen bestehen aus feineren (10 bis  $100\mu\text{m}$ ) oder wenig verformbaren Partikeln. Auch hier läßt sich die Kuchenbildung durch erhöhte Druckdifferenzen beschleunigen, allerdings mit geringerem Erfolg als bei inkompressiblen Kuchen. Bei einer Gasdifferenzdruckentfeuchtung treten nicht selten Probleme mit Schrumpfung und Rißbildung auf, die durch ein Vorpressen vermieden werden können [Wiedemann 1996].

Feine, disperse Partikeln ( $<10\mu\text{m}$ ) bauen häufig hoch kompressible Kuchen auf. Typische Vertreter dieser Materialklasse sind Tonminerale, die nahezu undurchlässige Kuchen bilden. Mit einer Druckerhöhung bei der Kuchenbildung läßt sich hier der Durchsatz kaum steigern. Zum Nachpressen sind hohe Drücke empfehlenswert, wegen des hohen Durchströmungswiderstandes ist die Pressung jedoch langwierig.

Durch Flockung können Partikeln im Submikronbereich oder biologische Zellen zu größeren Aggregaten zusammengeschlossen werden. Das Filtrationsverhalten bei niedrigen Drücken wird dadurch deutlich verbessert. Die Flocken bauen lockere Haufwerke hoher Durchlässigkeit auf, in denen jedoch viel Flüssigkeit gebunden ist. Unter erhöhter Druckbelastung kollabieren die Flocken leicht, dabei entstehen Strukturen geringer Permeabilität. Weil Flocken super kompressible Filterkuchen mit ausgeprägter Grundschichtverdichtung bilden, bringt eine Druckerhöhung bei der Kuchenbildung weder im Hinblick auf die Filtrationsgeschwindigkeit noch im Hinblick auf die Restfeuchte nennenswerte Vorteile. Geflockte Suspensionen sollten deshalb bei niedrigen Drücken filtriert werden. Erst zum Auspressen machen sich hohe Drücke bezahlt.

Bei ideal kompressiblen Kuchen wird die maximale Filtrationsleistung dann erreicht, wenn der gewünschte Druck unmittelbar aufgebracht und konstant gehalten wird. Durch einen verzögerten Druckaufbau wird die Filtration verlangsamt. Die Restfeuchte hängt allein vom Enddruck ab.

Lediglich bei der Verwendung offenporiger Filtermedien kann es lohnenswert sein, den Druck allmählich aufzubauen, um die Bildung stabiler Feststoffbrücken auf dem Filtermedium zu erleichtern. Bei zu hohen Anfangsbrücken besteht sonst die Gefahr, daß die Brücken zusammenbrechen. Dann würden einzelne Partikeln das Filtermedium verstopfen oder mit dem Filtrat ausgespült werden. Bei engporigen Filtermedien muß keine Rücksicht auf die Brückenbildung genommen werden, weil hier die Partikelabscheidung auf Sperreffekten beruht.

Insbesondere für schwer filtrierbare Suspensionen bietet sich die intermittierende Kuchenfiltration (IKF) an. Dabei wird die Kuchenbildung in regelmäßigen Abständen unterbrochen, um den Filterkuchen in der verbleibenden Suspension wiederanzumaischen. Dadurch wird die Entstehung dicker Filterkuchen mit großen Widerständen unterbunden. Die Aufkonzentration nach dem Resuspendieren bewirkt eine zusätzliche Beschleunigung der Kuchenbildung. Damit stellt die IKF eine interessante Prozeßvariante zur Leistungssteigerung dar, zumal sie sich mit geringem Aufwand in bestehende Prozesse integrieren läßt.



## 8 Geeignete Apparate für die Filtration mit kompressiblen Kuchen

Ein breites Spektrum von Apparaten steht für Aufgaben der Fest-Flüssig-Trennung zur Verfügung. Welcher Apparat im Einzelfall zum Einsatz kommt, hängt von verschiedenen Faktoren ab: Nicht allein die Trenneigenschaften des Produktes sind entscheidend, vielmehr muß der Trennschritt integriert in den Gesamtprozeß gesehen werden, zusätzlich sind übergeordnete Aspekte wie Kosten, Umweltschutz und Arbeitssicherheit zu beachten [Blaß und Bischofsberger 1991].

Ausführliche Beschreibungen moderner Maschinen und Apparate zur Fest-Flüssig-Trennung können in einschlägigen Handbüchern nachgeschlagen werden [Hess 1991], [Wakeman und Tarleton 1999], [Gasper et al. 2000].

In diesem Kapitel werden stellvertretend für die Vielzahl von Filterapparaten nur einige wichtige Typen, die zur Filtration mit kompressiblen Kuchen besonders geeignet sind, betrachtet. Bei der Diskussion der Apparate sollen die in Kapitel 7 vorgestellten Prozeßstrategien im Mittelpunkt stehen.

### 8.1 Apparate ohne Preßeinrichtung

Bei inkompressiblen Filterkuchen sind einfache Filter ohne Preßeinrichtung vollkommen hinreichend. Je nach Ausführung können diese einfachen Apparate über die Kuchenbildung hinaus weitere Aufgaben, wie eine Waschung oder eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung, übernehmen.

Kompressible Kuchen liegen in der Regel unmittelbar nach ihrer Entstehung als hoch poröse Haufwerke mit hohem Flüssigkeitsgehalt vor. Weil eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung in vielen Fällen wegen hoher kapillarer Eintrittsdrücke ausscheidet, ist eine weitergehende Nachentfeuchtung durch Pressen häufig unverzichtbar.

Einfache Filter ohne Preßeinrichtung können in solchen Fällen beispielsweise zur vorgeschalteten Eindickung oder in einer Zwischenstufe zur Waschung eingesetzt werden. Bei solchen Verfahrenskombinationen wird ein Großteil des Filtrates in vergleichsweise einfachen und kostengünstigen Apparaten abgetrennt, der spezifisch teurere Preßapparat wird dadurch entlastet und kann kleiner ausgelegt werden. Viele Trennaufgaben können durch derartige Kombinationsschaltungen besser und kostengünstiger gelöst werden [Stahl 1988].

Manche einfache Filterapparate können auch ohne großen Zusatzaufwand zum Pressen umgerüstet werden, wie in den folgenden Abschnitten an Beispielen aufgezeigt wird.

### 8.1.1 Diskontinuierliche Filter

Diskontinuierliche Filter sind Spezialisten für den Chargenbetrieb. Weil die Prozeßzeiten für die einzelnen Verfahrensschritte unabhängig voneinander eingestellt werden können, kann die Prozeßführung besser als in kontinuierlichen Apparaten auf schwieriges Materialverhalten abgestimmt werden. Auch auf Produktwechsel und schwankende Produktmengen kann flexibel reagiert werden.

#### 8.1.1.1 Nutschenfilter

Zur Laborfilterzelle weisen Nutschenfilter die meisten Gemeinsamkeiten auf. Im abgeschlossenen Verfahrensraum von Drucknutschenfiltern können verschiedene Prozeßschritte wie Kuchenbildung, Wiederanmaischen, Waschen, Entfeuchten stattfinden (vgl. Abbildung 8-1). Wegen ihrer Vielseitigkeit sind diese Apparate beliebt.

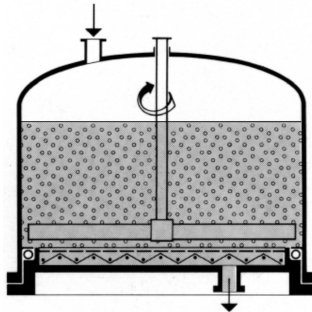


Abbildung 8-1: Schematische Darstellung eines Nutschenfilters  
[KHS Prozeßtechnik GmbH, Bad Kreuznach]

Für kompressible Filterkuchen mit hohen Filtrationswiderständen erweist sich als Nachteil, daß in Nutschen in der Regel sehr hohe Filterkuchen gebildet werden, was dann zu sehr langen Prozeßzeiten führt. Durch ständiges Rühren kann die Kuchenbildung zwar beschleunigt werden (vgl. Kapitel 7.5.2.5), weil die kompaktierte Grundsicht sich dabei aber kaum vom Filtermedium ablösen wird, muß ein hoher Restwiderstand hingenommen werden.

Zum Nachpressen bieten Nutschen wenig Möglichkeiten. Ein balkenartig abgeflachter Rührer kann zu einem sanften Nachverdichten der Kuchenoberseite verwendet werden. Ansonsten kann mit einer gasundurchlässigen Deckschicht aus arteigenem Feingut oder Fremdmaterial der Gasdifferenzdruck zum Pressen eingesetzt werden (vgl. Kapitel 7.2.4). Dazu sollte kurz vor dem Ende der Kuchenbildung eine geeignete Suspension auf den Kuchen aufgesprüht werden.

Nutschenfilter sollten also vorrangig bei wenig kompressiblen Filterkuchen Einsatz finden, für hoch kompressible Kuchen sind sie kaum geeignet.

### 8.1.1.2 Kerzen- oder Blattfilter

Bei diesen beiden Filtertypen sind feststehende Filterelemente in einem Suspensionsbehälter montiert. Die Elemente sind mit einem Filtermedium bespannt, an dessen Außenseite der Feststoff abgeschieden wird, während das Filtrat nach innen strömt und durch Leitungen in den Elementen abgeführt wird. Kennzeichnend für Blattfilter sind flache Filterelemente, bei Kerzenfiltern sind die Filterelemente röhrenförmig.

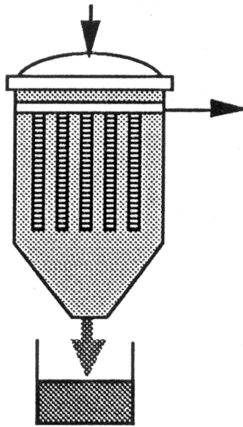


Abbildung 8-2: Schematische Darstellung eines Kerzenfilters im Eindickerbetrieb  
[Dr. Müller AG, Männedorf Schweiz]

Falls die Filterelemente ganz in Suspension eingetaucht sind, können beide Filtertypen im Rückspülbetrieb als leistungsfähige Eindicker betrieben werden. Dazu werden in kurzen Intervallen dünne Kuchen anfiltriert, die durch einen Filtratrückstoß abgesprengt werden. Wenn die Filterkuchenstücke nicht resuspendiert werden, setzen sie sich im konischen Unterteil des Suspensionsbehälters ab und können dort ausgeschleust werden.

Wenn im Suspensionstrog bei abgeschaltetem Rührer eine stark klassierende Sedimentation auftritt, könnte sich im Bereich der Filterelemente genügend Feingut anreichern, um damit eine Deckschicht zum Nachpressen mit Gasdifferenzdruck aufzubauen. Ansonsten wäre es zum Aufbringen einer Deckschicht notwendig, die Ausgangssuspension weitestgehend abzulassen, bevor die Suspension mit dem Deckschichtmaterial eingebracht wird. Aufgrund der großen Zeitverluste ist diese Vorgehensweise weniger attraktiv. Andere Methoden zum Nachpressen bieten sich nicht an.



### **8.1.2 Kontinuierliche Filter**

Mit kontinuierlichen Filtern können große Suspensionsströme rationell getrennt werden. Je nach Bauart des Filters können nach der Kuchenbildung weitere Prozessschritte in den Verfahrensablauf integriert werden.

#### **8.1.2.1 Drainagetrommeln**

Drainagetrommeln sind sehr einfache Apparate, die sich gut zur Voreindickung stark geflockter Schlämme eignen. Die leicht geneigte Trommel rotiert um ihre Längsachse. Dadurch wird dem Schlamm, der am Boden der Trommel zum Austrag rutscht, ständig neue Filterfläche zur Drainage angeboten. Unter der Wirkung der Schwerkraft fließt das Filtrat nach außen ab.

Da keine zusätzliche Druckdifferenz aufgebracht wird, wird die Flockenstruktur wenig beansprucht, es tritt keine nennenswerte Grundschichtverdichtung auf. Durch das ständige Umwälzen wird der Schlamm geschert und es brechen immer wieder neue Drainagekanäle im Haufwerk auf. Auf diese Weise wird der Schlamm sehr schonend entwässert.

#### **8.1.2.2 Trommelfilter**

Trommelfilter sind vielseitige und leistungsfähige Apparate zur Fest-Flüssig-Trennung. Als Vakuumtrommelfilter werden sie überwiegend für leicht filtrierbare Materialien eingesetzt. Gekapselt in einem Druckbehälter haben sie sich aber auch zur Filtration feindisperser Suspensionen mit größeren Druckdifferenzen durchgesetzt.

Kernstück des Apparates ist eine liegende Trommel, die in einen Suspensionstrog eintaucht (vgl. Abbildung 8-3). Während sich die Trommel langsam dreht, bildet sich an ihrer Außenseite ein Filterkuchen, durch den das Filtrat nach innen abströmt. Die Feststoffablagerung ist abgeschlossen, sobald der Kuchen aus der Suspension auftaucht. Danach können eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung oder eine Waschung folgen. Nach der Kuchenabnahme, beispielsweise mit einem Schaber oder unterstützt durch einen Druckluftrückstoß, wird das Tuch durch Rückspülen gereinigt, bevor ein neuer Zyklus beginnt.

Mit hohen Drehzahlen und entsprechend dünnen Filterkuchen lassen sich am Trommelfilter besonders hohe Massendurchsätze erreichen. Dann wird allerdings die Kuchenabnahme problematisch. Damit das Filtertuch nicht beschädigt wird, muß zwischen Schaber und Trommel ein Sicherheitsabstand bleiben. Gerade bei kompressiblen Filterkuchen soll aber eine Restschicht auf dem Filtertuch vermieden werden, weil sie aus der verdichteten Grundschicht mit hohem Durchströmungswiderstand bestehen würde.

Wenn die Grundschicht soweit kompaktiert ist, daß sie Zugkräfte aufnehmen kann, ist sie für eine Abnahme durch Druckluftrückstoß geeignet. Ansonsten bietet es sich an, ein Filterhilfsmittel als Precoat zu verwenden. Der Schaber kann dann mit dem Kuchen etwas Precoat abnehmen, ohne daß das Filtertuch verletzt wird.

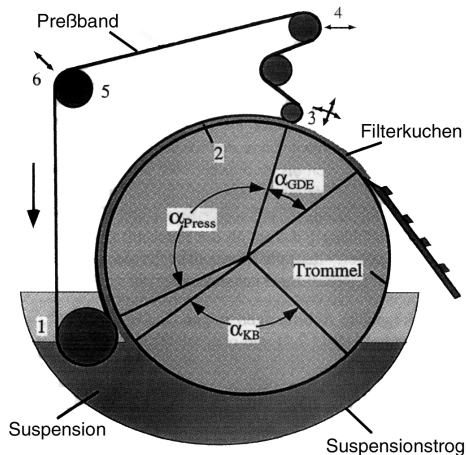


Abbildung 8-3: Schematische Darstellung eines Trommelfilters mit Preßvorrichtung nach Wiedemann [1996]  
 1 Kontaktwalze, 2 seitliche Abdichtung, 3 Ablaufwalze,  
 4 Spannvorrichtung, 5 Führungswalze, 6 Längenregulierung

Die Realisierung der IKF (vgl. Kapitel 7.5.4) am Trommelfilter setzt voraus, daß der Kuchen sich leicht redispergieren läßt. Ansonsten läßt es sich kaum vermeiden, daß Kuchenstücke im Suspensionsstrog absedimentieren und den Trog verstopfen. Hier wäre ein Bandfilter, auf dessen ebener Filterfläche der Kuchen mit schräg angestellten Schabern zur Seite geschoben werden kann, vorteilhafter.

Mit wenig Aufwand läßt sich am Trommelfilter eine effiziente Vorrichtung zum Nachpressen installieren [Wiedemann 1996] (vgl. Abbildung 8-3).

Konventionelle Preßeinrichtungen bestehen aus Preßbändern oder -walzen, die mit externen Hydraulik- oder Pneumatikaggregaten an die Trommel gepreßt werden [Redeker et. al. 1983]. Die Trommel muß dann zusätzliche Kräfte aufnehmen, was zu einer aufwendigen Konstruktion führt. Durch Preßwalzen kann nur stellenweise ein Liniendruck aufgebracht werden, eine weitgehende Konsolidierung kann damit nicht erreicht werden.

Wiedemann schlägt statt dessen vor, mit einem gasdichten Preßband den Gasdifferenzdruck am Trommelfilter zum Nachpressen auszunutzen. Das Band wird über ein Walzensystem so geführt, daß es in einem festgelegten Winkelbereich unmittelbar auf dem Kuchen aufliegt. Der Kontakt zum Kuchen muß hergestellt

werden, bevor der Kuchen aus der Suspension auftaucht. Diese Maßnahme gewährleistet zusammen mit einer seitlichen Abdichtung, daß das Gas nicht in den Kuchen eindringen kann, sondern über das Band auf den Kuchen drückt, der dadurch wie unter einer Preßmembran stetig mit konstantem Druck verdichtet wird.

Durch eine geeignete Abstimmung von Kuchenbildungs- und Preßwinkel kann erreicht werden, daß das Konsolidierungspotential des Filterkuchens (vgl. Kapitel 7.2.) weitestgehend ausgeschöpft wird. Im Winkelbereich vor der Kuchenabnahme kann sich noch eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung anschließen, sofern der kapillare Eintrittsdruck des gepreßten Kuchens überwindbar ist.

## **8.2 Apparate mit Preßvorrichtung**

Apparate zum Auspressen kommen in den verschiedensten Industriezweigen zum Einsatz, beispielsweise bei der Getränkeherstellung und der Wasseraufbereitung ebenso wie in der Papierindustrie oder der chemischen Industrie. Für viele Produktionsverfahren sind eigene Preßapparate entwickelt worden, die den Besonderheiten des jeweiligen Prozesses Rechnung tragen. So gibt es heute eine Vielfalt von Preßapparaten, die auf sehr unterschiedlichen Wirkprinzipien beruhen. Die Herstellerfirmen sind zum Teil stark spezialisiert, manche bieten nur einzelne Pressentypen an. Dementsprechend unübersichtlich ist der Markt für Preßapparate.

An dieser Stelle sollen in erster Linie solche Apparate vorgestellt werden, die quasi universell einsetzbar sind und demzufolge eine weite Verbereitung gefunden haben.

### **8.2.1 Diskontinuierliche Pressen**

Die Mehrzahl der Preßfilter arbeitet diskontinuierlich. Damit ist die Möglichkeit gegeben, eine Verschlechterung im Entwässerungsverhalten mit einer längeren Prozeßzeit auszugleichen. Viele Apparate erlauben darüber hinaus eine Variation des Prozeßdruckes.

#### **8.2.1.1 Filterpressen**

Filterpressen haben sich auf vielen Gebieten als Standardapparate zur Preßfiltration durchgesetzt. In einer Filterpresse werden bis zu 150 Filterelemente, die senkrecht aufgehängt und mit Filtermedium bespannt sind, durch eine Schließvorrichtung zu einem Plattenpaket zusammengepreßt (vgl. Abbildung 8-4). So kann viel Filterfläche auf einer kleinen Stellfläche untergebracht werden.

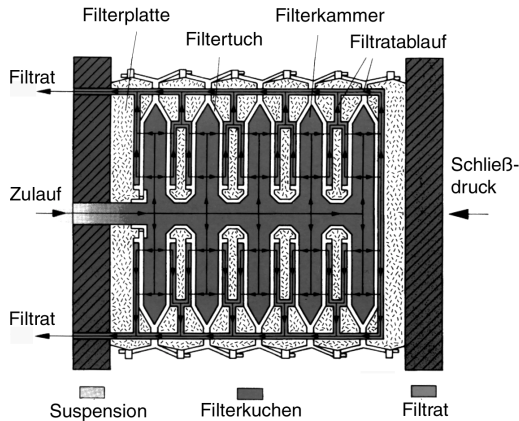


Abbildung 8-4: Schematische Darstellung des Plattenpakets in einer Kammerfilterpresse [Welders NV, Aalst Belgien]

Kammerfilterpressen, in denen der Filtrationsraum durch einen beidseitigen Rücksprung der Plattendicke entsteht, haben die alten Rahmenfilterpressen mit ebenen Platten und Zwischenrahmen abgelöst. Moderne Filterpressen sind mit Membranen zum Nachpressen ausgestattet.

Die zu trennende Suspension wird in die parallel geschalteten Filterelemente gepumpt. Sobald die Kammern gefüllt sind, ist der Speisedruck die treibende Kraft für die Bildung von Filterkuchen an den Filtermedien. In Kammerfilterpressen wird solange nachgespeist, bis die beiden Kuchenhälften zusammengewachsen sind. Dabei nimmt der Filtratstrom beständig ab.

Damit der Kuchen beim Öffnen des Plattenpaketes durch Eigengewicht abfallen kann, sollten Mindestkuchendicken von ca. 30 mm eingehalten werden. Bei starken Haftkräften zwischen Kuchen und Tuch ist ein vollständiger Kuchenabwurf nicht gewährleistet. Eine Kontrolle ist daher unverzichtbar. Anhaftende Kuchenstücke behindern nicht nur die nachfolgende Filtration, sie stellen auch die Randabdichtung des Plattenpaketes in Frage.

In Membranfilterpressen kann die Suspensionszufuhr vorzeitig beendet werden, die beiden Kuchenhälften werden dann durch die Membran zusammengepreßt. Dadurch entsteht ein homogenerer Kuchen mit verringerter Restfeuchte.

Der Preßdruck der Membranen liegt üblicherweise bei 16 bar, in Sonderausführungen steigt er auf bis zu 30 bar an. Speisedrücke bei Kammerfilterpressen bewegen sich zwischen 6 und 25 bar, bei Hochdruckfilterpressen werden bis zu 60 bar erreicht. Mit Membrandrücken von 30 bar können z.T. bessere Restfeuchten erreicht werden als in Kammerfilterpressen bei 60 bar.

Durch den Einsatz geeigneter Filterplatten können auf Filterpressen auch Waschung und Gasdifferenzdruckentfeuchtung realisiert werden. Bei diesen beiden Prozessschritten hängt der Erfolg wesentlich von der Homogenität der Filterkuchen ab. Häufig treten im unteren Teil der Filterkammer Kurzschlußströmungen auf, weil sich dort durch Sedimentation zu Beginn der Filtration Grobgut angereichert hat. In Kammerfilterpressen verursacht das Nachschieben von Suspension in den engen Spalt zwischen den Kuchenhälften zusätzliche Inhomogenitäten. In solchen Fällen kann kein zufriedenstellendes Verfahrensergebnis erreicht werden.

Filterpressen sind wegen ihrer Vielseitigkeit und Robustheit beliebt. Es muß jedoch kritisch bemerkt werden, daß die Kopplung von Kuchenbildung und Pressung in einem Apparat verfahrenstechnisch nicht unbedingt sinnvoll ist (vgl. Kapitel 7.2.5). Gerade bei der Bildung super kompressibler Kuchen lohnt sich der Aufwand, der mit hohen Speisedrücken verbunden ist, kaum. Besonders nachteilig sind die großen Kuchendicken, die zur Sicherstellung des Kuchenabwurfs eingehalten werden müssen. Sie verursachen unwirtschaftlich lange Prozeßzeiten.

### 8.2.1.2 Plattenpreßfilter

Ähnlich wie in Filterpressen sind in Plattenpreßfiltern vertikale Filterelemente in einem Pressenrahmen aneinandergereiht. Dabei wechseln sich Filterplatten mit undurchlässigen Abnahmeplatten ab, dazwischen sind jeweils elastische Ringdichtungen angeordnet (vgl. Abbildung 8-5).

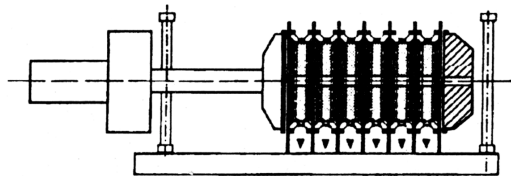


Abbildung 8-5: Schematische Darstellung eines Plattenpreßfilters  
[Kraus Maffei AG, München]

Bei geschlossenem Plattenpaket erfolgt die Speisung bei Drücken bis zu 4 bar. Anschließend wird das Plattenpaket weiter zusammengesoben, dabei können die Kuchen bei Drücken bis zu 20 bar auf Dicken von weniger als einem Millimeter zusammengepreßt werden. Der Preßdruck darf nicht zu plötzlich aufgebracht werden, weil sonst die Gefahr besteht, daß unverdichtete Kuchenbereiche durch die Dichtung nach außen gequetscht werden (vgl. Kapitel 7.2.3). Eine Waschung ist nicht realisierbar.

Beim Öffnen der Presse sollen die Kuchen an der Abnahmeplatte haften bleiben, von der sie dann abgeschabt werden. Sofern die Kuchen die notwendigen Hafteigenschaften aufweisen, kann der Apparat vollautomatisch betrieben werden.

Der größte Vorteil des Plattenpreßfilters liegt darin, daß mit niedrigen Kuchenhöhen gearbeitet werden kann, denn dünnere Kuchen führen zu kürzeren Taktzeiten und damit zu höheren Durchsatzleistungen.

In einer Weiterentwicklung des Plattenpreßfilters erfolgt die Abdichtung der Platten durch eine Membran, die das Plattenpaket umschließt. Der ganze Apparat ist ein hermetisch geschlossenes System. Die Kammertiefe wird durch elastische Distanzstücke zwischen den ebenen Platten definiert. Auf Abnahmeplatten wird verzichtet, statt dessen werden nach dem Öffnen der Presse bewegliche Schaber eingesetzt. Weil es keine undurchlässigen Zwischenplatten gibt, eignet sich dieser Apparat auch zur Waschung und Gasdifferenzdruckentfeuchtung [Tichy 1997].

### **8.2.1.3 Pressen mit Drainagehilfen**

Die Grundidee, die Preßfiltration durch kurze Filtratwege bei kleinen Haufwerkshöhen zu beschleunigen, führte zur Entwicklung von Pressen mit Drainagehilfen. Diese Apparate wurden hinsichtlich des Pressens optimiert, für andere Verfahrensschritte sind sie nicht geeignet.

Bei der Wring-Alternating-Press™ wird voreingedickter Schlamm zwischen Drainagetüchern, die im Verfahrensraum parallel in engen Abständen angeordnet sind, ausgepreßt. Während des Pressens bei Drücken bis zu 100 bar werden die Tücher gegeneinander verdreht. Durch die Überlagerung von Pressung und Scherung lassen sich so niedrige Restfeuchten erreichen, daß nach dem Öffnen der Presse kompakte Preßflocken zwischen den gespannten Tüchern herausfallen [Langeloh und Bott 1996].

Weil das Filtrat nur kurze Wege durch den gepreßten Schlamm zurücklegen muß, bevor es durch ein Drainagetuch abfließen kann, werden hohe Konsolidierungsgrade bei kurzen Taktzeiten und dementsprechend hohen Durchsätzen erreicht.

Nach dem gleichen Prinzip arbeitet eine Fruchtpresse, in der statt Drainagetüchern durchlässige Schläuche zum Einsatz kommen (vgl. Abbildung 8-6).

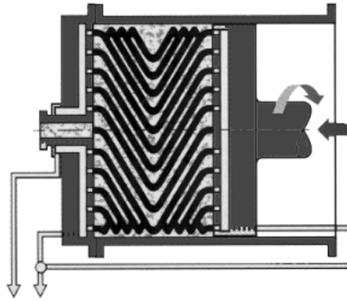


Abbildung 8-6: Schematische Darstellung einer Presse mit Drainagehilfen  
[Bucher-Guyer AG, Niederweningen Schweiz]

## 8.2.2 Kontinuierliche Pressen

Aus Rationalisierungsgründen ist es wünschenswert, von diskontinuierlichen auf kontinuierliche Pressapparate überzugehen. Allerdings wirft dabei der Transport des Kuchens durch die Preßzone anspruchsvolle konstruktive Probleme auf.

### 8.2.2.1 Siebbandpressen

In Siebbandpressen wird Schlamm zwischen zwei kontinuierlich umlaufenden Siebbändern durch Pressen und Scheren entwässert (vgl. Abbildung 8-7).

Dabei durchläuft der Schlamm mehrere Zonen: In der Aufgabzone wird der Schlamm gleichmäßig über die gesamte Siebbreite verteilt. In der anschließenden Seihzone drainiert ein Großteil der Flüssigkeit unter der Wirkung der Schwerkraft ab. Danach werden die beiden Siebe in der Keilzone immer näher zusammengeführt. Der Schlamm wird dadurch bei kontinuierlich steigendem Druck ausgepreßt. Eine weitergehende Entwässerung erfolgt in der Preßzone. Dort werden die Siebbänder zwischen parallelen Preßwalzen hindurch geführt ("Liniendruck") oder unter Zugspannung um eine größere Walze geschlungen ("Flächendruck"). Bei jeder Umlenkung der Siebbänder wird der Filterkuchen geschert. Dadurch werden weitaus niedrigere Restfeuchten erreicht als dies durch reine einaxiale Pressung möglich wäre.

In herkömmlichen Siebbandpressen werden Drücke bis zu 4 bar erreicht, während in speziellen Hochdruckpressen Drücke bis zu 30 bar möglich sind.

Im Gegensatz zu den meisten anderen Pressen gibt es in Siebbandpressen keine geschlossene Druckkammern, d.h. die Abdichtung erfolgt über den Kuchen selbst. Deshalb muß der Filterkuchen eine hinreichende Scherfestigkeit aufweisen, damit er nicht in der Keilzone seitlich oder gegen die Maschinenrichtung ausfließt. Bei Schlämmen mit Fasern ist diese Voraussetzung häufig erfüllt. Schlämmen mit

feinkörnigen Partikeln müssen in der Regel Flockungsmittel zugesetzt werden, damit in der Seihzone ein Flockenverband genügender Festigkeit entstehen kann. Je flacher der Keil, desto besser kann der Kuchen eingezogen werden.

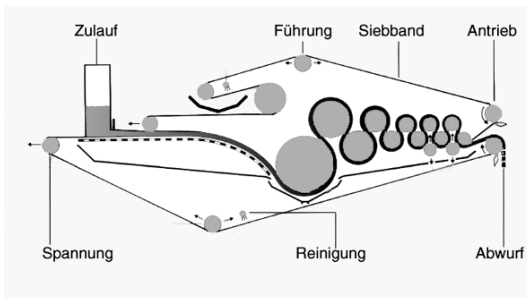


Abbildung 8-7: Schematische Darstellung einer Siebbandpresse [Flottweg GmbH; Vilsbiburg]

Gerade für super kompressible Filterkuchen sind Siebbandpressen gut geeignet. Für eine effektive Vorentwässerung sind die geringen Drücke (ca. 5 mbar) in der Seihzone vollkommen ausreichend. In diesem Druckbereich ist die Grundsicht noch nicht sehr weit verfestigt. Daher ist es möglich, mit pflugscharähnlichen Einbauten die Grundsicht zu zerreißen und die Schlammschicht umzuwenden. Das Abströmen des Filtrates wird dadurch merklich begünstigt. Weil in der Preßzone dünne Filterkuchen nach zwei Seiten entwässern können, werden schon bei kurzen Verweilzeiten hohe Konsolidierungsgrade erreicht.

Siebbandpressen sind insbesondere zur Entwässerung von Klärschlamm weit verbreitet. Ihr Einsatz in Produktionsprozessen ist dadurch beschränkt, daß der Zusatz von Flockungsmitteln zum stabilen Betrieb dieses Apparates meistens nötig, aus Gründen der Produktreinheit aber nicht immer zulässig ist.

### 8.2.2.2 Preßfilterautomaten

Preßfilterautomaten sind quasi-kontinuierliche Apparate, die vollautomatisch betrieben werden können. Sie ähneln in ihrem Aufbau Filterpressen.

Ein endloses Filterband durchläuft das Plattenpaket mäanderartig. Zum Kuchenaustrag wird das Band bei geöffneter Presse um eine Plattenlänge weiterbewegt, der Kuchen wird dadurch seitlich abgeworfen (vgl. Abbildung 8-8). Wegen des Zwangsaustrages muß, im Gegensatz zu Filterpressen, kein Mindesteigengewicht zur Entleerung eingehalten werden. Demnach können dünnere Kuchen von ca. 15 mm Stärke verarbeitet werden, was zu einer deutlichen Verkürzung der Taktzeiten führt.



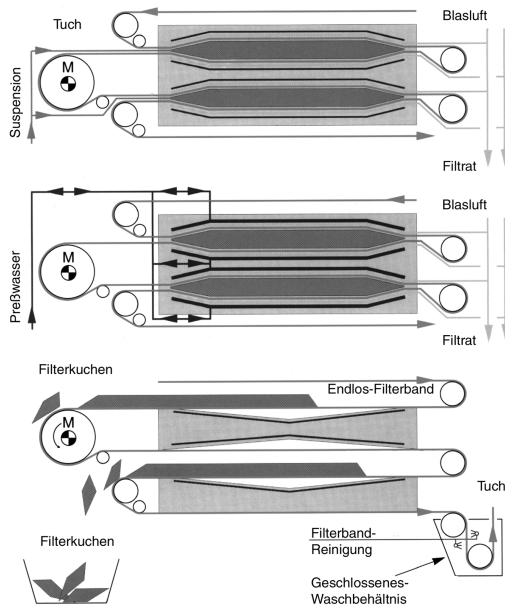


Abbildung 8-8: Schematische Darstellung der Verfahrensschritte im Preßfilterautomaten  
(oben: Kuchenbildung, Mitte: Pressen, unten: Entleeren)  
[Eberhard Hoesch und Söhne GmbH, Alsdorf]

Preßfilterautomaten sind in der Regel mit Membranen zum Nachpressen bei Drücken bis zu 16 bar ausgestattet. Waschung und Gasdifferenzdruckentfeuchtung können auch nach einer Zwischenpressung in den Prozeßablauf integriert werden.

### 8.3 Schlußfolgerungen

Die Empfehlung, super kompressible Kuchen bei niedrigen Drücken aufzubauen und sie anschließend bei höheren Drücken auszupressen, kann selten in einem einzigen Apparat zufriedenstellend umgesetzt werden. Häufig ist es günstiger, nach dem Prinzip der Funktionentrennung vorzugehen und verschiedene Apparate, welche die Einzelaufgaben optimal lösen können, miteinander zu kombinieren.

In der Preßfiltration werden hohe Restfeuchten am schnellsten erreicht, wenn das Filtrat nur kurze Wege zurücklegen muß, d.h. wenn dünne Kuchen nach zwei Seiten entwässern können. Leistungsfähige Preßfilter sind nach diesem Grundsatz gestaltet.

Preßfilter sind vergleichsweise aufwendige Apparate, deren Einsatz sich auf das Auspressen beschränken sollte. In einer vorgeschalteten Kuchenbildung oder Sedimentation kann ein Großteil der Flüssigkeit in wesentlich einfacheren Apparaten abgetrennt werden.



## 9 Zusammenfassung und Ausblick

### Problematik

Die Filtration mit kompressiblen Kuchen ist eine anspruchsvolle Trennaufgabe, die besondere Prozeßstrategien erfordert.

Im Gegensatz zu inkompressiblen Kuchen, die als starre Packungen aufgefaßt werden können, wird die Struktur kompressibler Filterkuchen unter Druckbelastung kompaktiert. Das kompressible Materialverhalten wirft bei der Filtration einige Probleme auf:

- Während der Kuchenbildung ist die Haufwerksstruktur inhomogen: Am Filtermedium liegt eine dünne, stark kompaktierte Grundsicht vor, während der Rest des Kuchens hoch porös bleibt und viel Flüssigkeit bindet.
- Die inhomogene Kuchenstruktur erschwert Handhabung, Transport oder Trocknung des Kuchens.
- Kuchenbildung, Waschung und Pressung nehmen viel Zeit in Anspruch, weil die verdichtete Grundsicht wie ein Flaschenhals das Abströmen des Filtrates behindert.
- Kompressible Filterkuchen eignen sich wegen ausgeprägter Schrumpfrißbildung selten zur Gasdifferenzdruckentfeuchtung.
- Aus feindispersen Suspensionen entstehen hoch kompressible Filterkuchen, deren Trenneigenschaften stark von den physiko-chemischen Eigenschaften der Suspension abhängen. In diesem Fall können Schwankungen im Suspensionszulauf drastische Auswirkungen auf das Trennergebnis haben.

Leitlinien zu effizienten Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen werden in der Praxis vermißt. Der Einsatz vereinfachter Konzepte für inkompressible Kuchen führt nicht selten zu Unsicherheiten und Fehlern in der Prozeßauslegung.

### Gegenstand der Arbeit

Hier setzt die vorgestellte Arbeit an. Ausgehend von einer wissenschaftlichen Analyse der Grundvorgänge bei der Bildung und Konsolidierung kompressibler Haufwerke werden konkrete Empfehlungen zur Auslegung und Optimierung von Filtrationsprozessen mit kompressiblen Kuchen aufgestellt.

Dabei kommt eine Prozeßsimulation zum Einsatz, mit der bei minimiertem experimentellen Aufwand Haufwerksstrukturen und Trennergebnisse bei verschiedenen Betriebszuständen im voraus berechnet werden können. Zur Bestimmung der Materialdaten, die für die Simulation bekannt sein müssen, sind standardisierte Versuchsmethoden an einer neuen Laborapparatur entwickelt worden.

### **Theoretische Beschreibung**

Zur Beschreibung der Filtration mit kompressiblen Kuchen werden zwei alternative Ansätze vorgestellt:

Bei der globalen Betrachtung wird der Filterkuchen als quasi homogene Einheit aufgefaßt, der Mittelwerte für Porosität und Widerstand zugeordnet werden. Für die Filtration mit inkompressiblen Kuchen ist dieser Ansatz in der Regel korrekt, bei kompressiblen Kuchen können damit bestenfalls einfache Kuchenbildungsvorgänge abgebildet werden. Für die Preßfiltration ist dieser Ansatz ungeeignet.

Die lokale Betrachtung wird den Besonderheiten kompressibler Kuchen eher gerecht. Bei diesem Ansatz wird das Haufwerk in dünne Schichten parallel zum Filtermedium zerlegt. Die lokalen Strukturdaten einer Schicht sollen allein vom lokalen Feststoffgerüstdruck abhängen (ideal kompressible Kuchen). Mit diesem Konzept können die elementaren Trennprozesse Filtration, Sedimentation und Pressung gleichermaßen beschrieben werden.

Dieser Ansatz liegt der physikalisch-mathematischen Modellierung der Bildung und Konsolidierung kompressibler Haufwerke zugrunde. Für jede Schicht werden Stoff- und Kräftebilanzen aufgestellt, wobei in das Durchströmungsgesetz die lokale Relativgeschwindigkeit zwischen Feststoff und Flüssigkeit eingeht. Das Materialverhalten wird durch Funktionen, welche die Abhängigkeit der Porosität und des Durchströmungswiderstandes vom Feststoffgerüstdruck beschreiben, erfaßt. Hinzu kommen prozeßtypische Randbedingungen. Das resultierende Differentialgleichungssystem kann nicht analytisch gelöst werden.

### **Prozeßsimulation**

Der Algorithmus zur numerischen Lösung wird in ein Computerprogramm zur Simulation von Filtration, Sedimentation und Pressung umgesetzt. Wenn Material- und Prozeßparameter vorgegeben werden, berechnet das Programm zu jedem Zeitpunkt globale Größen wie das Filtratvolumen, die Haufwerkshöhe, den Konsolidierungsgrad und die Mittelwerte von Porosität und Durchströmungswiderstand, ebenso lokale Größen wie hydraulischen Druck und Feststoffgerüstdruck, Porosität und Durchströmungswiderstand.

Mit den Simulationsergebnissen werden die zeitabhängigen Strukturänderungen während Kuchenbildung und -konsolidierung dargestellt, die direkten Messungen kaum zugänglich sind.

Von besonderem Interesse ist das Verhalten der kompaktierten Grundsicht bei verschiedenen Prozeßbedingungen. Die Simulation zeigt deutlich, daß sich eine Erhöhung der Filtrationsdruckdifferenz bei super kompressiblen Kuchen vor allem in einer weiteren Verdichtung der Grundsicht äußert, während sich die Struktur des restlichen Kuchens fast nicht verändert. Damit wird verständlich, warum sich unter diesen Bedingungen der mittlere Kuchenwiderstand längst nicht so dramatisch ändert wie der lokale Widerstand am Filtermedium.

Die globalen Größen, die das Simulationsprogramm berechnet, können direkt zur Prozeßauslegung verwendet werden. Damit wird die Möglichkeit eröffnet, bei minimiertem experimentellen Aufwand ausgewählte Verfahren bei verschiedenen Betriebszuständen zu analysieren. Auf dieser Grundlage kann entschieden werden, wie ein bestehendes Verfahren optimiert werden kann, wo die verfahrenstechnischen Grenzen liegen, und wo innovative Verfahrenskonzepte ansetzen sollten.

Ein Vergleich zwischen experimentellen Daten zur Kuchenbildung und entsprechenden Simulationsdaten ergibt eine gute qualitative Übereinstimmung. Die Simulation ist also für den prinzipiellen Verfahrensentwurf und die Apparateauswahl geeignet, die genaue Dimensionierung des Filters sollte aber im Einzelfall durch ergänzende Filtrationsexperimente im interessanten Druckbereich abgesichert werden.

### **Experimentelle Methoden**

Zur Erfassung des Materialverhaltens sind Experimente nach wie vor unumgänglich. Die experimentellen Methoden der Laborfiltration sind an die Besonderheiten kompressibler Filterkuchen angepaßt worden.

In der neu entwickelten Laborapparatur sind eine Kompressions-Permeabilitäts-Zelle (C-P-Zelle) und eine Drucknutsche zur Filtration in Tandem-Anordnung als C-P-F-Zelle aufgebaut. Beide Komponenten sind für Drücke bis zu 16 bar ausgelegt, was für die Auslegung gebräuchlicher Filterapparate hinreichend ist. Die Tandem-Anordnung ermöglicht eine sehr flexible Versuchsführung, weil die Grundversuchstypen Kuchenbildung, Waschung und Durchströmung auf vielfältige Weise miteinander kombiniert werden können.

Bei der Kuchenbildung mit konstantem oder stufenweise ansteigendem Druck ergibt die Analyse des zeitabhängigen Filtratstroms die Widerstände des Filtermediums und des Kuchens. Dabei ist es wichtig, die Anfangsphase der Filtration verzögerungsfrei in kurzen Zeitintervallen zu erfassen, ansonsten treten vor allem beim Mediumwiderstand große Fehler auf. Nach dem Versuchsende werden die Höhe und die mittlere Porosität des entlasteten Kuchens gemessen. Die Ergebnisse der Kuchenbildung können für einfache Auslegungen gemäß der globalen Betrachtung verwendet werden.

An der C-P-Zelle werden Standardtests zur Erfassung der Porosität und des spezifischen Kuchenwiderstandes in Abhängigkeit vom Preßdruck durchgeführt. In einer Versuchsreihe mit ansteigendem Druck wird die Probe bei jeder Druckstufe von einem Preßkolben bis zum Konsolidierungsgleichgewicht gepreßt und anschließend durchströmt. An die C-P-Ergebnisse können die Materialfunktionen angepaßt werden, die für die Simulation nötig sind. Dahinter steht die Annahme, daß der Preßling sich genauso verhält wie eine Kuchenschicht mit identischem Feststoffgerüstdruck.

Die C-P-Daten charakterisieren ein Stoffsystem wie ein Fingerabdruck. Die wichtigsten Kenngrößen sind Porosität und Widerstand im unbelasteten Zustand und die Exponenten der einfachen Potenzgesetze, mit denen die Druckabhängigkeit von Porosität und Widerstand bereichsweise beschrieben werden kann. Die Kompressibilität von Filterkuchen wird anhand der Summe der Exponenten für Porosität und Widerstand beurteilt: Bei Werten über eins wird ein Material als hoch kompressibel eingestuft, bei Werten über zwei als super kompressibel. Die häufige Beobachtung, daß sich das Materialverhalten beim Überschreiten kritischer Drücke ändert, kann damit erklärt werden, daß in den einzelnen Druckbereichen verschiedene Kompressionsmechanismen dominieren.

### **Experimentelle Ergebnisse**

Die Versuchsmaterialien sind stellvertretend für verschieden Stoffklassen ausgewählt worden.

Das wasserunlösliche Polymerisat Divergan W<sup>®</sup> liegt in Form knäuelartiger Partikeln vor, die sich unter Druck stark elastisch verformen. Bei Drücken unter 4 bar sind Filterkuchen aus Divergan mäßig kompressibel, in diesem Bereich können sich die Partikeln noch leicht umlagern. Bei höheren Drücken werden die Partikeln mehr und mehr zusammengequetscht, sie zwingen sich in immer engere Hohlräume. Der Widerstand nimmt rapide zu, die Filterkuchen sind super kompressibel. Ähnlich verhalten sich Filterkuchen aus biegsamen Zellulosefasern.

Aber auch starre Partikeln können kompressible Haufwerke aufbauen. Plättchenförmige Kaolinpartikeln lagern sich im unbelasteten Zustand in kartenhausähnlichen Strukturen an. Bei höheren Drücken klappen die Plättchen zu flachen Stapeln um und werden sukzessive weiter zusammen geschoben. Dies führt zu einer mäßigen Kompressibilität.

Die stärksten Veränderung des Widerstandes sind an Filterkuchen aus agglomerierten nanoskaligen Rußpartikeln gemessen worden. An diesem Material läßt sich klar der Einfluß einer Suspensionsvorbehandlung demonstrieren.

In Filterkuchen aus solchen feinen Partikeln liegen sehr enge Zwischenräume vor, so daß der Durchströmungswiderstand selbst bei hohen Porositäten groß ist. Wenn sich die Partikeln in Agglomeraten (Flocken) zusammenlagern, entstehen gröbere

Kanäle, durch die das Filtrat leichter abdrainieren kann. Dieser positive Effekt geht jedoch verloren, wenn die Agglomerate unter Druckbeanspruchung zusammengeschoben werden, der Widerstand steigt dann schnell auf den Wert des ungeflockten Systems. Eine Suspensionsvorbehandlung führt also nur dann zum Erfolg, wenn der Filtrationsdruck auf die hohe Kompressibilität der Flocken abgestimmt wird.

### **Prozeßstrategien**

Die Eigenheiten kompressibler Filterkuchen erfordern eine sorgfältige Abstimmung der Betriebsparameter auf das Materialverhalten. Eine besondere Rolle spielt dabei der Filtrationsdruck, weil er einerseits das treibende Potential für den Trennprozeß vorgibt, andererseits aber zugleich die Kompaktierung des Kuchens bestimmt. Die Festlegung des Filtrationsdruckes ist daher eine zentrale Entscheidung bei der Auswahl und Auslegung von Apparaten zur Filtration mit kompressiblen Kuchen.

Sowohl die theoretischen Betrachtungen als auch die experimentelle Ergebnisse zeigen, daß die bei inkompressiblen Kuchen bewährte Maxime "viel hilft viel" bei kompressiblen Kuchen an Gültigkeit verliert. Je kompressibler ein Material, desto geringer fällt die Durchsatzsteigerung bei Erhöhung des Filtrationsdruckes aus, bei super kompressiblen Materialien bleibt auch die Restfeuchte des Kuchens nahezu unverändert. Eine Verschlechterung des Durchsatzes aufgrund kompressiblen Materialverhaltens konnte nicht festgestellt werden. Bei der Filtration mit kompressiblen Kuchen ist demnach kein optimaler Druck mit maximalem Durchsatz zu erwarten.

Kompressible Filterkuchen enthalten nach der Kuchenbildung noch viel Flüssigkeit, von der ein Großteil durch Nachpressen mechanisch abgetrennt werden kann. Damit geht eine Vergleichmäßigung der Kuchenstruktur einher, die sich auch auf andere nachfolgende Prozeßschritte wie Waschung und Trocknung positiv auswirkt.

Weil bei stark kompressiblen Filterkuchen hohe Drücke zur Kuchenbildung weder im Hinblick auf die Restfeuchte noch auf die Filtrationsgeschwindigkeit nennenswerte Vorteile bringen, sind niedrige Drücke dazu ausreichend. Erst zum Nachpressen lohnen sich hohe Drücke zu einer weiteren Restfeuchteabsenkung.

Für die Preßfiltration kommen Apparate zum Einsatz, in denen der mechanische Preßdruck über Kolben, Membranen oder Walzen aufgebracht wird. Leistungsfähige Preßfilter arbeiten mit vielen Entwässerungsflächen und geringen Kuchenhöhen. Auch in Filtern ohne spezielle Preßvorrichtung kann der Gasdifferenzdruck zum Nachpressen eingesetzt werden, wenn die Kuchenoberfläche durch eine feinporige Deckschicht oder eine gasundurchlässige Membran abgedeckt wird.



Preßfilter sind vergleichsweise aufwendige Apparate, die am effizientesten genutzt werden, wenn sie mit Schlämmen hohen Feststoffgehaltes beschickt werden. Durch eine einfache Voreindickung im Erd- oder Zentrifugalfeld wird der Preßfilter spürbar entlastet. Hinzu kommt, daß die Preßkinetik bei Schlämmen günstiger als bei Filterkuchen verläuft. Beide Effekte tragen zur Einsparung an spezifisch teurer Preßfilterfläche bei.

Experimente unterstützen die Annahme der Simulation, daß sich die Kuchenstruktur sofort dem aktuellen Druck anpaßt. So ist zu verstehen, warum die maximale Filtrationsleistung dann erreicht wird, wenn der gewünschte Druck unmittelbar aufgebracht und konstant gehalten wird. Ein verzögerter Druckaufbau verlangsamt die Filtration. Die Restfeuchte hängt allein vom Enddruck ab.

Bei der Verwendung offenporiger Filtermedien kann es allerdings lohnenswert sein, den Druck allmählich aufzubauen, um die Bildung von Feststoffbrücken auf dem Filtermedium zu erleichtern. Bei zu hohen Anfangsbrücken kollabieren die Brücken, was dazu führt, daß einzelne Partikel das Filtermedium verstopfen oder mit dem Filtrat ausgespült werden. Bei engporigen Filtermedien können von Anfang an hohe Filtrationsdrücke eingestellt werden, weil hier die Partikelabscheidung nicht auf Brückenbildung, sondern auf Sperreffekten beruht.

Insbesondere bei kompressiblen Filterkuchen mit hohen Durchströmungswiderständen sind wirksame Methoden zur Erhöhung des Massendurchsatzes gefragt. Bei der intermittierenden Kuchenfiltration (IKF) wird die Kuchenbildung in regelmäßigen Abständen unterbrochen, um den Filterkuchen in der verbleibenden Suspension wiederanzumischen. Dadurch wird das Aufwachsen dicker Filterkuchen mit großen Widerständen unterbunden. Darüber hinaus beschleunigt die Aufkonzentration nach dem Resuspendieren die Kuchenbildung. Somit stellt die IKF eine interessante Prozeßvariante zur Leistungssteigerung dar, die sich mit geringem Aufwand in bestehende Prozesse integrieren läßt.

## **Ausblick**

In dieser Arbeit stehen die kuchenbildende Filtration und eine anschließende Konsolidierung im Mittelpunkt.

Der Ansatz, der dieser Arbeit zugrunde liegt, kann gleichermaßen zur Beschreibung der elementaren Trennprozesse Kuchenbildung, Sedimentation (ohne Klassieren) und Pressung sowie deren Überlagerung herangezogen werden. Damit sind die experimentellen Methoden und die Prozeßsimulation prinzipiell auch zur Auslegung von komplexen Fest-Flüssig-Trennverfahren geeignet.

In manchen Fällen stellt die Sedimentation im Zentrifugalfeld eine interessante Alternative zur Kuchenbildung dar. In beiden Verfahren können bei hoch kompressiblen Haufwerken ähnliche Feststoffgehalte erreicht werden. Während die Grundsicht bei der Filtration das Abströmen des Filtrates massiv behindert, stört

diese kompaktierte Schicht bei der Sedimentation nicht, weil die Flüssigkeit in entgegengesetzter Richtung abströmt. Durch eine Scherung des Haufwerkes, wie sie beispielsweise in Dekantierzentrifugen auftritt, wird noch zusätzlich Flüssigkeit freigesetzt. Zur weitergehenden Flüssigkeitsabtrennung können Sedimente wie Filterkuchen nachgepreßt werden.

Wenn darüber hinaus Verfahrensschritte, die sich an die Filtration anschließen, wie z.B. eine Waschung des Kuchens oder eine Gasdifferenzdruckentfeuchtung, in die Simulation aufgenommen werden, kann sie zur integralen Prozeßplanung eingesetzt werden, in der die einzelnen Verfahrensschritte optimal aufeinander abgestimmt werden.

Besonderes Interesse verdient dabei die Waschung, deren Kinetik und Endergebnis stark durch die Haufwerksstruktur beeinflusst werden. Vor allem bei Fest-Flüssig-Systemen mit feinen Partikeln kommt es häufig zu Veränderungen der Kuchenstruktur während der Waschung, was auf Veränderungen der Ionenumgebung der Partikeln zurückgeführt wird. So kann es beispielsweise zur unerwünschten Reißbildung kommen, wenn der Salzgehalt in der Porenflüssigkeit einen kritischen Wert unterschreitet. Bisher werden die Strukturveränderungen während der Waschung vernachlässigt, was nicht selten grobe Auslegungsfehler nach sich zieht.

Zur Erfassung der besonderen Effekte beim Waschen bieten sich C-P-Tests an, in denen Strukturänderungen unter kontrollierten Bedingungen beobachtet werden. Aus den Ergebnissen könnten Materialgesetze abgeleitet werden, in die neben dem Preßdruck ein weiterer Parameter eingeht, der die physiko-chemischen Bedingungen in der Flüssigkeit beschreibt, wie z.B. die elektrische Leitfähigkeit. Das Modell zur Bildung und Durchströmung kompressibler Haufwerke sollte dann um diese Materialgesetze und Gleichungen für den Stoffübergang erweitert werden. Damit wäre die Grundlage für die Simulation von Waschprozessen gelegt.



## 10 Formelzeichen

### 10.1 Lateinische Buchstaben

|            |  |                                   |
|------------|--|-----------------------------------|
| A          | Fläche   | $m^2$                             |
| a          | Koeffizient in Gl. (2-17)                            | $m \cdot kg^{-1} \cdot Pa^{-n^a}$ |
| B          | Koeffizient in Gl. (2-16)                            | $Pa^{\beta^B}$                    |
| b          | Beschleunigung                                       | $m / s^2$                         |
| C          | Schleuderziffer                                      | -                                 |
| $C_e$      | Konsolidierungskoeffizient                           | $kg^2 \cdot m^{-4} \cdot s$       |
| $C_1$      | Koeffizient in Gl. (3-26)                            | Pa                                |
| $C_2$      | Koeffizient in Gl. (3-26)                            | $Pa \cdot s \cdot m^{-1}$         |
| $C_3$      | Koeffizient in Gl. (3-26)                            | $Pa \cdot s^2 \cdot m^{-2}$       |
| c          | Feststoffvolumenkonzentration                        | -                                 |
| D          | Durchmesser der C-P-Zelle                            | m                                 |
| d          | monodisperser Kugeldurchmesser                       | m                                 |
| $d_{Part}$ | Partikeldurchmesser                                  | m                                 |
| e          | Porenziffer  | -                                 |
| $F_G$      | Gewichtskraft  | N                                 |
| $F_{G,O}$  | Gewichtskraft im Oberteil der C-P-Zelle              | N                                 |
| $F_{G,U}$  | Gewichtskraft im Unterteil der C-P-Zelle             | N                                 |
| $F_{LS}$   | zwischen Flüssigkeit und Feststoff übertragene Kraft | N                                 |
| $F_{R,O}$  | Reibungskraft im Oberteil der C-P-Zelle              | N                                 |
| $F_{R,U}$  | Reibungskraft im Unterteil der C-P-Zelle             | N                                 |
| $F_S$      | Kraft im Feststoffgerüst                             | N                                 |
| $F_\alpha$ | Faktor in Gl. (7-9)                                  | -                                 |
| G          | Exponent in Gl. (2-10)                               | -                                 |
| g          | Erdbeschleunigung                                    | $m \cdot s^{-2}$                  |
| h          | Höhe   | m                                 |
| $h_C^*$    | Bezugshöhe des Kuchens in Gl. (3-23)                 | m                                 |
| $I_\alpha$ | Integral in Gl. (7-8)                                | $Pa \cdot kg \cdot m^{-1}$        |
| $J_R$      | Faktor in Gl. (2-24)                                 | -                                 |

|                     |   |  |
|---------------------|---|--|
| K                   | Faktor in Gl. (3-24)  | -                                      |
| $K_{C-K}$           | Carman-Kozeny-Konstante in Gl. (6-1)                                    | -                                      |
| $K_R$               | Reibkoeffizient in Gl. (4-8)  | -                                      |
| $K_\alpha$          | Koeffizient in Gl. (2-9)  | $m \cdot kg^{-1} \cdot Pa^{-N_\alpha}$ |
| $K_\varepsilon$     | Koeffizient in Gl. (2-8)  | $Pa^{-N_\varepsilon}$                  |
| M                   | Geradensteigung in Gl. (4-3) und Abb. (2-7)                             | $s \cdot m^{-2}$                       |
| $M'$                | Geradensteigung in Gl. (4-5) und Gl. (4-6)                              | $m^{-2}$                               |
| $m_{\text{Feucht}}$ | Masse des feuchten Kuchens  | kg                                     |
| $m_{S,C}$           | Trockenmasse des Kuchens  | kg                                     |
| $\dot{m}_S$         | spezifischer Massendurchsatz  | $kg \cdot m^{-2} \cdot s$              |
| N                   | Exponent in Gl. (2-11)  | -                                      |
| $N_\alpha$          | Exponent in Gl. (2-9), lokale Kompressibilität                          | -                                      |
| $N_\varepsilon$     | Exponent in Gl. (2-78)  | -                                      |
| n                   | Exponent in Gl. (2-19)  | -                                      |
| $n^*$               | Exponent in Gl. (2-17)  | -                                      |
| P                   | längenspezifische Permeabilität   | $m^{-2}$                               |
| p                   | Druck   | Pa                                     |
| $p_B$               | Druck am Boden der C-P-Zelle  | Pa                                     |
| $p_D$               | Durchströmungsdruck   | Pa                                     |
| $p_L$               | Flüssigkeitsdruck   | Pa                                     |
| $p_P$               | Pressdruck  | Pa                                     |
| $p_S$               | Feststoffgerüstdruck  | Pa                                     |
| $p_0$               | Normierungsdruck  | Pa                                     |
| Q                   | Filtratstrom  | $m^{-1}$                               |
| q                   | flächenspezifischer Volumenstrom  | $m \cdot s^{-1}$                       |
| R                   | Durchströmungswiderstand  | $m^{-1}$                               |
| $R_C$               | Durchströmungswiderstand des Filterkuchens                              | $m^{-1}$                               |
| $R_M$               | Durchströmungswiderstand des Filtermediums                              | $m^{-1}$                               |
| $r_C$               | längenspezifischer Durchströmungswiderstand des Filterkuchens           | $m^{-2}$                               |
| $\bar{r}_C$         | mittlerer längenspezifischer Durchströmungswiderstand des Filterkuchens | $m^{-2}$                               |

---

|           |   |                  |
|-----------|---|------------------|
| $S_V$     | spezifische Oberfläche                          | $m^{-1}$         |
| $T_C$     | dimensionslose Konsolidierungszeit              | -                |
| $t$       | Filtrationszeit                                 | s                |
| $t^*$     | Bezugszeit in Gl. (3-22)                        | s                |
| $t_C$     | Konsolidierungszeit                             | s                |
| $t_V$     | Verweilzeit                                     | s                |
| $u$       | Geschwindigkeit                                 | $m \cdot s^{-1}$ |
| $u_L$     | Geschwindigkeit der Flüssigkeit                 | $m \cdot s^{-1}$ |
| $u_s$     | Geschwindigkeit des Feststoffes                 | $m \cdot s^{-1}$ |
| $u_{Sed}$ | Sedimentationsgeschwindigkeit                   | $m \cdot s^{-1}$ |
| $V$       | Volumen   | $m^3$            |
| $V_H$     | Hohlraumvolumen                                 | $m^3$            |
| $V_L$     | Flüssigkeitsvolumen                             | $m^3$            |
| $v$       | flächenspezifisches Volumen                     | $m^{-1}$         |
| $v^*$     | flächenspezifisches Bezugsvolumen in Gl. (3.22) | m                |
| $w_s$     | flächenspezifische Feststoffmasse               | $kg / m^2$       |
| $w_{s,c}$ | flächenspezifische Kuchenfeststoffmasse         | $kg / m^2$       |
| $x$       | Abstand zum Filtermedium                        | m                |
| ZE        | relative Zeitersparnis                          | -                |
| ZP        | Zetapotential                                   | V                |
| $z$       | Regelgröße in Gl. (3-22)                        | -                |

## 10.2 Griechische Buchstaben

|                      |   |                                 |
|----------------------|---|---------------------------------|
| $\alpha$             | massenspezifischer Durchströmungswiderstand   | $\text{m} \cdot \text{kg}^{-1}$ |
| $\bar{\alpha}$       | mittlerer spezifischer Kuchenwiderstand   | $\text{m} \cdot \text{kg}^{-1}$ |
| $\bar{\alpha}_R$     | mittlerer massenspezifischer Kuchenwiderstand nach Ruth                               | $\text{m} \cdot \text{kg}^{-1}$ |
| $\bar{\alpha}_{S-T}$ | mittlerer massenspezifischer Kuchenwiderstand nach Shirato und Tiller                 | $\text{m} \cdot \text{kg}^{-1}$ |
| $\alpha_0$           | massenspez. Durchströmungswiderstand bei $p_s = 0$                                    | $\text{m} \cdot \text{kg}^{-1}$ |
| $\beta$              | Exponent in Gl. (2-18)  | -                               |
| $\beta^*$            | Exponent in Gl. (2-16)  | -                               |
| $\Delta p$           | Druckdifferenz  | Pa                              |
| $\Delta R_M$         | Differenz zwischen effektivem Mediumwiderstand und Widerstand des unbenutzten Mediums | $\text{m}^{-1}$                 |
| $\Delta W_s$         | Feststoffmasse einer Kuchenschicht  | $\text{kg} \cdot \text{m}^2$    |
| $\varepsilon$        | Porosität   | -                               |
| $\varepsilon_a$      | Porosität außerhalb der Agglomerate   | -                               |
| $\varepsilon_i$      | Porosität innerhalb der Agglomerate   | -                               |
| $\varepsilon_0$      | Porosität bei $p_s = 0$   | -                               |
| $\bar{\varepsilon}$  | mittlere Porosität  | -                               |
| $\kappa$             | Konzentrationsbeiwert   | -                               |
| $\eta$               | dynamische Viskosität   | $\text{Pa} \cdot \text{s}$      |
| $\vartheta$          | Temperatur  | K                               |
| $\lambda$            | Querlastverhältnis  | -                               |
| $\rho$               | Massendichte  | $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ |
| $\theta$             | ganzzahliger Exponent in Gl. (3-25)   | -                               |
| $\tau_A$             | Adhäsionsspannung   | $\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$  |

### 10.3 Häufig verwendete Indices

|          |  |
|----------|--|
| Agg      | Agglomerat   |
| a        | außen  |
| C        | Kuchen   |
| F        | Filtrat  |
| ges      | Gesamt-  |
| H        | Hohlraum   |
| i        | i-ter Zeitschritt einer Iteration (in Kapitel 3 und 7)       |
| i        | innen (in Kapitel 6)   |
| j        | j-te Schnittfläche des Kuchens bei der iterativen Berechnung |
| krit     | kritisch   |
| L        | Flüssigkeit  |
| M        | Filtermedium   |
| max      | maximal  |
| min      | minimal  |
| OF       | Oberfläche   |
| opt      | optimal  |
| Part     | Partikel   |
| Ref      | Referenz   |
| rel      | relativ  |
| S        | Feststoff  |
| Sed      | Sedimentation  |
| Susp     | Suspension   |
| 0        | Referenz   |
| $\infty$ | unendlich  |





## 11 Literatur

- Abboud, N.M.; Corapcioglu, M.Y.  
Modelling of Compressible Cake Filtration  
Journal of Colloid and Interface Science 160 (1993), 304-316
- Alles C. M.; Anlauf H.; Stahl W.  
Compressible Cake Filtration under Variable Pressure  
Advances in Filtration and Separation Technology (12) 1998, 628-635
- Alles C.; Anlauf H.  
Tandem-Filterzelle zur Charakterisierung kompressibler Kuchen  
F&S Filtrieren und Separieren (12) 1998-5, 220-222
- Alles C.; Anlauf H.  
Zur Wahl des Filtrationsdruckes bei der Filtration mit kompressiblen Kuchen  
Chemie-Ingenieur-Technik (70) 1998-10, 1322-1324
- Alles C. M.; Anlauf H.; Stahl W.  
Fine Particles in Compressible Filter Cakes  
Advances in Filtration and Separation Technology 13 (1999), 898-905
- Altmann, J.; Weigert, T.; Ripperger, S.  
Einfluß der elektrostatischen Wechselwirkungen auf die Filtrierbarkeit von Suspensionen  
F & S Filtrieren und Separieren 12 (1998) 5, 214-217
- Anlauf, H.  
Entfeuchtung von Filterkuchen bei der Vakuum-, Druck- und Druck/Vakuumfiltration  
Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (1986)
- Anlauf, H.  
Widerstände überwinden: Richtige Wahl des Filtermediums entscheidet über Effizienz der kuchenbildenden Naßfiltration  
Maschinenmarkt, Würzburg, 95 (1989) 11, 32-36
- Anlauf, H.  
Entstehung und Entfeuchtung des Filterkuchens  
Maschinen + Apparate zur Fest/Flüssig-Trennung  
Grundlagen - Anwendung - Technik  
hrsg. von W. Hess, Vulkan - Verlag Essen (1991), 43-52
- Anlauf, H. (Anlauf 1994a)  
Standardfiltertests zur Bestimmung des Kuchen- und Filtermediumwiderstandes bei der Feststoffabtrennung aus Suspensionen (Teil 1)  
F & S Filtrieren und Separieren 8 (1994) 2, 63 -70
- Anlauf, H. (Anlauf 1994b)  
Standardfiltertests zur Bestimmung des Kuchen- und Filtermediumwiderstandes bei der Feststoffabtrennung aus Suspensionen (Teil 2)  
F & S Filtrieren und Separieren 8 (1994) 3, 114-126

- Anlauf, H.; Müller, H.R.  
Einfluß von Gewebestruktur und Porengröße monofiler Filtertücher auf das  
Verfahrensergebnis der kontinuierlichen kuchenbildenden Flüssigkeitsfiltration  
Aufbereitungs-Technik 31 (1990) 6, 293-303
- Atkins, P.W.  
Physical Chemistry, 5th Edition  
Oxford University Press, Oxford UK (1994)
- Atsumi, K.; Akiyama, T.  
A Study of Cake Filtration - Formulation as a Stefan Problem  
Journal of Chemical Engineering of Japan 8 (1975) 6, 487-492
- Bagdasarian, A.; Cheng, K.; Tiller, F.M.  
Bench-Scale Filter for Studying Thin-Cake Filtration  
Filtration & Separation, (1983) 1/2, 32-36
- Bender, W.  
Das Auswaschen von Filterkuchen  
Chemie-Ingenieur-Technik 55 (1983) 11, 832 - 829
- Bender, W.; Koglin, B.  
Mechanische Trennung von Bioprodukten  
Chemie-Ingenieur-Technik 58 (1986) 7, 565-577
- Bender, W.; Redeker, D.  
Fortschritte bei der mechanischen Flüssigkeitsabtrennung durch Filtration  
Chemie-Ingenieur-Technik 53 (1981) 4, 227-236
- Berndt, R.; Krippenstapel, J.  
Zur Aufarbeitung biologischer Suspensionen mit einem neuen  
Rotationsscherspaltfilter  
Chemie-Ingenieur-Technik 69 (1997) 4, 472-475
- Bickert, G.  
Sedimentation feinsten suspendierter Partikel im Zentrifugalfeld  
Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (1997)
- Blaß E., Bischofsberger F.  
Grundzüge und Hilfsmittel zur Apparateauswahl  
Maschinen + Apparate zur Fest/Flüssig-Trennung  
Grundlagen - Anwendung - Technik  
hrsg. von W. Hess, Vulkan - Verlag Essen (1991), 43-52
- Bömkes, J.  
Untersuchungen zum Anpressen von Filterkuchen unter ein- und zwei-  
dimensionaler Hochdruckbeanspruchung  
Dissertation, Universität Essen (1986)
- Bockstal F, Fourage L, Hermia J, Rahier G  
Constant Pressure Cake Filtration with Simultaneous Sedimentation  
Filtration & Separation 22 (1985) 7/8, 255-257
- Bott, R.  
Zur kontinuierlichen Druckfiltration  
Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (1985)

- Brociner, R.E.  
An Improved Vacuum Leaf Thickener for China Clay Suspensions  
Filtration & Separation (1972) 9/10, 562-565
- Broens, B.; Gasper, H.  
Theoretische Grundlagen der Fest/Flüssig-Filtration  
Handbuch der industriellen Fest/Flüssig-Filtration  
hrsg. von H. Gasper, Hüthig-Verlag Heidelberg (1990), 33-45
- Buttersack, C.; Buchholz, K.  
Modelling of Constant Pressure Dewatering of Sugar-Beet Pulp  
6th World Filtration Congress, Nagoya 1993, May 18-21, 201-205
- Chase, G.G; Willis, M.S.  
Compressive Cake Filtration  
Chemical Engineering Science 47 (1992) 6, 1373-1381
- Cleveland, T.G.; Tiller, F.; Hyare, G.; Lee, J.  
Effect of Pressure on the Rate of Filtration  
Water Environment Association of Texas - 1995 Annual Conference, Ft. Worth,  
Texas (1995)
- Dück, J.; Zvetanov, E.; Neeße T.  
Porositätsmodell für feinkörnige Filterkuchen  
Chemie Ingenieur Technik, 71 (1999) 7, 692-695
- Friedmann, T.; Windhab, E.  
On Parameters Affecting Flow Behaviour During Compressible Cake Filtration in  
the Centrifugal Field  
Advances in Filtration and Separation Technology 12 (1998), 496-503
- Gasper H.  
Analyse des Filtrationsproblems, Filter-Auswahlkriterien  
Handbuch der industriellen Fest/Flüssig-Filtration  
hrsg. von H. Gasper, Hüthig-Verlag Heidelberg (1990), 33-45
- Gasper H.; Oechsle D.; Pongratz E. (Hrsg.)  
Handbuch der industriellen Fest/Flüssig-Filtration, 2. Auflage  
Wiley-VCH, Weinheim (2000)
- Gösele, W.  
Grenzflächeneffekte und Fest-Flüssig-Trennung - was der Praktiker davon wissen  
sollte  
F & S Filtrieren und Separieren 9 (1995) 1, 14-22
- Grace, H.P.  
Resistance and Compressibility of Filter Cakes Part I-III  
Chemical Engineering Progress 49 (1953), 303-318, 367-374, 427-436
- Haarmann-Kühn, H.C.  
persönliche Mitteilungen
- He, D.X.; Tan, R.B.H.; Tien, C.  
An Overview of Investigations on Filter Cakes Characteristics  
Advances in Filtration and Separation Technology 11 (1997), 404 - 417

- Heertjes, P.M.  
Studies in Filtration - Blocking Filtration  
Chemical Engineering Science 6 (1957), 190-203
- Hess W. (Hrsg.)  
Maschinen + Apparate zur Fest/Flüssig-Trennung  
Grundlagen - Anwendung - Technik  
Vulkan - Verlag Essen (1991)
- Heuser, J.; Stahl, W.  
The Influence of Non-Ideal Effects on Cake Washing and their Experimental  
Analysis  
Advances in Filtration and Separation Technology 12 (1998), 555-562
- Holdich, R.J.  
Simulation of Compressible Cake Filtration  
Filtration and Separation 31 (1994), 825-829
- Hunter R.J.  
Introduction to Modern Colloid Science  
Oxford University Press, Oxford 1993
- Hwang, K.J.; Lu, W.M.  
The Surface Structure of Cake Formed by Uniform-Sized Rigid Spheroids in Cake  
Filtration  
Powder Technology 87 (1996) 2, 161-168
- Hwang, K.J.; Lu, W.M.  
A Simple Model for Estimating Surface Porosity of Cake in Cake Filtration of  
Submicron Particles  
Journal of the Chinese I. Chemical Engineering, 28 (1997) 2, 121-128
- Jung, R.G.; Drucks, M.  
Optimierung der Reinigung von Filtertüchern bei betrieblich eingesetzten  
Filtrationsanlagen  
Aufbereitungstechnik 37 (1996) 4, 142-148
- Kleine, U.  
Der Einfluß der Flockenbildungsbeanspruchung auf die Festigkeit und das  
Sedimentationsverhalten von Flocken bei der Zentrifugalabscheidung  
Dissertation Universität Karlsruhe (TH), 1992
- Koch, W.; Höflinger, W.; Pongratz, E.; Oechsle, D.  
Continuous Pressure Filter with Rotating Disks and Cake Thickness Limitation by  
Scrapers  
Chemical Engineering Technology, 22 (1999) 11, 912 - 916
- La Heij, E.J.; Kerkhof, P.J.; Herwijn, A.J.; Coumans, W.J.  
Fundamental Aspects of Sludge Filtration and Expression  
Water Research 30 (1996) 3, 697-703
- Landman, K.; White, L.; Eberl, M.  
Pressure Filtration of Flocculated Suspensions  
American Institute of Chemical Engineering Journal 41 (1995) 7, 1687-1700

- Langeloh T.; Bott R.  
High Pressure Dewatering of Sludges with the Sico-W.A.P. - Results and Automation of the Process  
Advances in Filtration and Separation Technology 10 (1996), 211-220
- Leclerc, D.; Rebouillat, S.  
Dewatering by Compression  
Mathematical Models and Design Methods in Solid-Liquid Separation, Ed.: Rushton, Nijhoff  
NATO ASI Series, Dordrecht NL (1985), 356-391
- Leu, W.F.; Lee M.H.; Tiller F.M.  
Cake Compactibility - a Rigorous Definition  
6th World Filtration Congress, Nagoya, (1993), 148-153
- Malinovskaya, T.A.; Kobrinskij, J.A.; Shevchenko, V.F.  
Filtration hochdispenser Suspensionen auf dynamischen Filtern  
Chemische Technologie 24 (1972) 12, 748-750
- Michel, K.; Gruber, V.  
Erfahrungen mit der kontinuierlichen Druckfiltration in einem neuartigen Scheibenfilter  
Chemie-Ingenieur-Technik 43 (1971) 6, 380-386
- Müller, H.R.; Kern, R.; Stahl, W.  
Adhesive Forces Between Filter Cloth and Cake: An Experimental Investigation  
4th World Filtration Congress, Ostend, Belgium (1996), April 22-25
- Nagel, F;  
Theoretische und experimentelle Untersuchungen zur Durchströmung von ebenen Gittern aus parallelen, nicht-äquidistanten, gleichen Kreiszyllindern bei kleinen Reynoldszahlen  
Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (1993)
- Oja, M.; Nyström, L.  
Evaluation of Filtration Tests with Gradual Pressure Increase and Sedimentation  
Proceeding at the Filtech Conference Karlsruhe (1995), October 10-12, 107-115
- Orlicek, A.  
Die physikalischen Grundlagen der Filtration  
Dechema-Monographien, (1956), 199-218
- Pfuff, P.  
Entfeuchten von Schlämmen durch Preß- und Gasdruck  
Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (1992)
- Purchas, D.B.  
Art, Science and Filter Media 2  
Filtration & Separation (1980) 4, 372-376
- Rebouillat, S.; Schwartzberg, H.G.; Leclerc, D  
The Uni-Axial Compression of Solid-Liquid Materials under Constant Rate of Strain  
Journal of Chemical Engineering of Japan 29 (1996), 29-36
- Riemenschneider, H.  
Entfeuchten durch Pressen  
Dissertation, Universität Stuttgart (1983)

- Riemenschneider, H.; Wiedemann, T.; Jungermann, K.  
Berücksichtigung von Wandreibungseffekten bei der verfahrenstechnischen  
Auslegung von Preßfiltern auf der Basis von Laborversuchen  
Aufbereitungs - Technik 38 (1997) 11, 596-605
- Ripperger, S.  
Mikrofiltration mit Membranen - Grundlagen, Verfahren, Anwendungen  
VCH -Verlag, Weinheim (1992)
- Roth, J.E.  
Grenzflächeneffekte bei der Fest/Flüssig-Trennung  
Chemie-Ingenieur-Technik 63 (1991) 2, 104-115
- Ruhland, M.  
Eigenschaftsfunktionen feindisperser Filterkuchen  
Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (1999)
- Rumpf, H.; Gupte A.R.  
Einflüsse der Porosität und Korngrößenverteilung im Widerstandsgesetz der  
Porenströmung  
Chemie-Ingenieur-Technik 43 (1971) 6, 367-375
- Rushton, A.; Griffith, P.  
Role of the Cloth in Filtration  
Filtration & Separation (1972) 1/2, 81-89
- Rushton, A.; Ward, A.S.; Holdich R.S.  
Solid- Liquid Filtration and Separation Technology  
VCH-Verlag, Weinheim (1996)
- Ruth, B.F.; Montillon G.H.; Montonna R.E.  
Studies in Filtration II, Fundamental Axiom of Constant-Pressure Filtration  
Industrial and Engineering Chemistry 25 (1933) 2, 153-161
- Ruth, B.F.  
Correlating Filtration Theory with Industrial Practice  
Industrial and Engineering Chemistry 38 (1946) 6, 564 - 571
- Schiele, B.  
Untersuchungen zur Filtration feindisperser Suspensionen und zur Strömung im  
dynamischen Druckfilter  
Dissertation, Universität Stuttgart (TH) (1979)
- Schweigler, N.M.  
Kuchenbildung und Entfeuchtung auf dem Scheibenfilter unter besonderer  
Berücksichtigung konstruktiver Aspekte  
Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (1991)
- Shirato, M.; Sambuichi, M.; Kato, H.; Aragaki, T.  
Internal Flow Mechanism in Filter Cakes  
American Institute of Chemical Engineering Journal 15 (1969) 3, 405-409
- Shirato, M.; Aragaki, T.  
Verification of Internal Flow Mechanism Theory of Cake Filtration  
Filtration & Separation (1972) 5/6, 290-297

- Shirato, M.; Murase, T.; Iritani, E.; Hayashi, N.  
Cake Filtration - A Technique for Evaluating Compression-Permeability Data at Low Compressive Pressure  
*Filtration & Separation* (1983) 9/10, 404-406
- Shirato, M.; Murase, T.; Iritani, E.; Nakatsuka, S.  
Filter Cake Dewatering by Formation of Bentonite Skin Layer on Cake Surface  
*Journal of Chemical Engineering of Japan* 18 (1985) 4, 372-376
- Shirato, M.; Murase, T.; Iwata, M.  
Deliquoring by Expression - Theory and Practice  
*Progress in Filtration and Separation* 4, Ed.: R J Wakeman,  
Elsevier, Amsterdam (1986), 181 - 288
- Smiles, D.E.  
Principles of Constant-Pressure Filtration  
*Encyclopedia of Fluid Mechanics* 5, Slurry Flow Technology  
Ed. by Cheremisinoff, Gulf Publ. Co., Houston (1985), 791-824
- Stahl, W.  
Verfahren zur Entfeuchtung eines Filterkuchens  
Patentschrift DE 41 23 144 C1, Deutsches Patentamt, München (1992)
- Sørensen, P.B.  
Unified Modeling of Filtration and Expression of Biological Sludge  
Dissertation, Aalborg University Denmark (1992)
- Sørensen, B.L.; Sørensen, P.B.  
Structure Compression in Cake Filtration  
*Journal of Environmental Engineering* 123 (1997) 4, 345-353
- Tarleton, E.S.; Wakeman R.J.  
Simulation, Modelling and Sizing of Pressure Filters  
*Filtration & Separation* (1994) 5/6, 393-397
- Terzaghi, K.; Peck, R.  
Soil Mechanics in Engineering Practice  
Springer Verlag, Berlin (1961)
- Theliander, H.; Fathi-Najafi, M.  
Simulation of the Build-up of the Filter Cake  
Proceedings of the Filtech Conference Karlsruhe, October 11 (1995), 127-137
- Tichy J.W.  
Autopress, a fully automated filterpress with GMP option  
*Advances in Filtration and Separation Technology* 11 (1997), ?? nachtragen
- Tiller, F.M.  
The Role of Porosity in Filtration: Numerical Methods for Constant Rate and Constant Pressure Filtration Based on Kozeny's Law  
*Chemical Engineering Progress* 49 (1953) 9, 467-479
- Tiller, F.M.  
The Role of Porosity in Filtration: V. Porosity Variation in Filter Cakes  
*American Institute of Chemical Engineering Journal* 8 (1962) 4, 595-601
- Tiller, F.M.; Shirato, M.  
The Role of Porosity in Filtration: VI. New Definition of Filtration Resistance  
*American Institute of Chemical Engineering Journal* 10 (1964) 1, 61-67



- Tiller, F.M.  
The Role of Porosity in Filtration: VII. Effect of Side-Wall Friction in Compression-Permeability Cells  
American Institute of Chemical Engineering Journal 18 (1972) 1, 13-20
- Tiller, F.M.; Lu, W.M.  
The Role of Porosity in Filtration VIII: Cake Nonuniformity in C-P-Cells  
American Institute of Chemical Engineering Journal 18 (1972) 3, 569-572
- Tiller, F.M.  
The Role of Porosity in Filtration: IX. Skin Effect with Highly Compressible Materials  
American Institute of Chemical Engineering Journal 19 (1973) 6, 1266-1269
- Tiller, F.M.  
What the Filter Man Should Know About Theory  
Filtration & Separation (1975) 7/8, 386-394
- Tiller, F.M.; Cheng, K.S.  
Delayed Cake Filtration  
Filtration & Separation (1977) 1/2, 13-18
- Tiller, F.M.; Crump, J.  
Solid-Liquid-Separation: An Overview  
Chemical Engineering Progress, 73 (1977) 10, 65-75
- Tiller, F.M.; Crump, J.; Ville F.  
Filtration Theory in its Historical Perspective, A Revised Approach with Surprises  
Second World Filtration Congress, London 1979
- Tiller, F.M.; Leu, W.F.  
Basic Data Fitting in Filtration  
Journal of the Chinese Institute of Chemical Engineers 11 (1980), 61-70
- Tiller, F.M.; Chow, R.; Weber, W.; Davies, O.  
Clogging Phenomena in the Filtration of Liquefied Coal  
Chemical Engineering Progress 77 (1981) 12, 61-68
- Tiller, F.M.  
Recent Advances of Compressible Cake Filtration Theory  
Mathematical Models and Design Methods in Solid-Liquid Separation, Ed.: Rushton, Nijhoff  
NATO ASI Series, Dordrecht NL (1985), 3-24
- Tiller, F.M.; Yeh, C.S.  
Introduction to Solid-Liquid Separation - Principles and Theoretical Aspects  
Advances in Solid-Liquid Separation. Ed. by HS Muralidhara, Battelle Press, Columbus, Richland, USA (1986), 1-36
- Tiller, F.M.; Yeh, C.S.  
The Role of Porosity in Solid-Liquid Separation  
Part XI: Filtration Followed by Expression at High Pressure  
American Institute of Chemical Engineering Journal 33 (1987), 1241-1256

- Tiller, F.M.; Yeh, C.S., Leu, W.F. (Tiller et al. 1987a)  
Compressibility of Particulate Structures in Relation to Thickening, Filtration, and Expression - A Review  
Separation Science and Technology, 22 (1987) 2/3, 1037-1063
- Tiller, F.M.; Yeh, C.S.; Tsai, C.; Chen, W. (Tiller et al. 1987b)  
Generalized Approach to Thickening, Filtration and Centrifugation  
Filtration & Separation, 23 (1987) 3/4, 121-126
- Tiller, F.M.  
Tutorial: Interpretation of Filtration Data, I  
Fluid/Particle Separation Journal, 3 (1990), 85-94
- Tiller, F.M.; Hsyung N.B. (Tiller und Hsyung 1993)  
Unifying the Theory of Thickening, Filtration and Centrifugation  
Water Science and Technology 28 (1993) 1, 1-9
- Tiller, F.M.; Lee, W.F.  
Cake Compactibility - a Rigorous Definition  
6th World Filtration Congress, Nagoya (1993), 148-153
- Tiller, F.M.  
Role of Porosity in Filtration XII: Filtration with Sedimentation  
American Institute of Chemical Engineering Journal 41 (1995) 5, 1153-1164
- Tiller, F.M.; Kwon, J.H.  
Role of Porosity in Filtration XIII: (Unexpected) Behavior of Highly Compactible Cakes  
American Institute of Chemical Engineering Journal 44 (1998) 10, 1259-1267
- Tiller, F.M.; Lu, R.; Kwon, J.H.; Lee, D.J.  
Variable Flow Rate in Compactible Filter Cakes  
Water Research 33 (1999) 1, 15-22
- VDI-Richtlinie 2762  
Filtrierbarkeit von Suspensionen: Bestimmung des Filterkuchenwiderstandes  
Verein Deutscher Ingenieure, Düsseldorf 1997
- Vorobjev, G.J.  
Praktische Berechnung und Optimierung des Filtrationsprozesses unter Berücksichtigung der Kompressibilität von Filterkuchen und Filterdiaphragmen  
Chemische Technik 22 (1992) 6, 212-215
- Vorobjev, G.J.; Anikeev, J.V.; Samolyotov, V.M.  
Dynamics of Filtration and Expression: New Methods for Combined Analysis and Calculation of the Processes with Due Account of the Cake Consolidation Dynamics and the Filter Medium Compressibility  
Chemical Engineering and Processing 32 (1993) 1, 45-51
- Wakeman, R.J.  
Numerical Integration of the Differential Equations Describing the Formation of and Flow in Compressible Filter Cakes  
Transactions of the Institution of Chemical Engineers 56 (1978), 258-265
- Wakeman, R.J.  
Theoretical Approaches to Thickening and Filtration  
Encyclopedia of Fluid Mechanics 5, Slurry Flow Technology  
Ed. by Cherimisnoff, Gulf Publ. Co., Houston (1985), 649-693

- Wakeman, R.J.; Thuraisingham, S.T.; Tarleton, E.S.  
Colloid Science in Solid-Liquid Separation Technology-Is it Important?  
Filtration & Separation 28 (1989) 4, 277-283
- Wakeman, R.J.; Tarleton, E.S.  
Modelling, Simulation and Process Design of the Filter Cycle  
Filtration & Separation 27 (1990) 6, 412-419
- Wakeman, R.J.; Tarleton, E.S.  
Filtration - Equipment Selection Modelling and Process Simulation  
First Edition  
Elsevier Advanced Technology (1999)
- Weigert, T.; Ripperger, S.  
Versuchsstand zur Untersuchung von Filtermittel für die Kuchenfiltration  
Chemie-Ingenieur-Technik 68 (1996) 11, 1473-1476
- Weigert, T.; Ripperger, S.  
Haftung von Filterkuchen an polymeren Filtermedien  
Chemie-Ingenieur-Technik 71 (1999) 9, 992-997
- Wells, S.A.  
Modeling and Analysis of Compressible Cake Filtration  
Dissertation, Cornell University Ithaca NY (1990)
- Wiedemann, T.  
Das Schrumpfungs- und Reißverhalten von Filterkuchen  
Dissertation, Universität Karlsruhe (TH) (1996)
- Willis, M.S.  
A Multiphase Theory of Filtration  
Progress in Filtration and Separation 3, Ed. by R J Wakeman, Elsevier,  
Amsterdam, 1983, 1-57
- Willis, M.S.; Collins, R.M.; Bridges, W.G.  
A Complete Analysis of Non-Parabolic Filtration Behaviour  
Chemical Engineering Research and Design 61 (1983) , 96-109
- Willis, M.S.; Tosun, I.; Collins, R.M.  
Filtration Mechanisms  
Chemical Engineering Research and Design 63 (1985), 175-183
- Yagishita, A.; Yagishita, K.; Fukuta, T.; Shiato, M.  
A Method for Curing Precoat Layer Cracking Problem  
5.World Filtration Congress, Nice (1990), France, 122-127
- Zogg, M.  
Filtration mit kompressiblem Kuchen  
Swiss Chemical Journal (1979) 5, 27-34
- Zogg, M.  
Einführung in die Mechanische Verfahrenstechnik  
B. G. Teubner, Stuttgart (1993)
- Zvetanov, E.; Dück, J.; Neeße T.  
Untersuchungen zur Porosität feinkörniger Filterkuchen  
Chemie Ingenieur Technik, 71 (1999) 8, 835-838

## A-1 Materialgesetze

### A-1.1 Materialgesetze für die Beispielsimulationen

Für die Beispielsimulationen wurden verschiedene fiktive Materialgesetze nach den Gleichungen (A1-1) bis (A1-4) vorgegeben, deren Parameter in Tabelle A1-1 zusammengefaßt sind.

Tabelle A1-1: Parameter der Materialgesetze "A", "B", "C", "I" und "K"

| Material                      | I         | A         | B         | C         | K         | R         |
|-------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| $p_0 / \text{Pa}$             | -         | $10^4$    | $10^4$    | $10^4$    | $10^4$    | $10^4$    |
| $\varepsilon_0 / -$           | 0,9       | 0,4       | 0,9       | 0,9       | 0,9       | 0,97      |
| $\beta / -$                   | 0         | 0,1       | 0,2       | 0,4       | 0,1       | 0,5       |
| $\alpha_0 / \text{m kg}^{-1}$ | $10^{12}$ | $10^{12}$ | $10^{12}$ | $10^{12}$ | $10^{12}$ | $10^{12}$ |
| $n / -$                       | 0         | 0,5       | 1,0       | 2,0       | 0,5       | 1,15      |
| $p_{\text{Krit}} / \text{Pa}$ | -         | -         | -         | -         | $10^5$    | -         |
| $F_\alpha$                    | -         | -         | -         | -         | 100       | -         |
| $F_\varepsilon$               | -         | -         | -         | -         | 0,4       | -         |

$$p_S \leq p_{\text{Krit}}: \quad \alpha = \alpha_0 \left(1 + \frac{p_S}{p_0}\right)^n \quad (\text{A1-1})$$

$$1 - \varepsilon = (1 - \varepsilon_0) \left(1 + \frac{p_S}{p_0}\right)^\beta \quad (\text{A1-2})$$

$$p_S \leq p_{\text{Krit}}: \quad \alpha = F_\alpha \alpha_0 \left(1 + \frac{p_S}{p_0}\right)^n \quad (\text{A1-3})$$

$$1 - \varepsilon = F_\varepsilon (1 - \varepsilon_0) \left(1 + \frac{p_S}{p_0}\right)^\beta \quad (\text{A1-4})$$

## A-1.2 Materialgesetze aus den C-P-Tests

Die Parameter in Tabelle A1-2 ergeben sich aus der Anpassung der Materialgesetze nach den Gleichungen (A1-5) bis (A1-12) an die experimentellen Daten aus Kapitel 6.1.

Tabelle A1-2: Parameter der Materialgesetze für verschiedene Stoffsysteme

| Parameter / Einheit                         | Kaolin               | Divergan             | Zellulose            | Ruß 1                |
|---|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| $p_{S,min} / \text{Pa}$                     | $3,52 \cdot 10^3$    | $1,56 \cdot 10^4$    | $2,11 \cdot 10^4$    | $1,77 \cdot 10^4$    |
| $p_{S,AB} / \text{Pa}$                      | -                    | $4,26 \cdot 10^5$    | $5,43 \cdot 10^5$    | $9,84 \cdot 10^4$    |
| $\alpha_0 / \text{m kg}^{-1}$               | $3,70 \cdot 10^{11}$ | $3,68 \cdot 10^{10}$ | $5,83 \cdot 10^{10}$ | $5,25 \cdot 10^{11}$ |
| $\varepsilon_0 / -$                         | 0,86                 | 0,93                 | 0,93                 | 0,98                 |
| $1 - \varepsilon_0 / -$                     | 0,14                 | 0,07                 | 0,07                 | 0,02                 |
| $n_A^* / -$                                 | 0,60                 | 0,59                 | 0,38                 | 2,42                 |
| $n_B^* / -$                                 | -                    | 2,08                 | 1,04                 | 0,64                 |
| $\gamma_A^* / -$                            | -0,085               | -0,073               | -0,078               | -0,075               |
| $\gamma_B^* / -$                            | -                    | -0,22                | -0,13                | -0,068               |
| $\beta_A^* / -$                             | 0,16                 | 0,33                 | 0,43                 | 0,95                 |
| $\beta_B^* / -$                             | -                    | 0,36                 | 0,21                 | 0,25                 |
| $a_A / \text{m kg}^{-1} \text{Pa}^{-n_A^*}$ | $2,80 \cdot 10^9$    | $2,08 \cdot 10^8$    | $1,30 \cdot 10^9$    | 26,2                 |
| $a_B / \text{m kg}^{-1} \text{Pa}^{-n_B^*}$ | -                    | 0,913                | $2,32 \cdot 10^5$    | $2,2 \cdot 10^{10}$  |
| $E_A / \text{Pa}^{-\gamma_A^*}$             | 1,72                 | 1,89                 | 2,02                 | 2,04                 |
| $E_B / \text{Pa}^{-\gamma_B^*}$             | -                    | 12,73                | 4,35                 | 1,88                 |
| $B_A / \text{Pa}^{-\beta_A^*}$              | $5,66 \cdot 10^{-2}$ | $4,22 \cdot 10^{-3}$ | $1,12 \cdot 10^{-3}$ | $3,16 \cdot 10^{-6}$ |
| $B_B / \text{Pa}^{-\beta_B^*}$              | -                    | $2,78 \cdot 10^{-3}$ | $1,85 \cdot 10^{-2}$ | $7,26 \cdot 10^{-3}$ |

$$p_S \leq p_{S,\min}: \quad \alpha = \alpha_0 \quad (\text{A1-5})$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \quad (\text{A1-6})$$

$$p_{S,\min} < p_S \leq p_{S,AB}: \quad \alpha = a_A p_S^{n_A^*} \quad (\text{A1-7})$$

$$\varepsilon = E_A p_S^{\gamma_A^*} \quad (\text{A1-8})$$

$$1 - \varepsilon = B_A p_S^{\beta_A^*} \quad (\text{A1-9})$$

$$p_{S,AB} < p_S: \quad \alpha = a_B p_S^{n_B^*} \quad (\text{A1-10})$$

$$\varepsilon = E_B p_S^{\gamma_B^*} \quad (\text{A1-11})$$

$$1 - \varepsilon = B_B p_S^{\beta_B^*} \quad (\text{A1-12})$$

## A-2 Berechnung der Integrale $I_\alpha$ nach Ruth für verschiedene Materialgesetze

Zur Beschreibung der Abhängigkeit des Filtratstromes  $q$  vom Filtrationsdruck  $\Delta p$  ist das Integral  $I_\alpha$  eine entscheidende Größe. Nach Ruth [1946] kann es für beliebige Materialfunktionen  $\alpha(p_S)$  wie folgt berechnet werden:

$$I_\alpha = \int_0^{\Delta p} \frac{dp_S}{\alpha(p_S)} \quad (\text{A2-1})$$

Falls Haufwerksstrukturen beim Überschreiten eines kritischen Druckes  $p_{S,krit}$  kollabieren, dann wird dadurch ein plötzlicher Anstieg des Widerstandes verursacht, der im Materialgesetz durch die Multiplikation mit einem Faktor  $F_\alpha$  dargestellt werden kann. Dabei gelten folgende Bedingungen:

$$p_S \leq p_{S,krit} \quad F_\alpha = 1 \quad (\text{A2-2})$$

$$p_S > p_{S,krit} \quad F_\alpha \geq 1 \quad (\text{A2-3})$$

Bei der Berechnung der Integrale  $I_\alpha(\Delta p)$  sind danach die folgenden Bedingungen zu beachten:

$$\Delta p \leq p_{S,krit} \quad F_\alpha = 1 \quad (\text{A2-4})$$

$$\Delta p > p_{S,krit} \quad F_\alpha \geq 1 \quad (\text{A2-5})$$

Im folgenden soll die Integralgleichung (A2-1) für die beiden gebräuchlichsten Materialgesetze unter Beachtung der Bedingungen (A2-2) bis (A2-5) gelöst werden.

## A-2.1 Für Materialgesetze nach Gleichung (2-17)

Haufwerke, deren Kompressionsverhalten nach Gleichung (2-17) beschrieben werden kann, gelten bis zum Erreichen eines Grenzdruckes  $p_{S,\min}$  als inkompressibel. Es kann davon ausgegangen werden, daß die Haufwerksstruktur bei Drücken, die unter dem Grenzdruck liegen, noch nicht kollabiert. Demnach soll der kritische Druck  $p_{S,\text{krit}}$  über dem Grenzdruck  $p_{S,\min}$  liegen.

$$0 < p_S < p_{S,\min} \quad \alpha(p_S) = a p_{S,\min}^{n^*} \quad (\text{A2-6})$$

$$p_S > p_{S,\min} \quad \alpha(p_S) = F_\alpha a p_S^{n^*} \quad (\text{A2-7})$$

Damit ergeben sich folgende Integrale  $I_\alpha$ :

$$0 < \Delta p < p_{S,\min} \quad I_\alpha(\Delta p) = \frac{\Delta p}{a p_{S,\min}^{n^*}} \quad (\text{A2-8})$$

$$\Delta p > p_{S,\min}; n \neq 1 \quad I_\alpha(\Delta p) = \frac{\Delta p^{1-n^*} + (F_\alpha - 1) p_{S,\text{krit}}^{1-n^*} - F_\alpha n^* p_{S,\min}^{1-n^*}}{a (1-n^*) F} \quad (\text{A2-9})$$

$$\Delta p > p_{S,\min}; n = 1 \quad I_\alpha(\Delta p) = \frac{\ln\left(\frac{\Delta p}{p_{S,\text{krit}}}\right) + F_\alpha \left(1 + \ln\left(\frac{p_{S,\text{krit}}}{p_{S,\min}}\right)\right)}{a F} \quad (\text{A2-10})$$

## A-2.2 Für Materialgesetze nach Gleichung (2-19)

In diesem Materialgesetz tritt kein Grenzdruck auf, das kompressible Verhalten setzt schon bei kleinsten Drücken ein.

$$\alpha(p_S) = \alpha_0 \left(1 + \frac{p_S}{p_{S,0}}\right)^n \quad (\text{A2-11})$$

Die Integrale  $I_\alpha$  stellen sich damit wie folgt dar:

$$n \neq 1 \quad I_\alpha(\Delta p) = \frac{p_{S,0}}{\alpha_0 (1-n)} \left( \frac{1}{F_\alpha} \left(1 + \frac{p_S}{p_{S,0}}\right)^{1-n} + \left(1 - \frac{1}{F_\alpha}\right) \left(1 + \frac{p_{S,\text{krit}}}{p_{S,0}}\right)^{1-n} - 1 \right) \quad (\text{A2-12})$$

$$n = 1 \quad I_\alpha(\Delta p) = \frac{p_{S,0}}{\alpha_0 F_\alpha} \left( \ln\left(1 + \frac{\Delta p}{p_{S,0}}\right) + (F_\alpha - 1) \ln\left(1 + \frac{p_{S,\text{krit}}}{p_{S,0}}\right) \right) \quad (\text{A2-13})$$





## **C. Alles      Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen**