

Schlussbericht vom 30.06.2024

zu IGF-Vorhaben Nr. 01IF21688N (vormals: 21688N)

Thema

Systematisierung, Beschreibung und Bewertung von Imperfektionen bei der Durchströmungswäsche von Filterkuchen

Berichtszeitraum

01.06.2021 bis 30.06.2024

Forschungsvereinigung

Forschungs-Gesellschaft Verfahrens-Technik e.V. – GVT

Forschungseinrichtung(en)

Hochschule Mannheim, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Der vorliegende Bericht wurde von Florian Sauer, Hendrik Henn und Bernhard Hoffner verfasst.

Inhaltsverzeichnis

I. Grundlagen und Organisation	1
1. Einleitung	2
1.1. Innovativer Beitrag und industrielle Anwendung	2
2. Theoretische Grundlagen	3
2.1. Kuchenbildende Filtration	3
2.2. Kuchenwäsche	5
2.3. Entfeuchtung von Filterkuchen	8
2.4. Modellierung der Durchströmungswäsche	9
3. Materialien und Methoden	11
3.1. Versuchsmaterialien	11
3.1.1. Feststoffe	11
3.1.2. Suspension	11
3.1.3. Filtermedien	12
3.2. Apparate	12
3.2.1. Vakuumnutsche	12
3.2.2. Flüssigkeitsverteiler	14
3.2.3. Labortaktbandfilter	15
3.3. Messmittel	17
3.4. Versuchsprozedur	18
3.4.1. Kuchenbildung	18
3.4.2. Durchströmungswäsche	19
3.4.3. Auswertung des Waschergebnisses	20
II. Forschungsergebnisse	23
4. Systematisierung und vorbereitende Maßnahmen	24
4.1. Auswahl des Stoffsystems	24
4.2. Bestimmung der Durchströmungswiderstände	26
4.3. Bildung einer Referenzwaschkurve	27
4.4. Festlegung der zu untersuchenden Imperfektionen	29

5. Kucheninhomogenitäten im Labormaßstab	31
5.1. Geometrische Imperfektionen	31
5.1.1. Methodenentwicklung zur Kuchenbildung	32
5.1.2. Charakterisierung der Kucheneigenschaften	35
5.1.3. Farbversuche	38
5.1.4. Waschergebnisse	40
5.2. Strukturelle Imperfektionen	43
5.2.1. Methodenentwicklung zur Kuchenbildung	43
5.2.2. Charakterisierung der Kucheneigenschaften	44
5.2.3. Waschergebnisse	47
5.3. Modellierung	49
5.3.1. Modellentwicklung	49
5.3.2. Randbedingungen	51
5.3.3. Modellparameter	52
5.3.4. Modellvalidierung	54
6. Waschflüssigkeitsaufgabe im Labormaßstab	61
6.1. Ungleichverteilung der Waschflüssigkeit	61
6.1.1. Methodenentwicklung	62
6.1.2. Charakterisierung der Flüssigkeitsverteilung	64
6.1.3. Waschergebnisse	68
6.2. Partielle Resuspendierung von Filterkuchen	72
6.2.1. Methodenentwicklung	74
6.2.2. Experimentelle Ermittlung des Rückvermischungsanteils	75
6.2.3. Darstellung als Resuspendierungskurve	77
6.2.4. Einfluss auf das Waschergebnis	81
6.2.5. Modellbildung	84
6.2.6. Parameterstudie	89
6.3. Änderung der Kuchengeometrie	97
6.3.1. Methodenentwicklung	98
6.3.2. Vergleich mit Überstandsanalytik	99
6.4. Bewertung weiterer Kontaminationsquellen	101
6.4.1. Rückdiffusion von Verunreinigungen	101
6.4.2. Apparateverunreinigungen	104

7. Untersuchungen zum Filtratablauf im Labormaßstab	108
7.1. Methodenentwicklung	108
7.2. Strömungssimulation	111
7.3. Waschergebnisse	112
8. Untersuchungen im Pilotmaßstab	114
8.1. Bestmögliche Versuchsdurchführung auf dem Taktbandfilter	114
8.2. Kucheninhomogenitäten	117
8.2.1. Prüfung der Übertragbarkeit	117
8.2.2. Praxisnahe Kucheninhomogenitäten	119
8.2.3. Theoretische Variantenstudie	126
8.3. Waschflüssigkeitsaufgabe	135
8.3.1. Kolbenmodell: Validierung im Pilotmaßstab	136
8.3.2. Bewertung von Aufgabesystemen	138
9. Handlungsempfehlungen für die Praxis	146
III. Zusammenfassung der Forschungsergebnisse	148
10. Wissenschaftliche Zusammenfassung	149
11. Organisatorische Zusammenfassung	152
11.1. Ergebnistransfer in die Wirtschaft	152
11.2. Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen für KMU	154
11.3. Realisierbarkeit des Transferkonzepts	155
11.4. Verwendung der Zuwendungen	155
11.5. Gegenüberstellung der Ergebnisse mit den Zielsetzungen des Forschungsantrags .	157
11.6. Begründung der Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit . . .	158
11.7. Übersicht veröffentlichter Arbeiten	158
Literaturverzeichnis	i
Anhang	iv
A.1. Projektplan	v
A.2. Fehlerrechnung und Annahmen	vi

Symbolverzeichnis

Latein

Symbol	Bedeutung	Einheit
A	Filterfläche	m^2
a	Volumenspezifische Stoffübergangsfläche	m^{-1}
Bo	Bodenstein-Zahl	–
b	Breite	m
c	Konzentration	mol m^{-3}
c_V	Feststoffvolumenanteil	–
D	Dispersionstensor	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
D_L	Longitudinaler Dispersionskoeffizient	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
D_m	Molekularer Diffusionskoeffizient	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
D_T	Transversaler Dispersionskoeffizient	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
d	Durchmesser	m
f	Anteil nicht-durchströmter Poren	–
h	Höhe	m
i, n	Ganzzahlige Indexvariablen	–
K, m	Anpassungsparameter	–
k	Stoffübergangskoeffizient	m s^{-1}
M	Molare Masse	kg mol^{-1}
M_f	Maldistributionsfaktor	–
m	Masse	kg
n	Stoffmenge	mol
Pe_m	diffusive Péclet-Zahl	–
Pe_L	dispersive Péclet-Zahl	–
p	Druck	Pa
p_c	Kapillardruck	Pa
R	Rotationsmatrix	–
R_c	Filterkuchenwiderstand	m^{-1}
R_m	Filtermittelwiderstand	m^{-1}
r_c	Spezifischer Kuchenwiderstand	m^{-2}
S	Sättigung	–
T	Senk- und Quellenterm	$\text{mol m}^{-3} \text{s}^{-1}$

Symbol	Bedeutung	Einheit
t	Zeit	s
u	Geschwindigkeit der Waschflüssigkeitsaufgabe	m s^{-1}
V	Volumen	m^3
v	Durchströmungsgeschwindigkeit	m s^{-1}
W	Waschverhältnis	–
X	Restanteil	–
x_{12}	Sauterdurchmesser	m
x, y, z	Koordinaten	m

Griechisch

Symbol	Bedeutung	Einheit
α	Neigungswinkel der Nutsche	rad
β	Neigungswinkel der Kuchenoberfläche	rad
ε	Porosität	–
η_l	Filtratviskosität	Pa s
κ	Konzentrationsparameter	–
ξ	Dimensionslose Ortskoordinate	–
ρ	Dichte	kg m^{-3}
τ_w	Verweilzeit	s
φ	Rückvermischungsanteil	–

Häufig verwendete Indices

Index	Bedeutung
0	Anfangswert
c	Filterkuchen
dos	Dosage
e	Eintritt
eqm	Gleichgewicht
flow	durchströmt
f	Filtrat
ges	Gesamt

Index	Bedeutung
Inlet	Eingang
l	Flüssigkeit
leer	Leerzustand
max	maximal
min	minimal
Outlet	Ausgang
P	Partikel
rem	remanent
res	resuspendiert
s	Feststoff
sup	Überstand
Sus	Suspension
stag	nicht-durchströmt
W	Waschflüssigkeit
ε	Poren

Teil I.

Grundlagen und Organisation

1. Einleitung

Die Durchströmungswäsche von Filterkuchen ist eine etablierte, kostengünstige Methode, um gelöste Verunreinigungen oder Wertstoffe von einem Filterkuchen zu trennen. Dabei wird der Filterkuchen von Waschflüssigkeit durchströmt, die die Mutterflüssigkeit verdrängt. Dieses Ziel soll zuverlässig und mit möglichst geringem Aufwand (Waschflüssigkeit, Waschzeit, Filterfläche) erreicht werden.

Auslegung und Betrieb einer Durchströmungswäsche basieren i.d.R. auf wohldefinierten Laborversuchen (wohldefinierte Geometrie, Kuchenhomogenität, Ausrichtung, Waschflüssigkeitsaufgabe, Filtratablauf, usw.). Im realen Prozess werden diese Annahmen jedoch nur unzureichend erfüllt. Unklar ist, ob und in welchem Ausmaß diese Imperfektionen den Verlauf der Durchströmungswäsche beeinflussen und wie sich diese Abweichungen auf Design, Auslegung und Betrieb auswirken.

1.1. Innovativer Beitrag und industrielle Anwendung

Die angestrebten Forschungsergebnisse stärken die Wettbewerbsfähigkeit von KMU auf der Herstellerseite wie auch auf der Betreiberseite:

Die FK-Wäsche wird nahezu auf allen (dis-)kontinuierlichen Vakuum- und Druckfiltern wie auch auf Pressfiltern durchgeführt. Aufgrund der Vielfalt an Trennaufgaben, Produktdurchsätzen, apparativen Lösungen, Verfahrenszielen und Wirtschaftszweigen ist dieses Arbeitsgebiet stark von KMUs geprägt, die als Planer, Komponentenlieferant, Entwickler, Hersteller, Anwender, Betreiber, usw. entlang der gesamten Wertschöpfungskette sowohl im Bereich des Maschinen-/Anlagenbaus als auch in der Anwendung der FK-Wäsche tätig sind.

Im Bereich der Kuchenfiltration und FK-Wäsche erfahren deutsche KMU eine wachsende Konkurrenz im internationalen Markt durch Schwellenländer. Auch die dortige Möglichkeit des Nachbaus und von Eigenentwicklungen nimmt zu, was die Marktsituation nachteilig verändert. Mit den Forschungsergebnissen dieses Projekts werden den KMU Ansätze und Vorgehensweisen gepaart mit experimentellen und theoretischen Ergebnissen an die Hand gegeben, die ihnen einen schnelleren Marktzugang ermöglichen. Durch die Vermeidung bzw. Abmilderung von Imperfektionen bei der FK-Wäsche können das Filterdesign und der Filterbetrieb besser, schneller und sicherer ausgelegt werden. Es ergibt sich die Möglichkeit, nicht nur die Marktstellung zu behaupten, sondern zu verstärken und ggf. neue Marktanwendungen zu erschließen.

2. Theoretische Grundlagen

Das folgende Kapitel vermittelt die theoretischen Grundlagen, die zum Verständnis der erarbeiteten Forschungsergebnisse erforderlich sind. Weitere Informationen zu den jeweiligen Fachgebieten können der einschlägigen Literatur entnommen werden, die im Literaturverzeichnis aufgeführt ist.

2.1. Kuchenbildende Filtration

Die kuchenbildende Fest-Flüssig-Filtration beschreibt ein Verfahren der mechanischen Verfahrenstechnik zur Trennung disperser Feststoffe aus Suspensionen. Die kuchenbildende Filtration wird im industriellen Maßstab entweder diskontinuierlich, kontinuierlich oder quasi-kontinuierlich durchgeführt. Der Feststoff wird dabei unter der Wirkung einer treibenden Druckdifferenz an einem Filtermedium abgeschieden. Die sequentiell ablaufenden Vorgänge der kuchenbildenden Filtration sind schematisch in Abbildung 2.1 dargestellt.

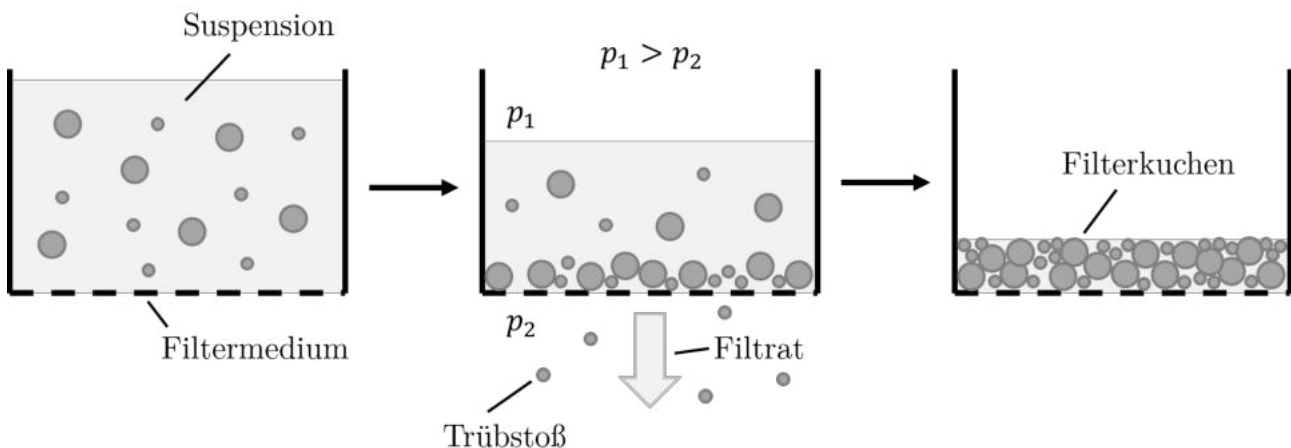


Abb. 2.1.: Sequentiell ablaufende Vorgänge bei der kuchenbildenden Fest-Flüssig-Filtration

Zu Beginn des Filtrationsprozesses liegt die Suspension (in Flüssigkeit dispergierter Feststoff) im Filtrationsapparat vor. Das Verhältnis von Feststoff- zu Suspensionsvolumen wird mit dem Feststoffvolumenanteil beschrieben.

$$c_V = \frac{V_s}{V_{\text{Sus}}} = \frac{V_s}{V_s + V_l} \quad (2.1)$$

Durch die Wirkung einer treibenden Druckdifferenz strömt die Flüssigkeit durch das Filtermedium. Die unter dem Filtermedium austretende Flüssigkeit wird als Filtrat bezeichnet. Während

der Filtration werden die Feststoffpartikel am Filtermedium zurückgehalten. Nach dem Durchbruch feiner Partikel zu Beginn der Filtration (sog. Trübstoß) bilden sich Feststoffbrücken auf dem Filtermedium aus, welche weitere Feststoffpartikel zurückhalten. Mit fortschreitender Filtration bildet sich dadurch ein poröses Haufwerk auf dem Filtermedium aus, der sogenannte Filterkuchen. Die Bildung des Filterkuchens ist abgeschlossen, sobald die Suspensionsflüssigkeit vollständig in den Filterkuchen eingedrungen ist und die Poren des Filterkuchens vollständig mit Flüssigkeit (sog. Mutterlösung) gefüllt sind.

Der Volumenanteil, mit welchem die Poren des Filterkuchens mit Flüssigkeit gefüllt sind, wird durch die Sättigung S beschrieben.

$$S = \frac{V_l}{V_\varepsilon} \quad (2.2)$$

Der gebildete Filterkuchen besitzt strukturelle Eigenschaften, die von verschiedenen Material- sowie Prozessparametern abhängen. Die Porosität des Filterkuchens beschreibt den Anteil des Hohlraumvolumens (Porenvolumen) am gesamten Kuchenvolumen.

$$\varepsilon = \frac{V_\varepsilon}{V_c} = 1 - \frac{V_s}{V_c} \quad (2.3)$$

Abhängig von den strukturellen Eigenschaften besitzt der Filterkuchen einen Durchströmungswiderstand, der zu einem Druckverlust bei der Durchströmung mit einem Fluid führt. Dieser kann mit der Darcy-Gleichung [7] beschrieben werden.

$$\Delta p = (r_c \cdot h_c(t) + R_m) \cdot \frac{\eta_l}{A} \cdot \frac{dV_f(t)}{dt} \quad (2.4)$$

Durch die Integration der Darcy-Gleichung über der Zeit kann die Kuchenbildung unter Annahme einer konstanten Druckdifferenz durch die Kuchenbildungsgleichung beschrieben werden.

$$\frac{t}{h_c} = \frac{r_c \cdot \eta_l}{2 \cdot \kappa \cdot \Delta p} \cdot h_c + \frac{R_m \cdot \eta_l}{\kappa \cdot \Delta p} \quad (2.5)$$

Dabei beschreibt r_c den höhenspezifischen Widerstand des Filterkuchens und R_m den Widerstand des Filtermediums. Der höhenspezifische Kuchenwiderstand hängt neben dem Stoffsystem von prozessspezifischen Parametern ab und kann durch experimentelle Untersuchungen im Labormaßstab ermittelt werden. Die experimentelle Prozedur zur Ermittlung und Auswertung von Filterkuchenwiderständen wird in der VDI-Richtlinie 2762 Blatt 2 [28] vorgestellt. Die in diesem Bericht angegebenen spezifischen Kuchenwiderstände r_c basieren auf der Messung der Kuchenhöhe sowie der Kuchenbildungszeit (t/h -Methode).

2.2. Kuchenwäsche

Die Kuchenwäsche (auch Filterkuchenwäsche) wird im Anschluss an die kuchenbildende Filtration und eine optionale Vorentfeuchtung des Filterkuchens durchgeführt. Ziel der Kuchenwäsche ist die Entfernung gelöster Substanzen aus den Poren des Filterkuchens zur Verbesserung der Produktqualität. Die gelösten Substanzen können dabei entweder Verunreinigungen oder Wertstoffe sein, die zur Aufbereitung in weiteren Prozessschritten möglichst vollständig aus dem Filterkuchen entfernt werden sollen.

Das Waschergebnis wird dabei mit dem Restanteil X und dem Waschverhältnis W beschrieben. Der Restanteil X beschreibt den Anteil der Verunreinigungen bzw. Wertstoffe, die nach der Wäsche im Filterkuchen verbleiben. Dazu wird die Stoffmenge n dieser Substanzen auf die ursprünglich im Kuchen enthaltene Stoffmenge n_0 vor der Wäsche bezogen. Für den Restanteil X folgt damit die Definition nach Gl. 2.6.

$$X = \frac{n}{n_0} \quad (2.6)$$

Sofern das Volumen der Porenflüssigkeit während der Wäsche konstant bleibt, kann der Restanteil X durch das Verhältnis der entsprechenden Konzentrationen nach Gl. 2.7 beschrieben werden.

$$X = \frac{c}{c_0} \quad (2.7)$$

Zur Berücksichtigung einer möglichen Vorverunreinigung der Waschflüssigkeit c_W (vor dem Kontakt mit dem Filterkuchen) wird häufig der normierte Restanteil X^* nach Gl. 2.8 verwendet.

$$X^* = \frac{c - c_W}{c_0 - c_W} \quad (2.8)$$

Das Waschverhältnis W beschreibt das verwendete Waschflüssigkeitsvolumen V_W bezogen auf das Porenvolumen des Filterkuchens V_ε nach Gl. 2.9. Das Porenvolumen V_ε kann mit dem Kuchenvolumen V_c und dessen Porosität ε berechnet werden.

$$W = \frac{V_W}{V_\varepsilon} = \frac{V_W}{V_c \cdot \varepsilon} = \frac{\dot{V}_W \cdot t_W}{V_c \cdot \varepsilon} \quad (2.9)$$

Für die Kuchenwäsche werden im industriellen Umfeld verschiedene Waschverfahren eingesetzt. Die wichtigsten Verfahren sind in Abbildung 2.2 dargestellt.

Bei der Verdünnungswäsche (auch Anmaischwäsche) wird der Filterkuchen vollständig in Waschflüssigkeit resuspendiert, wodurch die Kuchenstruktur zerstört und die Porenflüssigkeit mit

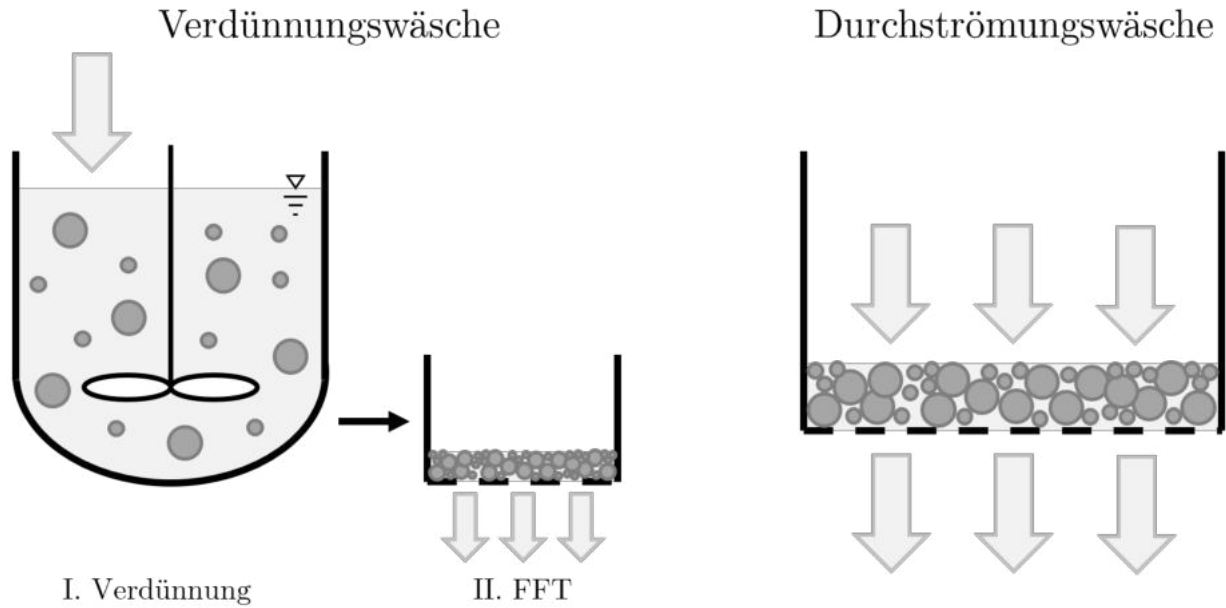


Abb. 2.2.: Schematische Darstellung der Verdünnungswäsche und der Durchströmungswäsche von Filterkuchen

der Waschflüssigkeit verdünnt wird. In einem folgenden Trennschritt (z. B. Filtration) wird die Flüssigkeit erneut vom Feststoff getrennt. Diese Kombination aus Verdünnung und Fest-Flüssig-Trennung kann mehrstufig durchgeführt werden, bis ein spezifiziertes Waschergebnis erreicht ist. Das Waschergebnis einer mehrstufigen Verdünnungswäsche im Kreuzstrom (frische Waschflüssigkeit in jeder Stufe) kann in Abhängigkeit der Stufenanzahl i und der Sättigung des zwischenentfeuchteten Filterkuchens S nach Gl. 2.10 berechnet werden (Annahme: $c_W = 0$) [27, 32].

$$X = \left(\frac{1}{1 + \frac{W}{iS}} \right)^i \quad (2.10)$$

Gegenüber der Verdünnungswäsche erfordert die Durchströmungswäsche einen wesentlich reduzierten apparativen Aufwand, da die Wäsche direkt auf dem Trennapparat durchgeführt wird. Bei der Durchströmungswäsche (auch Verdrängungswäsche oder Filterkuchenwäsche) wird der Filterkuchen nach Abschluss der Kuchenbildung mit einer Waschflüssigkeit durchströmt. Dabei wird die Porenflüssigkeit durch die Waschflüssigkeit verdrängt. Die Waschflüssigkeit wird üblicherweise über Düsen, Tropfplatten, Überlaufwehre oder ähnliche Flüssigkeitsverteiler auf die Kuchenoberfläche aufgegeben.

Das Ergebnis einer Filterkuchenwäsche wird mit einem Waschdiagramm dargestellt, in welchem der Restanteil X als Funktion des Waschverhältnisses W aufgetragen ist. Da sich die Waschergebnisse realer Waschprozesse meist über mehrere Größenordnungen hinsichtlich des Restanteils X erstrecken, wird das Waschdiagramm in halblogarithmischer Darstellung aufgetragen. Abbildung 2.3 zeigt typische Waschkurven für die einstufige Verdünnungs- und Durchströmungswäsche im Vergleich zur idealen Verdrängung der Porenflüssigkeit.

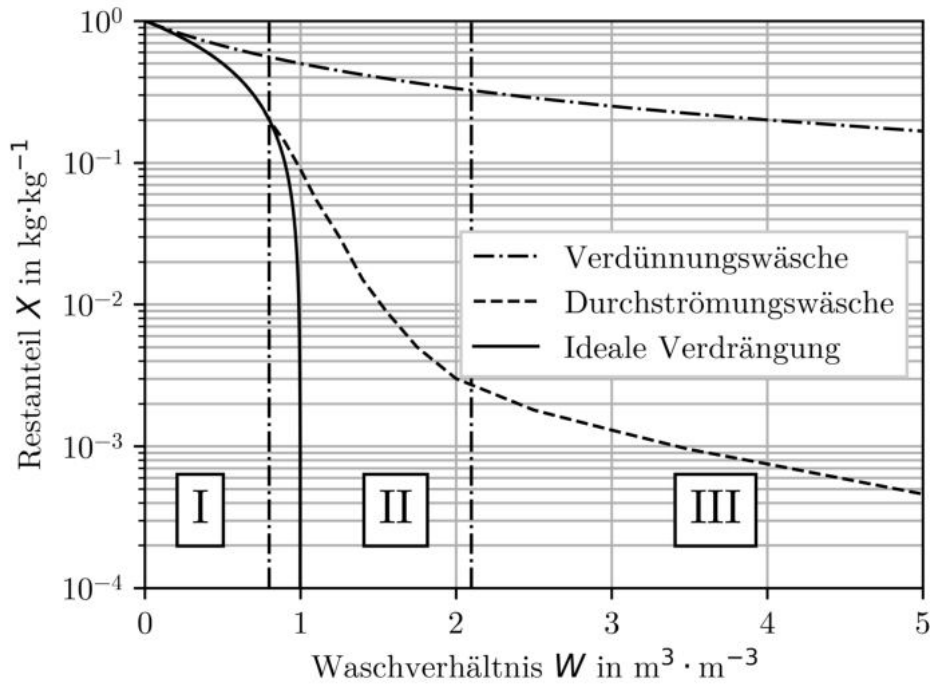


Abb. 2.3.: Typische Waschkurven für Verdünnungs- und Durchströmungswaschprozesse gesättigter Filterkuchen im Vergleich zur idealen Verdrängung der Porenflüssigkeit

Der in Abbildung 2.3 dargestellte Verlauf der Verdünnungswäsche gilt für eine Stufenanzahl $i = 1$ und einen vollständig gesättigten Kuchen ($S = 1$) nach Gl. 2.10.

Die ideale Verdrängung beschreibt den Idealfall der Durchströmungswäsche. Die Porenflüssigkeit wird dabei kolbenförmig durch die Waschflüssigkeit verdrängt. Theoretisch sinkt der Restanteil dadurch auf $X = 0$, sobald das Porenvolumen vollständig ersetzt wurde (d. h. bei $W = 1$). Die ideale Verdrängung wird mit Gl. 2.11 beschrieben.

$$X = 1 - W, \text{ für } W \leq 1 \quad (2.11)$$

Die Waschkurve der Durchströmungswäsche folgt zunächst dem Verlauf der idealen Verdrängung, bis sie sich erfahrungsgemäß bei einem Waschverhältnis $W \approx 0,8$ von dieser ablöst. Im

weiteren Verlauf fällt die Waschkurve bei Waschverhältnissen $0,8 < W < 2$ zunächst steil ab, bis sich ein flacher Verlauf bei hohen Waschverhältnissen einstellt.

Nach aktueller Lehrmeinung kann der Verlauf der Durchströmungswäsche i.d.R. durch drei verschiedene limitierende Transportmechanismen erklärt werden. Abhängig vom dominierenden Stofftransportmechanismus kann die Waschkurve in drei Bereiche (I – III) eingeteilt werden. Bereich I wird als Verdrängungsbereich bezeichnet, da die Waschergebnisse mit der idealen Verdrängung nach Gl. 2.11 beschrieben werden können.

Bereich II wird als Dispersionsbereich bezeichnet. In diesem Bereich wird das Waschergebnis durch Mischeffekte und Strömungsinhomogenitäten limitiert, die durch die Porenstruktur bedingt innerhalb des Filterkuchens auftreten. Das Waschergebnis kann in diesen Bereich mit Dispersionsmodellen beschrieben werden, die in der Literatur bereits von unterschiedlichen Autoren erläutert wurden [3, 8, 12, 14, 26, 30].

In Bereich III wird das Waschergebnis zeitlich durch die Diffusion von Verunreinigungen aus nicht durchströmbaren Bereichen des Filterkuchens oder Adsorptionseffekten limitiert. Auch dieser Bereich wurde bereits von verschiedenen Autoren beschrieben [14, 17, 26, 29].

Neben den genannten Stofftransportmechanismen können auch weitere Effekte dazu führen, dass der Verlauf der Waschkurve negativ beeinflusst wird und das Waschergebnis limitiert wird. Effekte, die im Zusammenhang mit der Kuchenwäsche im industriellen Maßstab auftreten und das Waschergebnis beeinflussen, werden nachfolgend als „Realeffekte“ bezeichnet. Dazu gehören z. B. geometrische und strukturelle Inhomogenitäten des Filterkuchens sowie auftretende Wechselwirkungen zwischen der Waschflüssigkeit und der Kuchenoberfläche. Der Einfluss dieser Realeffekte auf das Waschergebnis ist bisher unbekannt und soll in diesem Forschungsvorhaben untersucht werden. Die Ergebnisse experimenteller Untersuchungen werden in Teil II des Forschungsberichts vorgestellt.

2.3. Entfeuchtung von Filterkuchen

Eine mechanische Entfeuchtung verbessert das Ergebnis der Fest-Flüssig-Trennung. Im Folgenden wird ausschließlich die mechanische Entfeuchtung inkompressibler Filterkuchen durch einen Gasdifferenzdruck betrachtet. Die in Gl. 2.2 definierte Sättigung nimmt bei dieser Art der mechanischen Entfeuchtung mit zunehmender Entfeuchtungszeit ab, wie in Abb. 2.4b dargestellt. Während zu Beginn der Entfeuchtung zunächst die Poren mit den größten Porenradien entfeuchtet werden, wird die Kinetik mit abnehmendem Porenradius der noch gesättigt vorliegenden Poren langsamer [20] und der Kapillardruck des Filterkuchens nimmt zu [25]. Sobald

ein Kräftegleichgewicht zwischen Kapillardruck und anliegender Druckdifferenz erreicht wird ($p_c(S) = \Delta p$), bleibt die Sättigung des Filterkuchens konstant ($S = S_{\text{eqm}}$). Das Wertepaar $(\Delta p, S_{\text{eqm}})$ im Kräftegleichgewicht kann aus der statischen Kapillardruckkurve abgelesen werden (s. Abb. 2.4a).

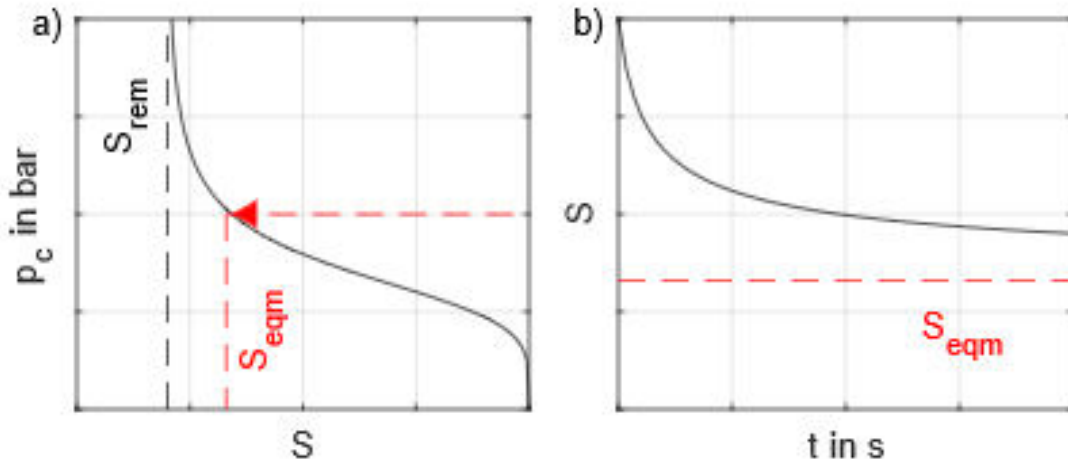


Abb. 2.4.: Gleichgewicht (a) und Kinetik bei konstanter Druckdifferenz (b) der mechanischen Entfeuchtung im Gasdifferenzdruckfeld.

2.4. Modellierung der Durchströmungswäsche

Der Stofftransport einer gelösten Substanz innerhalb von Filterkuchen kann unter Berücksichtigung des konvektiven und dispersiven Transportmechanismus mithilfe der Dispersionsgleichung allgemein beschrieben werden.

$$\varepsilon \frac{\partial c_{\text{flow}}}{\partial t} = -\nabla(\vec{v} c_{\text{flow}}) + \nabla(\varepsilon D \nabla c_{\text{flow}}) + \varepsilon T \quad (2.12)$$

Zur Beschreibung der stationären, inkompressiblen Fluidströmung innerhalb eines isotropen Filterkuchens wird der Massenerhaltungssatz (Kontinuitätsgleichung) und Impulserhaltungssatz (Darcy-Gleichung) angewendet, um den Vektor der Strömungsgeschwindigkeit $\vec{v}$ aus dem Druckfeld $p(x, y, z)$ im Inneren des Filterkuchens zu berechnen.

$$\begin{aligned} \nabla \vec{v} &= 0 \\ \vec{v} &= -\frac{1}{\eta r_c} \nabla p \end{aligned} \quad (2.13)$$

Mit dem Quellen- und Senkenterm T lassen sich weitere zeitliche Konzentrationsänderungen aufgrund chemischer Reaktionen, durch Sorptionsvorgänge oder auch anderer Stofftransportmechanismen, z. B. einen Stofftransport aus nicht-durchströmten in durchströmte Poren innerhalb des Filterkuchens, berücksichtigen. Zur Beschreibung des Diffusionsbereichs kann demnach z. B. der von Heuser [12] für die Waschung vorgeschlagene empirische Ansatz auf Basis des von Sprott et al. [26] vorgeschlagenen Zwei-Kammern-Modells verwendet werden:

$$T = \frac{f}{1-f} k a (c_{\text{stag}} - c_{\text{flow}}) \quad (2.14)$$

Die Gesamtstoffmenge innerhalb des Filterkuchens zum Zeitpunkt t folgt aus der Gesamtstoffmengenbilanz.

$$c_{\text{ges}} = (1-f) c_{\text{flow}} + f c_{\text{stag}} \quad (2.15)$$

Im Fall einer eindimensionalen Durchströmung eines homogenen, isotropen Filterkuchens in z -Richtung vereinfacht sich die Dispersionsgleichung zu:

$$\frac{\partial c_{\text{flow}}}{\partial t} = -v_z \frac{\partial c_{\text{flow}}}{\partial z} + \varepsilon D_{zz} \frac{\partial^2 c_{\text{flow}}}{\partial z^2} + T \quad (2.16)$$

Dabei entspricht die Komponente D_{zz} des Dispersionstensors $\mathbf{D}$ dem longitudinalen Dispersionskoeffizienten D_L . Durch Einführung der Bodensteinzahl

$$\text{Bo} = \frac{v_z h_c}{\varepsilon D_{zz}} \quad (2.17)$$

ergibt sich durch Überführung in eine dimensionslose Darstellung [14]:

$$\frac{\partial X_{\text{flow}}}{\partial W} = -\frac{\partial X_{\text{flow}}}{\partial \xi} + \frac{1}{\text{Bo}} \frac{\partial^2 X_{\text{flow}}}{\partial \xi^2} + \frac{f \tau_w k a}{1-f} (X_{\text{stag}} - X_{\text{flow}}) \quad (2.18)$$

3. Materialien und Methoden

3.1. Versuchsmaterialien

3.1.1. Feststoffe

Im Vorfeld zu den durchgeführten Untersuchungen werden mehrere Stoffsysteme ausgewählt und hinsichtlich ihrer Eignung für Filtrations- und Waschversuche untersucht. Eine Auflistung der untersuchten Stoffsysteme zeigt Tabelle 3.1.

Tabelle 3.1.: Übersicht über untersuchte Feststoffe.

Bezeichnung	Material	Hersteller
Juraperle 130	Calciumcarbonat	Omya AG/ Eduard Merkle GmbH & Co. KG
Edelkorund F220	Aluminiumoxid	Samore GmbH
SiLiBeads 0-50 μm	Glaskugeln	Sigmund Lindner GmbH
Quarzmehl M300	Quarzmehl	Euroquarz GmbH
Quarzmehl M10	Quarzmehl	Euroquarz GmbH
Quarzmehl M4	Quarzmehl	Euroquarz GmbH
Millisil W3	Quarzmehl	Quarzwerke GmbH
Arbocel BWB 40	Cellulose	JRS GmbH & Co. KG

Die Auswahl eines geeigneten Stoffsystems für Filtrations- und Waschversuche ist Bestandteil des ersten Arbeitspakets (s. Kapitel 4). Die Ermittlung der charakteristischen Größen sowie weitere Voruntersuchungen zur Kuchenbildung und -wäsche werden dort genauer erläutert.

3.1.2. Suspension

Für die Bildung von Filterkuchen wird vor jedem Versuch eine Suspension bestehend aus dem Feststoff und der Mutterlösung angesetzt. Die Mutterlösung wird zu Beginn eines Versuchstags vorbereitet. Die Mutterlösung enthält die aus dem Kuchen auszuwaschende Verunreinigung. Als Modellverunreinigung wird Natriumchlorid (Natriumchlorid, Reinheit $\geq 99\%$, Fa. Carl Roth) verwendet, welches mit einer angestrebten Massenkonzentration $c_0 = 80 \text{ g/l}$ in VE-Wasser gelöst wird. Das VE-Wasser wird dem Hochschulnetz entnommen und besitzt eine elektrolytische Leitfähigkeit $\kappa \leq 1 \text{ }\mu\text{S/cm}$. Die Leitfähigkeit wird durch eine Temperaturkompensation für eine Referenztemperatur $\vartheta = 25 \text{ }^\circ\text{C}$ angegeben. Die Konzentration der Mutterlösung wird ebenfalls durch eine Leitfähigkeitsmessung bestimmt und beträgt ca. $\kappa \approx 110 \text{ mS/cm}$. Zur Umrechnung

der elektrolytischen Leitfähigkeit κ in die Stoffmengenkonzentration c_0 wird eine Korrelationsgleichung nach Heuser [12] bzw. Hoffner [14] verwendet.

Die Suspension wird zur Vorbereitung des Filterkuchens mit einem konstanten Feststoffvolumenanteil angesetzt. Der üblicherweise verwendete Feststoffvolumenanteil beträgt $c_V = 0,33$, um Entmischungsvorgänge und damit eine strukturell inhomogene FK-Bildung zu minimieren.

3.1.3. Filtermedien

Die Auswahl eines geeigneten Filtermediums hängt vor Allem vom eingesetzten Feststoff ab. Die Auswahl eines Filtermediums ist somit ebenfalls Bestandteil von Arbeitspaket 1 und wird in Kapitel 4 genauer erläutert. Tabelle 3.2 zeigt eine Auflistung der untersuchten Filtermedien.

Tabelle 3.2.: Übersicht über untersuchte Filtermedien.

Bezeichnung	Hersteller	Material	Webart	Luftdurchlässigkeit in l/dm ² · min	Maschenweite in μm
SK054	Sefar AG	Polypropylen	Köper, kalandriert	180	k. A.
PP 2474	Markert	Polypropylen	Stapelfaser, thermofixiert	100	k. A.
PPM3511	Markert	Polypropylen	Monofil, kalandriert	120	30
PPM3127	Markert	Polypropylen	Monofil, kalandriert	250	50
PPM3133	Markert	Polypropylen	Monofil, kalandriert	500	85
PPM3155	Markert	Polypropylen	Monofil, thermofixiert, kalandriert	1200	40

3.2. Apparate

3.2.1. Vakuumnutsche

Die experimentellen Untersuchungen im Labormaßstab werden mit Vakuumnutschen durchgeführt. Der verwendete Versuchsstand ist in Abbildung 3.1 dargestellt.



Abb. 3.1.: Vakuumnutsche (rechts) für Filtrations- und Waschversuche und Dosierbehälter (links) zur Aufgabe der Waschflüssigkeit

Die Edelstahl-Labornutsche (Typ LN, Fa. BHS Sonthofen) besitzt einen Innendurchmesser $d = 8,5 \text{ cm}$ und eine Filterfläche $A = 56,74 \text{ cm}^2$. An der Unterseite des Kuchenbildungsringes ist eine Bodenplatte angebracht. Zum Zusammenbau der Nutsche werden zunächst ein Drainagegitter und ein Dichtungsring auf die Bodenplatte aufgelegt. Anschließend wird das Filtertuch mittig positioniert und die Bodenplatte wird mit Hilfe einer Klemmschelle am Kuchenbildungsring befestigt. Die Bodenplatte ist über einen Ablaufhahn mit einer Saugflasche verbunden, welche als Filtratauffangbehälter dient. Zur Erzeugung der Druckdifferenz ist diese mit einer Vakuumpumpe (Membranpumpe ME 2 NT, Fa. Vacuubrand) verbunden. Zwischen Vakuumpumpe und Saugflasche ist ein Nadelventil zur Einstellung der Druckdifferenz angebracht. Der anliegende Druck wird an einem Digitalmanometer (Digi-04, Fa. MessBo) abgelesen. Zur erleichterten optischen Beurteilung des Filtrationsprozesses ist eine Lampe am Versuchsstand angebracht. Zur Messung von Kuchenbildungs-, Wasch- und Entfeuchtungszeiten dient eine Stoppuhr mit Fußtaster (LSU 100, Fa. ELV).

Zur reproduzierbaren Waschflüssigkeitsaufgabe wird ein Druckbehälter verwendet (MDG2, Fa.

Walther Pilot), der an das Druckluftnetz der Hochschule Mannheim angeschlossen ist. Zu Beginn eines Versuchstags wird die Waschflüssigkeit in diesen Behälter eingefüllt. Die Dosierung erfolgt mit Hilfe eines Magnetventils, welches über einen Microcontroller (Arduino Uno Rev3) gesteuert wird. Zur Einstellung des Dosierdrucks ist ein Druckminderer am Behälter angebracht. Der eingestellte Dosierdruck wird an einem Digitalmanometer abgelesen. Für die Waschflüssigkeitsaufgabe werden verschiedene Flüssigkeitsverteiler verwendet, die im folgenden Abschnitt beschrieben werden.

3.2.2. Flüssigkeitsverteiler

Zur Verteilung der Waschflüssigkeit werden Flüssigkeitsverteiler mit verschiedenen Verteilungscharakteristiken verwendet. Die gewählten Flüssigkeitsverteiler orientieren sich an industriellen Anwendungen (z. B. Tropfplatte, Düsen, ...) und bilden damit eine Grundlage zur anwendungsnahen Durchführung von Waschversuchen. Abbildung 3.2 zeigt die verwendeten Flüssigkeitsverteiler.

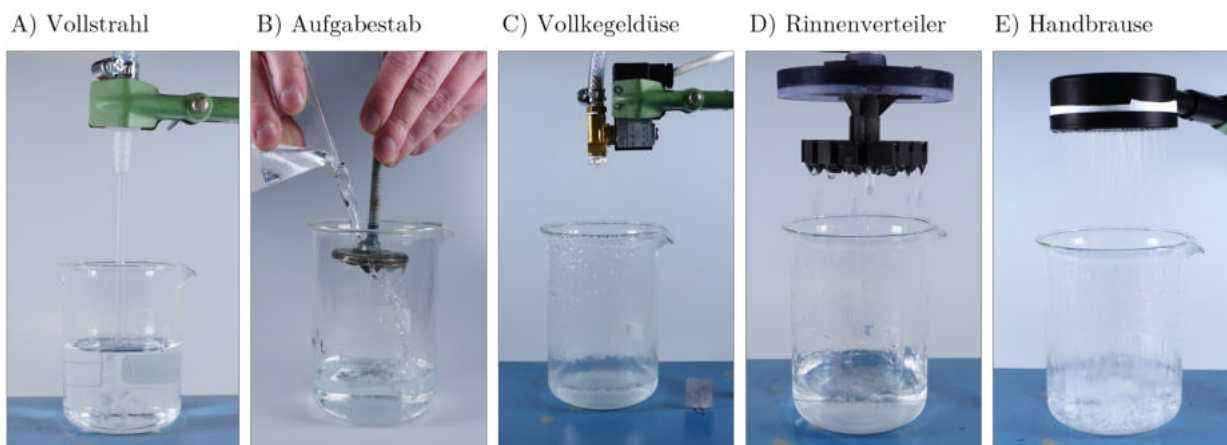


Abb. 3.2.: Verwendete Flüssigkeitsverteiler zur Aufgabe der Waschflüssigkeit

Für die Durchführung von Waschversuchen werden Flüssigkeitsverteiler über einen Gewebeschlauch mit dem Dosierbehälter verbunden. Beim Aufgabestab (mit Prallplatte) erfolgt die Waschflüssigkeitsaufgabe manuell mit einem Becherglas. Die Hersteller und Typenbezeichnungen der jeweiligen Flüssigkeitsverteiler sind nachfolgend aufgelistet:

- A) Vollstrahl: Rückschlagventil 00111398, Fa. Xavax
- B) Aufgabestab: Eigene Konstruktion, Werkstatt HS Mannheim
- C) Vollkegeldüse: SCHLICK-Mod.553 (Streukegel 45°), Fa. Schlick

- D) Rinnenverteiler: Eigene Konstruktion, 3D-Druck
- E) Handbrause: HD0001, Fa. KAISSA

Auf dem Taktbandfilter werden zusätzlich der vorinstallierte Tropfplattenverteiler (Fa. BHS, s. Abb. 3.3) sowie eine Flachstrahldüse (Typ 632.302.5E.CA, Fa. Lechler) untersucht.

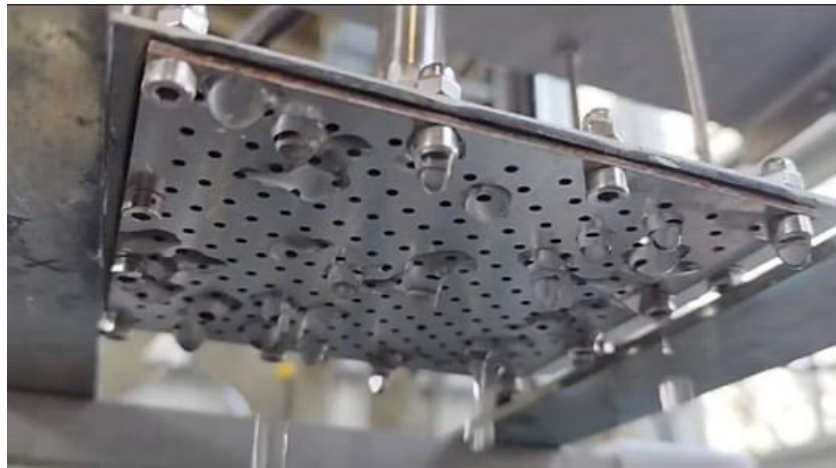


Abb. 3.3.: Tropfplatte zur Verteilung der Waschflüssigkeit auf dem Taktbandfilter (Ansicht von unten).

3.2.3. Labortaktbandfilter

Die experimentellen Untersuchungen im Pilotmaßstab werden auf einem Labortaktbandfilter durchgeführt (BF 010-010, Fa. BHS Sonthofen). Der verwendete Taktbandfilter ist in Abbildung 3.4 dargestellt.

Die wichtigsten Daten des verwendeten Apparates sind in Tabelle 3.3 aufgelistet.

Tabelle 3.3.: Wichtigste Daten des verwendeten Taktbandfilters

Hersteller	BHS Sonthofen
Filtertyp	BF 010-010
Filterfläche	0,1 m ²
Aktive Flächenbreite	0,1 m
Aktive Flächenlänge	1,0 m
Zonenanzahl	10

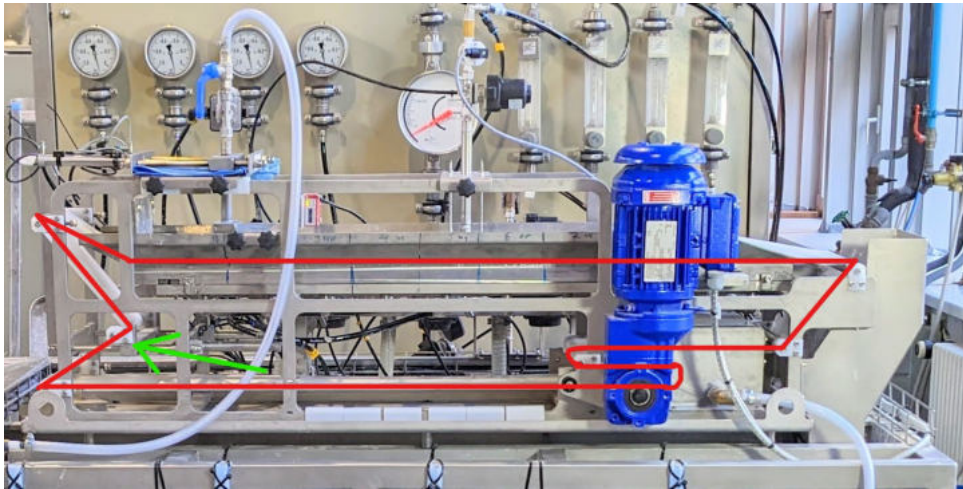


Abb. 3.4.: Labortaktbandfilter zur Durchführung von Waschversuchen im Pilotmaßstab (Bandführung rot eingezeichnet)

Der Taktbandfilter besteht aus insgesamt 10 Filtrationszonen, in denen Lochbleche zum Filtratablauf angebracht sind. Die Filtrationszonen sind über ein Filtratsammelrohr verbunden, durch welches das Filtrat in insgesamt 4 Filtratauffangbehältern gesammelt wird. Das Filterband wird taktweise über den Bandfilter bewegt, der Antrieb der Walzen erfolgt mit einem Elektromotor.

Zur Filtration wird die Suspension aus einem Vorlagebehälter mit Hilfe einer Peristaltikpumpe kontinuierlich auf die erste Zone des Bandfilters gepumpt. Der Suspensionsvolumenstrom wird manuell durch ein Bypassventil eingestellt und über eine punktuelle Messung der Kuchenhöhe gesteuert. Die für die durchgeführten Versuche verwendete Zoneneinteilung geht aus Tabelle 3.4 hervor.

Tabelle 3.4.: Zoneneinteilung des Taktbandfilters

Zone	Prozessschritt
1	Kuchenbildung
2	Kuchenbildung
3	Kuchenbildung/Vorentfeuchtung
4	Durchströmungswäsche
5	Probenahme
6	Nachentfeuchtung
7	Nachentfeuchtung
8	Nachentfeuchtung
9	Nachentfeuchtung
10	Blind

3.3. Messmittel

Zur Massenbestimmung wird die Präzisionswaage (ME4002TE/00, Fa. Mettler-Toledo) genutzt. Die Messung der elektrischen Leitfähigkeit von Flüssigkeiten wird mit einem Konduktometer (Conductometer 912, Fa. Metrohm) durchgeführt. Dabei stehen zwei verschiedene Messsonden zur Verfügung, die genaue Messungen im Bereich von $\kappa \leq 300 \mu\text{S}/\text{cm}$ (feine Sonde) und $\kappa \geq 300 \mu\text{S}/\text{cm}$ (grobe Sonde) ermöglichen.

Ab einer elektrischen Leitfähigkeit von $\kappa < 600 \mu\text{S}/\text{cm}$ wird zur Auswertung von Waschversuchen zusätzlich zur Leitfähigkeitsmessung eine ionenselektive Messung (Natriumionen, ISE-Messung) durchgeführt. Die ISE-Messung wird mit einem Gerät zur Messung der Redoxspannung (HandyLab 100, Fa. SI Analytics) und einer ionenselektiven Sonde (NA61, Fa. Xylem) durchgeführt. Für die Ermittlung der Filterkuchenhöhe wird ein Tiefenmessschieber verwendet. Für die Herstellung von Bauteilen wird ein SLA-3D-Drucker (Photon Mono X, Fa. Anycubic) sowie ein FDM-3D-Drucker (Kobra Max, Fa. Anycubic) verwendet. Zur Probenpräparation stehen ein Riffel- und ein Probenteiler sowie eine Zentrifuge (ROTOFIX 32 A, Fa. Hettich) zur Verfügung. Die Messung von Feststoffdichten erfolgt mit einem Gaspyknometer (AccuPyc 1330, Fa. Micromeritics).

Für die Messung von Kuchentopographien in hoher Auflösung wird ein Messsystem zur Inline-Höhenmessung per 2D-Laserlinientriangulation eingesetzt. Das verwendete Messsystem besteht aus einem 2D-Laserlinienscanner (scanCONTROL 2510-100/BL, Fa. Micro-Epsilon GmbH), der über die Kuchenoberfläche bewegt wird und diese abtastet. Die Kuchentopographie wird in zwei Dimensionen (linienförmig) durch den Sensor erfasst. Durch die Translation des Sensors oder Filterkuchens während der Messung kann dadurch eine 3D-Topographie erzeugt werden. In der Vakuumnutsche erfolgt die Translationsbewegung über einen Servomotor (MX-28AR, Fa. Dynamixel), an welchem der Sensor angebracht ist. Dieser wird während der Messung um 360° auf der Kuchenoberfläche gedreht. Für Untersuchungen auf dem Taktbandfilter wird der Filterkuchen durch die Bewegung des Filterbandes während des Bandtransports unter dem Sensor entlanggeführt.

Die Auswertung der Höhenmessung erfolgt mit LabVIEW, eine entsprechende DLL (LLT.dll) zur Implementierung des Sensors wird vom Hersteller zur Verfügung gestellt. Der verwendete Versuchsaufbau ist in Abbildung 3.5 gezeigt.

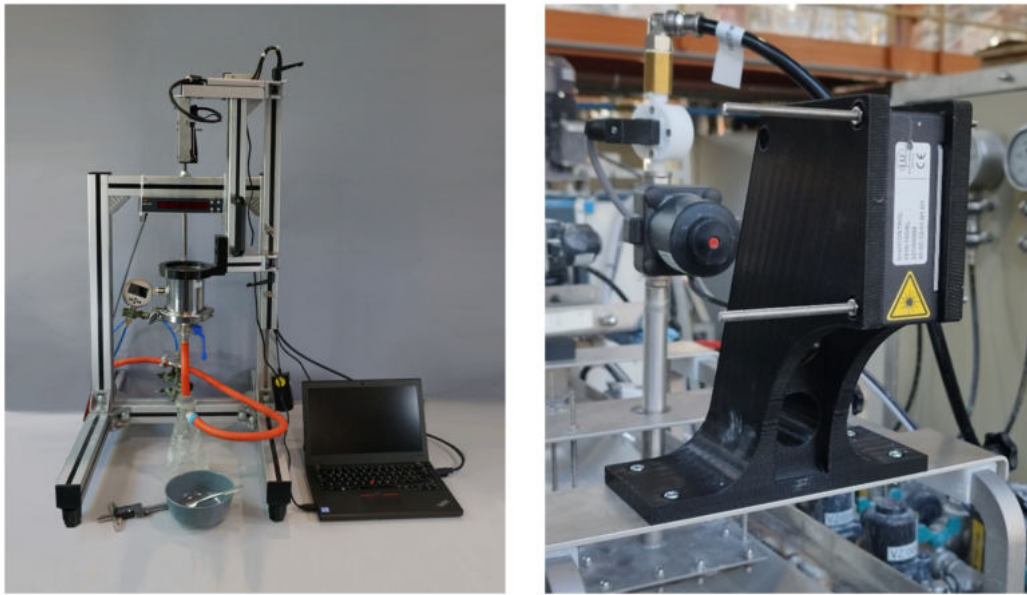


Abb. 3.5.: Versuchsaufbau zur Inline-Höhenmessung per 2D-Laserlinientriangulation auf der Vakuumnutsche (links) und dem Taktbandfilter (rechts).

3.4. Versuchsprozedur

In den folgenden Abschnitten wird die Versuchsprozedur zur Durchführung von Filtrations- und Waschversuchen auf Laborvakuumnutschen erläutert. Die beschriebene Prozedur beschreibt das Versuchsvorgehen, welches nach aktuellem Kenntnisstand der Forschungsstelle zum bestmöglichen Waschergebnis im Labormaßstab führt. Die resultierende Waschkurve der beschriebenen Prozedur dient somit als Referenzkurve zur späteren Bewertung des Einflusses von Imperfektionen. Abweichungen von diesem Versuchsvorgehen zur Untersuchung von Imperfektionen bei der Durchströmungswäsche werden im Ergebnisteil des Berichts erläutert.

3.4.1. Kuchenbildung

Zu Beginn eines Filtrations- und Waschversuchs wird eine Suspension aus dem Feststoff und der Mutterlösung vorbereitet. Zur Vermeidung von Entmischungseffekten wird ein konstanter Feststoffvolumenanteil $c_v = 0,33$ angestrebt. Feststoff und Mutterlösung werden in einem Schüttelbecher eingewogen. Die erforderliche Feststoffmasse orientiert sich an der angestrebten Kuchenhöhe und kann für eine runde Nutschegeometrie mit Gl. 3.1 abgeschätzt werden.

$$m_s \approx \frac{\pi}{4} \cdot d^2 \cdot h_c \cdot \rho_s \cdot (1 - \varepsilon) \quad (3.1)$$

Die erforderliche Masse der Waschflüssigkeit hängt vom angestrebten Waschverhältnis ab und kann mit Gl. 3.2 abgeschätzt werden. Die Waschflüssigkeit wird in einem Becherglas eingewogen.

$$m_W \approx \frac{\pi}{4} \cdot d^2 \cdot h_c \cdot \rho_W \cdot W \cdot \varepsilon \quad (3.2)$$

Die Leerhöhe der Nutsche wird mit einem Tiefenmessschieber an fünf Punkten des Nutschenbodens bis zur Nutschenoberkante ermittelt. Anschließend wird die Vakuumpumpe eingeschaltet und eine Druckdifferenz $\Delta p = 500$ mbar erzeugt. Sobald eine konstante Druckdifferenz anliegt, wird die Suspension durch kräftiges Schütteln des Schüttelbechers homogenisiert und anschließend schlagartig in die Nutsche eingefüllt.

Die Filtration wird durch Öffnen des Ablaufhahns gestartet, sobald der Nutschenboden vollständig mit Suspension bedeckt ist. Optional wird zeitgleich die Messung der Kuchenbildungszeit gestartet. Die Kuchenbildung ist abgeschlossen, sobald die Mutterlösung vollständig in die Kuchenoberfläche eingedrungen ist und der Filterkuchen gerade noch gesättigt vorliegt (optische Beurteilung der Kuchenoberfläche: halb matt/halb glänzend).

3.4.2. Durchströmungswäsche

Die Durchströmungswäsche beginnt nach Abschluss der Kuchenbildung und ggf. Reinigung der Nutschenwand von Suspensionsrückständen. Die Waschflüssigkeit wird mit Hilfe des Aufgabestabs auf die Kuchenoberfläche aufgegeben. Zu diesem Zeitpunkt wird die Messung der Waschzeit gestartet. Die Waschflüssigkeit wird auf die Prallplatte des Aufgabestabs aufzugeben, um die kinetische Energie der Waschflüssigkeit vor dem Aufprall auf die Kuchenoberfläche zu reduzieren.

Zu Beginn der Durchströmungswäsche wird die Waschflüssigkeit zunächst zügig aufgegeben, damit sich ein Waschflüssigkeitsüberstand auf dem Filterkuchen ausbildet. Dadurch wird eine homogene Verteilung der Waschflüssigkeit auf der Kuchenoberfläche garantiert. Sobald sich ein Überstand auf der Kuchenoberfläche gebildet hat, wird die weitere Waschflüssigkeit sukzessive in vielen kleinen Portionen aufgegeben („schluckweise“).

Die Durchströmungswäsche ist beendet, sobald die Waschflüssigkeit vollständig aufgegeben wurde und in den Filterkuchen eingedrungen ist. Sofern keine Nachentfeuchtung durchgeführt wird, wird die Druckdifferenz bei einer Sättigung von $S = 1$ durch Schließen des Ablaufhahns gebrochen.

Nach der Wäsche wird die Kuchenhöhe mit dem Tiefenmessschieber bis zur Nutschenoberkante gemessen. Die Messung erfolgt an den gleichen Punkten wie die Leerhöhenmessung. Die mittlere Kuchenhöhe $\bar{h}_c$ wird durch die Differenz der Mittelwerte der Leerhöhenmessung und der Messung der Kuchenoberfläche ermittelt. Abbildung 3.6 zeigt die Anordnung der Messstellen für die Höhenmessung.

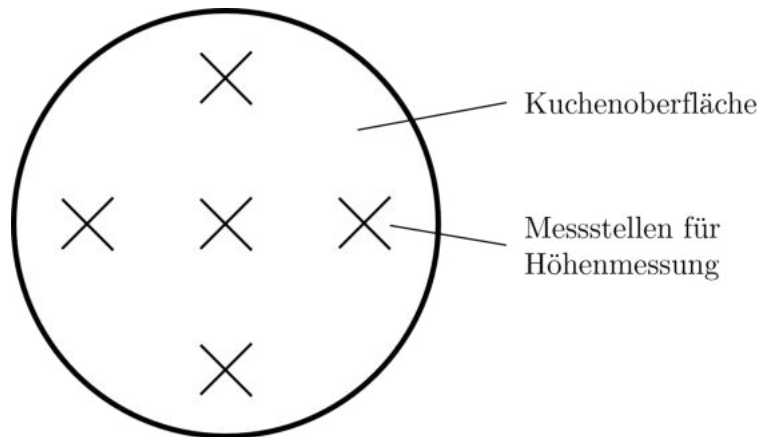


Abb. 3.6.: Messstellen zur Höhenmessung mit dem Tiefenmessschieber

Im Anschluss an die Höhenmessung wird der Filterkuchen aus der Nutsche entnommen, indem der Nutschenboden entfernt wird. Der Filterkuchen wird in einer Keramikschaale aufgefangen. Die Masse des feuchten Filterkuchens $m_{c,feucht}$ wird mit einer Waage ermittelt. Der Filterkuchen wird vor der Auswertung des Waschversuchs für 10 Stunden in einem Trockenschrank bei einer Temperatur $\vartheta = 105^\circ \text{ C}$ getrocknet.

3.4.3. Auswertung des Waschergebnisses

Zu Beginn der Auswertung wird die Trockemasse des Filterkuchens $m_{c,trocken}$ bestimmt. Für die Auswertung eines Waschversuchs wird der getrocknete Filterkuchen hinsichtlich der Stoffmenge der verbleibenden Verunreinigungen nach der Durchströmungswäsche analysiert. Zu diesem Zweck wird der getrocknete Filterkuchen nach der Bestimmung der Trockenmasse mit einer definierten Menge VE-Wasser angemaischt. Der Feststoff wird für mindestens 2 Minuten durch Rühren mit dem VE-Wasser gemischt, um eine vollständige Lösung der enthaltenen Restverunreinigung sicherzustellen. Anschließend wird die Flüssigkeit des angemaischten Filterkuchens nach einer kurzen Sedimentationszeit in ein Zentrifugenröhrchen zur Analyse überführt. Nach einer Zentrifugationszeit $t = 15 \text{ min}$ (Drehzahl $n = 4000 \text{ s}^{-1}$) wird die Konzentration der

angemaischten Flüssigkeit c_{Anmaisch} im klaren Überstand durch eine Leitfähigkeitsmessung bestimmt.

Mit den ermittelten Daten können die wichtigsten Parameter des Waschversuchs berechnet werden. Im Folgenden wird die Berechnung für die Kuchenporosität ε , die Sättigung S , den Restanteil X sowie das Waschverhältnis W basierend auf Messdaten erläutert.

Porosität

Für die Porosität ε gilt Gl. 3.3.

$$\varepsilon = 1 - \frac{V_s}{V_c} \quad (3.3)$$

Zur Ermittlung des Feststoffvolumens V_s wird die konduktometrisch ermittelte Salzmasse von der Masse des trockenen Filterkuchens abgezogen. Somit gilt Gl. 3.4 für das Feststoffvolumen:

$$V_s = \frac{m_s}{\rho_s} = \frac{m_{\text{c,trocken}} - c_{\text{Anmaisch}} \cdot V_{\text{Anmaisch}} \cdot M_{\text{NaCl}}}{\rho_s} \quad (3.4)$$

Das Kuchenvolumen V_c wird mit dem Nutschendurchmesser d_{Nutsche} und der mittleren Kuchenhöhe $\bar{h}_c$ nach Gl. 3.5 berechnet:

$$V_c = \frac{\pi}{4} \cdot d_{\text{Nutsche}}^2 \cdot \bar{h}_c \quad (3.5)$$

Sättigung

Die Sättigung des Filterkuchens wird nach Gl. 3.6 berechnet.

$$S = \frac{V_l}{V_\varepsilon} = \frac{m_{\text{c,feucht}} - m_{\text{c,trocken}}}{\rho_l \cdot V_c \cdot \varepsilon} \quad (3.6)$$

Restanteil

Der Restanteil X wird mit Gl. 3.7 bestimmt.

$$X = \frac{c_\varepsilon}{c_0} \quad (3.7)$$

Die Porenkonzentration c_ε folgt aus der gemessenen Konzentration des angemaischten Filterkuchens und dem Volumenverhältnis von Poren- und Flüssigkeitsvolumen nach Gl. 3.8:

$$c_\varepsilon = c_{\text{Anmaisch}} \cdot \frac{V_{\text{Anmaisch}}}{V_\varepsilon} \quad (3.8)$$

Waschverhältnis

Für die Berechnung des Waschverhältnisses W gilt Gl. 3.9.

$$W = \frac{V_W}{V_\varepsilon} = \frac{m_W}{\rho_l \cdot V_\varepsilon} \quad (3.9)$$

Teil II.

Forschungsergebnisse

4. Systematisierung und vorbereitende Maßnahmen

4.1. Auswahl des Stoffsystems

Vor der Untersuchung von Imperfektionen bei der Filterkuchenwäsche wird zunächst ein geeignetes Stoffsystem ausgewählt, mit welchem die Effekte sowohl im Labor- als auch im Pilotmaßstab reproduzierbar erzeugt werden können. In Absprache mit dem projektbegleitenden Ausschuss wurde vereinbart, die Untersuchungen zum verbesserten Erkenntnisgewinn auf ein Stoffsystem zu begrenzen (Kombination aus Feststoff und Filtertuch). An den verwendeten Feststoff werden folgende Anforderungen gestellt:

- a) Ungiftiger Stoff, kein Gefahrgut
- b) Inert, unlöslich in Mutter- und Waschflüssigkeit
- c) Nicht quellfähig
- d) Eignung für Farbversuche (möglichst guter Kontrast)
- e) Gute Eignung zur Kuchenbildung und -wäsche bei Kuchenhöhen ≤ 10 mm (geeignete Kuchenbildungs- und Waschzeiten, inkompressibler Kuchen)
- f) Angemessener Preis

Die in Tabelle 3.1 aufgelisteten Feststoffe werden nach genannten Anforderungen geprüft und für die Eignung zur Verwendung für experimentelle Untersuchungen beurteilt. Die folgende Matrix in Tabelle 4.1 gibt einen Überblick über die Eignung der jeweiligen Feststoffe.

Tabelle 4.1.: Bewertung der untersuchten Feststoffe hinsichtlich der definierten Anforderungen.

Bezeichnung	Material	a)	b)	c)	d)	e)	f)
Juraperle 130	Kalkstein	+	+	+	+	+	+
Edelkorund F220	Korund	+	+	+	+	+	-
SiLiBeads 0-50 μm	Glaskugeln	+	-	+	+	-	+
Quarzmehl M300	Quarzmehl	-	+	+	+	-	+
Quarzmehl M10	Quarzmehl	-	+	+	+	-	+
Quarzmehl M4	Quarzmehl	-	+	+	+	-	+
Millisil W3	Quarzmehl	-	+	+	+	-	+
Arbocel BWV 40	Cellulose	+	+	-	+	+	+

Aus der Bewertung der Feststoffe geht hervor, dass der Feststoff Juraperle 130 (gemahlener Kalkstein, Fa. Omya AG) alle Anforderungskriterien erfüllt. Dieser Feststoff wird daher für experimentelle Untersuchungen ausgewählt. Die Partikelgrößenverteilung des Feststoffs ist in Abbildung 4.1 dargestellt. Für Untersuchungen auf Vakuumnutschen wird eine Charge von 2021 verwendet, auf dem Taktbandfilter von 2022.

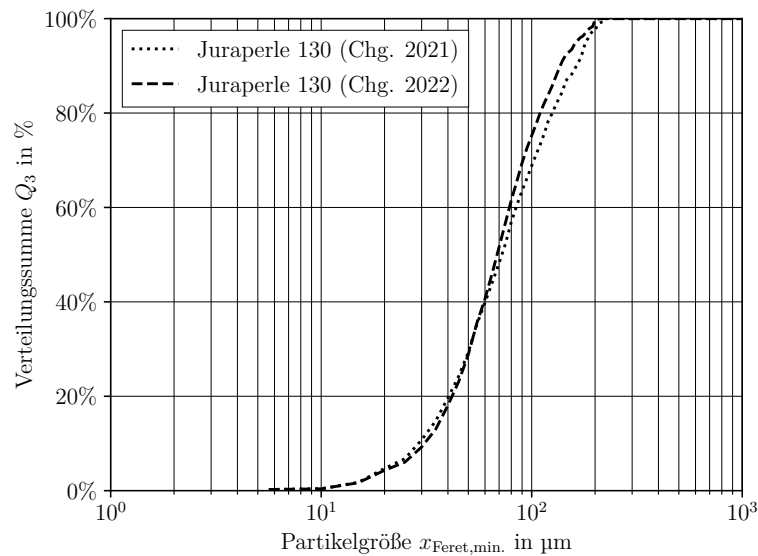


Abb. 4.1.: Summenverteilungen der verwendeten Feststoffchargen von Juraperle 130.

Die wichtigsten Kennzahlen der Summenverteilungen sind in Tabelle 4.2 aufgelistet.

Tabelle 4.2.: Wichtigste Kennzahlen der Partikelgrößensummenverteilungen von Juraperle 130.

Bezeichnung	$x_{16,3}$ in μm	$x_{50,3}$ in μm	$x_{84,3}$ in μm	x_{Sa} in μm
Juraperle 130 (Chg. 2021)	37,06	75,22	154,64	53
Juraperle 130 (Chg. 2022)	37,94	68,51	120,16	52

Passend zum Feststoff soll ein Filtermedium ausgewählt werden. Für die Auswahl des Filtertuchs werden folgende Auswahlkriterien festgelegt:

- a) Möglichst geringer Feststoffdurchschlag
- b) Möglichst geringer Durchströmungswiderstand
- c) Eignung für Vakuumnutschen und Taktbandfilter

Nach der Untersuchung der in Tabelle 3.2 aufgelisteten Filtermedien wurde das Filtertuch PPD3127 (Fa. Markert) für Filtrations- und Waschversuche ausgewählt. Der experimentell festgestellte Feststoffdurchschlag bezogen auf die Masse des trockenen Filterkuchens beträgt $m_{\text{Durchschlag}}/m_c \approx 0,22 \text{ wt.-%}$. Der trübstoßbedingte Massenverlust des Feststoffs ist somit vernachlässigbar. Die Durchströmungswiderstände für Filterkuchen und Filtermedium werden im folgenden Abschnitt beschrieben.

4.2. Bestimmung der Durchströmungswiderstände

Die Durchströmungswiderstände des Filtermediums sowie der Filterkuchen werden durch die t/h_c -Methode ermittelt [28]. Dazu werden Filterkuchen mit einer NaCl-Konzentration in der Mutterlauge von 80 g L^{-1} mit unterschiedlicher Kuchenhöhe gebildet. Durch die Messung der Kuchenbildungszeit werden Wertepaare für $(h_c|t)$ bestimmt. Aus der Auftragung des Verhältnisses zwischen Kuchenbildungszeit und Kuchenhöhe t/h_c über der Kuchenhöhe h_c folgt gemäß Gl. 2.5 eine Gerade, aus deren Steigung und Achsenabschnitt der spezifische Kuchenwiderstand r_c und der Filtermediumwiderstand R_m berechnet werden können. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.3 dargestellt. Die Widerstände von Juraperle 130 (Chg. 2022) sind um etwa einen Faktor 2 größer als die von Juraperle 130 (Chg. 2021). Eine Erklärung ist die voneinander abweichende Partikelgrößenverteilung beider Feststoffchargen (s. Abb. 4.1).

Tabelle 4.3.: Durchströmungswiderstände des Feststoffs Juraperle 130 und Filtermediums PPD3127.

Bezeichnung	r_c m^{-2}	R_m m^{-1}
Juraperle 130 (Chg. 2021)	$6 \cdot 10^{12}$	$2 \cdot 10^{10}$
Juraperle 130 (Chg. 2022)	$2 \cdot 10^{13}$	$4 \cdot 10^{10}$

4.3. Bildung einer Referenzwaschkurve

Ziel des Forschungsprojekts ist die systematische Untersuchung und Bewertung des Einflusses von Imperfektionen auf das Waschergebnis der Filterkuchenwäsche. Die Bewertung dieses Einflusses erfolgt durch den Vergleich mit experimentellen Waschkurven, die möglichst unbeeinflusst von diesen Effekten sind und dadurch als Referenz zur Bewertung herangezogen werden können.

Zur Erstellung von Referenzwaschkurven werden Waschversuche nach der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Versuchsprozedur durchgeführt. Die resultierenden Waschkurven bilden also den bestmöglichen Fall der (einstufigen) Kuchenwäsche ab. Die Waschversuche werden für Kuchenhöhen $h_c \approx 15 \text{ mm}$ und $h_c \approx 30 \text{ mm}$ durchgeführt, um einen Vergleich mit dem Einfluss aller untersuchten Imperfektionen zu ermöglichen. Die ermittelten Referenzwaschkurven für unterschiedliche Kuchenhöhen sind in Abbildung 4.2 dargestellt.

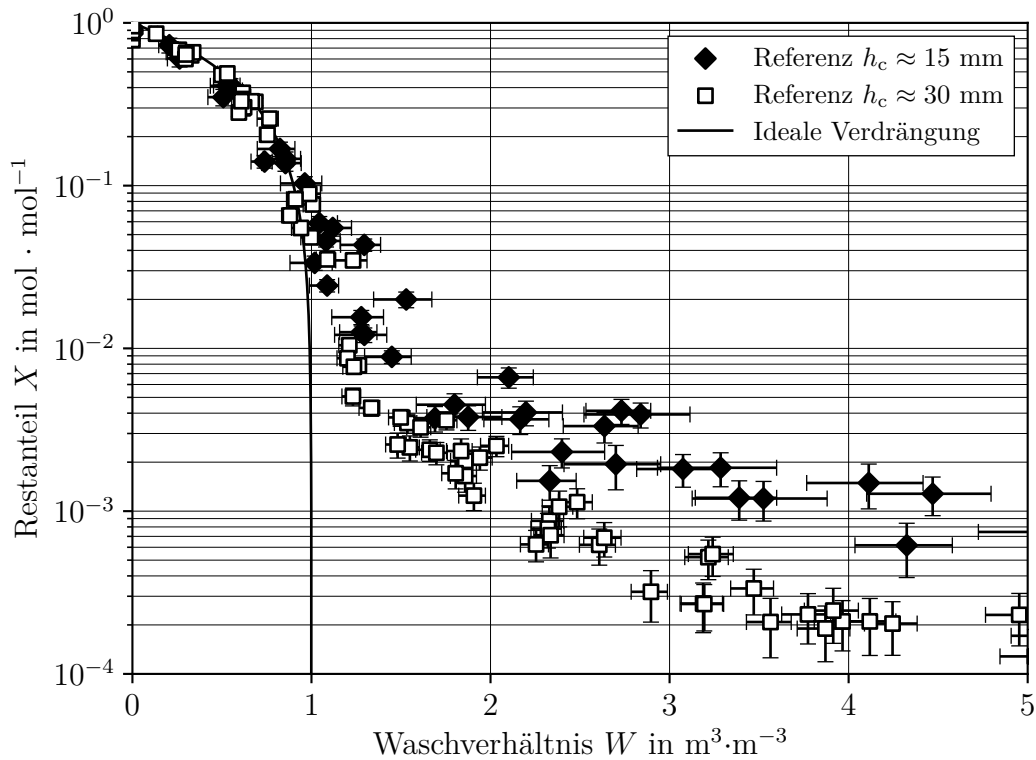


Abb. 4.2.: Referenzwaschkurven für unterschiedliche Kuchenhöhen zum späteren Vergleich mit von Imperfektionen beeinflussten Waschergebnissen (Juraperle 130, $\Delta p = 500 \text{ mbar}$, $A_c = 56,75 \text{ cm}^2$, Aufgabestab).

Die Referenzwaschkurven zeigen einen für die Durchströmungswäsche typischen Verlauf (Vgl. Abschnitt 2.2). Die Waschkurven lösen sich bei einem Waschverhältnis von ca. $W \approx 0,8$ von der idealen Verdrängung ab. Dispersions- und Diffusionsbereich sind für beide untersuchten Kuchenhöhen deutlich ausgeprägt.

Durch kuchenhöhenbedingte Unterschiede der Durchströmungsgeschwindigkeit zeigen die Waschkurven leichte Abweichungen im Dispersions- und Diffusionsbereich. Um einen Einfluss dieser Stofftransportmechanismen bei der Bewertung auszuschließen, erfolgt der Vergleich stets für vergleichbare Kuchenhöhen.

Es wird weiterhin angenommen, dass der Verlauf der gezeigten Waschkurven überwiegend von den in Abschnitt 2.2 genannten Stofftransportmechanismen dominiert wird und keine weiteren Effekte auftreten, die das Waschergebnis zusätzlich verschlechtern.

4.4. Festlegung der zu untersuchenden Imperfektionen

Auf industriellen Apparaten treten Abweichungen von idealen Bedingungen („Imperfektionen“) auf, die das Waschergebnis unvorhersehbar beeinflussen können. Imperfektionen sind i. d. R. schlecht zu reproduzieren und von statistischer Natur. Auf industriellen Apparaten treten Imperfektionen meist kombiniert auf, wodurch sich auch Wechselwirkungen ergeben können. Um jedoch die Auswirkungen untersuchen zu können, ist es zunächst notwendig

1. diese Imperfektionen reproduzierbar und eindeutig beschreibbar zu erzeugen
2. verschiedene Imperfektionen zu separieren und
3. die Auswirkungen dieser Imperfektionen auf den Waschprozess experimentell und simulativ zu untersuchen

Aufgrund der großen Anzahl möglicher Imperfektionen, die während der Kuchenwäsche im industriellen Maßstab auftreten können, erfolgt die Untersuchung für exemplarische Fälle. Zu diesem Zweck wurde im Vorfeld durch eine Umfrage im projektbegleitenden Ausschuss ermittelt, welche Typen von Imperfektionen im industriellen Maßstab besonders häufig bzw. schwerwiegend auftreten und somit bei der Untersuchung berücksichtigt werden sollen. Es gingen folgende Imperfektionen zur Untersuchung hervor (s. Abb. 4.3):

1. **Ungleichmäßige Kuchengeometrie:** Während der Kuchenbildung oder Kuchenwäsche können durch eine inhomogene Verteilung der Suspensions- oder Waschflüssigkeiten inhomogene Kuchengeometrien entstehen (z. B. Krater oder Hügel). Diese führen zu einem lokal unterschiedlichen Durchströmungswiderstand des Filterkuchens während der Wäsche mit unbekannten Auswirkungen.
2. **Partielle Resuspendierung:** Während der Waschflüssigkeitsaufgabe wird die Kuchenoberfläche teilweise aufgewirbelt, wodurch Verunreinigungen aus den Poren des Filterkuchens in den Waschflüssigkeitsüberstand gelangen. Das Waschergebnis wird durch die Überstandskontamination unvorhersehbar verschlechtert.
3. **Inhomogene Kuchenstruktur:** Durch Sedimentationseffekte während der Kuchenbildung ist es möglich, dass sich grobe und feine Partikel innerhalb der Suspension entmischen. Dadurch wird eine Schicht von Partikeln geringeren Durchmessers (sog. „Deckschicht“) auf der Kuchenoberfläche gebildet, die einen höheren Durchströmungswiderstand besitzt als die unteren Schichten des Filterkuchens.

4. **Gehinderter Filtratblauf:** Durch eine nicht ausreichende Reinigung des Filtertuchs nach dem Kuchenabwurf oder durch Ablagerungen können Verstopfungen des Filtertuchs auftreten. Eine lokale Verstopfung des Filtertuchs kann zur inhomogenen Bildung oder Durchströmung des Filterkuchens führen.
5. **Inhomogene Waschflüssigkeitsverteilung:** Durch eine inhomogene Verteilung der Waschflüssigkeit auf der Kuchenoberfläche stehen lokal unterschiedliche Waschwassermengen zur Wäsche zur Verfügung, wodurch das Waschergebn in unbekannter Weise beeinflusst werden kann.

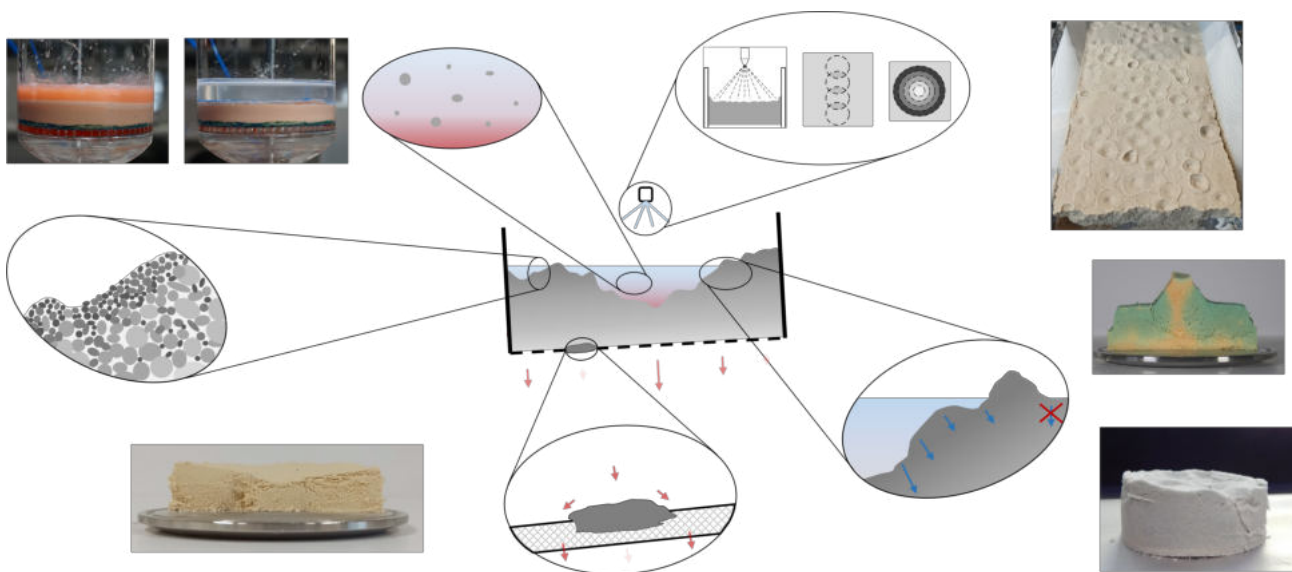


Abb. 4.3.: Schematische Darstellung der untersuchten Imperfektionen.

Die genannten Imperfektionen werden in den folgenden Kapiteln systematisch untersucht. Dazu erfolgt jeweils eine Methodenentwicklung zur quantitativen Bewertung des Einflusses der jeweiligen Imperfektion sowie die Ermittlung experimenteller Waschdaten.

5. Kucheninhomogenitäten im Labormaßstab

Im Folgenden wird zwischen einer inhomogenen Kuchengeometrie und inhomogenen Kuchenstruktur unterschieden. Als Kuchengeometrie wird die Form des Filterkuchens auf Basis seiner Höhenverteilung bzw. Topografie verstanden ($h(x, y)$). Die Kuchenstruktur wird durch die Verteilung von Porosität und Partikelgröße definiert ($\varepsilon(x, y, z)$, $d_P(x, y, z)$).

5.1. Geometrische Imperfektionen

In großtechnischen Fest-Flüssig-Trennprozessen treten aus vielen unterschiedlichen Ursachen häufig inhomogene Kuchengeometrien auf. Zwei Beispiele für typische inhomogene Kuchengeometrien auf einem Bandfilter sind in Abb. 5.1 abgebildet.

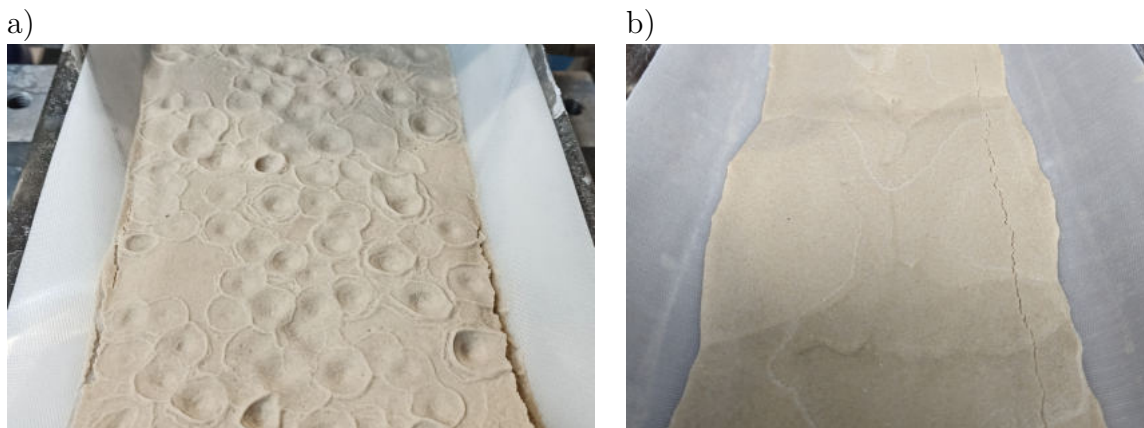


Abb. 5.1.: Beispiele für inhomogene Kuchengeometrien auf einem Taktbandfilter. a) Kraterbildung durch Waschflüssigkeitsaufgabe. b) Ungleichmäßige Kuchenhöhen durch ungleichmäßige Verteilung der Suspension.

Wird die Waschflüssigkeit nicht sanft genug auf die Kuchenoberfläche dosiert, so kommt es zu einer partiellen Resuspendierung, welche ggf. eine Verformung der Kuchenoberfläche verursacht (s. Abschnitt 6.3). Die wohl häufigste Ursache inhomogener Kuchengeometrien ist eine unzureichende Verteilung von Suspension auf der Filterfläche. Gerade bei schnell-filtrierenden Feststoffprodukten hat die Suspension nicht genug Zeit, um sich auf der gesamten Filterfläche auszubreiten, bevor der Feststoff anfiltrierte. Auf Bandfiltern kann dies zu rippelartigen Kuchentopografien mit Vertiefungen in oder quer zur Bandvorschubrichtung führen. Auf Trommelfiltern werden inhomogene Kuchengeometrien z.B. durch unterschiedliche Eintauchzeiten

der vor- und rücklaufenden Kante einer Filterzelle im Suspensionstrog verursacht. In Scheibefiltrern treten bei der Filtration durch die unterschiedlichen Eintauchtiefen im Suspensionstrog innerhalb einer Zelle zusätzlich Druckunterschiede auf, welche die Bildung einer inhomogenen Kuchengeometrie weiter begünstigen.

5.1.1. Methodenentwicklung zur Kuchenbildung

Um den Einfluss geometrischer Imperfektionen auf die Filterkuchenwäsche systematisch untersuchen zu können, bedarf es einer Methode zu deren reproduzierbaren Erzeugung. Dabei sollen überlagerte Veränderungen der Kuchenstruktur etc. für eine systematische Trennung der Effekte vermieden werden. Eine Deformation oder ein Entfernen von Teilen des Filterkuchen durch eine äußere mechanische Krafteinwirkung („Abkratzen“, „Eindrücken“, o. ä.), welche die Kuchenstruktur verändern könnte, wird aus diesem Grund ausgeschlossen.

Es werden zwei Methoden entwickelt, durch welche eine reproduzierbare Erzeugung definierter Kuchengeometrien im Labormaßstab möglich ist.

- Kuchenbildung um Formkörper
- Schrägstellung der Nutsche

Die Kuchengeometrien, welche durch diese Methoden erzeugt werden, sollen dabei nicht primär den Anspruch erfüllen, reale Kuchengeometrien direkt zu repräsentieren. Stattdessen wird sich ihrer für einen grundsätzliche Erkenntnisgewinn zur Auswirkung geometrischer Imperfektionen durch experimentelle Untersuchungen bedient.

Beide Methoden sind schematisch in den Abbn. 5.2 und 5.3 dargestellt. Ihre in der Versuchsdurchführung von Abschnitt 3.4 abweichenden Elemente werden im Folgenden beschrieben.

Schrägstellung der Labornutsche

Vor Versuchsbeginn wird die Labornutsche um einen definierten Winkel α gegenüber der Horizontalen schräggestellt. Die Labornutsche ist mit einer Gewindestange an einem Stativ angebracht. Durch Bohrung zweier Langlöcher im Stativ kann die Neigung der Gewindestange und damit die der Nutsche eingestellt werden. Das Einfüllen der Suspension findet in die geneigte Nutsche statt.

Während des Kuchenbildungsprozesses in der geneigten Nutsche entsteht zunächst wie gewohnt ein Filterkuchen mit rechteckigem Kuchenquerschnitt, da die treibende Druckdifferenz senkrecht zum Filtertuch wirkt. Am Ende der Filtration ist nach und nach immer weniger der Kuchenoberfläche mit Suspension bedeckt. Da nur noch in diesem Bereich eine Kuchenbildung

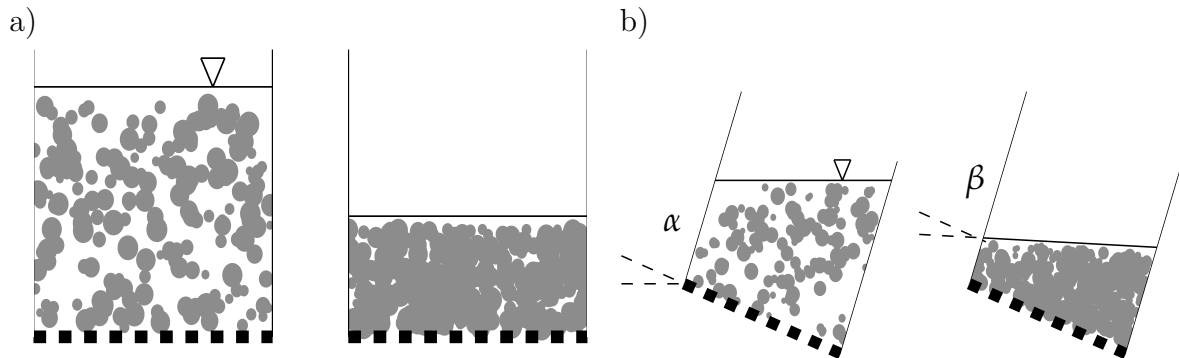


Abb. 5.2.: Schematische Darstellung der Nutschenschrägstellung zur reproduzierbaren Erzeugung von geometrischen Kuchenimperfectionen im Labormaßstab. a) Reguläre Kuchenbildung, b) Kuchenbildung mit schräger Nutsche.

stattfindet, entsteht nach und nach ein keilförmiger Filterkuchen mit einer Oberflächenneigung β . Aus der Feststoffvolumenbilanz folgt [23]:

$$\alpha \geq \beta \geq \arctan \frac{c_v \tan \alpha}{1 - \varepsilon} \quad (5.1)$$

Am Ende der Filtration wird die Druckdifferenz abgesteuert, um eine ungewollte Vorentfeuchtung zu vermeiden. Die Schrägstellung der Nutsche wird nivelliert und dann die Waschflüssigkeit dosiert.

Um eine ungewollte Ungleichverteilung der Waschflüssigkeit durch eine unvollständige Bedeckung der Kuchenoberfläche o. ä. zu vermeiden, wird Waschflüssigkeit aufgegeben, bis der gesamte Filterkuchen mit Flüssigkeit bedeckt ist. Anschließend wird die Druckdifferenz wieder angelegt und die Wäsche beginnt. Während der Waschflüssigkeitsüberstand in den Kuchen eindringt, wird die Waschflüssigkeit sukzessive in kleinen Portionen aufgegeben, um eine voll geflutete Wäsche zu gewährleisten. Nachdem die gesamte Waschflüssigkeit aufgegeben ist, wird die Wäsche mit einem kleinen Waschflüssigkeitsüberstand beendet. Dadurch ist die Wäsche zu jederzeit geflutet und eine Ungleichverteilung der Waschflüssigkeit kann auch am Ende der Wäsche vermieden werden. Am Ende der Wäsche wird der verbleibende Waschflüssigkeitsüberstand mit einer Handabsaugpumpe abgesaugt und das Waschverhältnis über eine Differenzwägung der dosierten und abgesaugten Waschflüssigkeitsmasse korrigiert.

Kuchenbildung mit Formkörper

Vor Einfüllen der Suspension in die Labornutsche wird ein Formkörper in die Labornutsche eingesetzt und fixiert. Anschließend wird die Suspension aufgegeben. Während der Filtration

bildet sich der Filterkuchen um den Formkörper, wodurch die die Kuchengeometrie formgebend beeinflusst werden kann. Am Ende der Filtration wird die Druckdifferenz abgesteuert und der Formkörper wird vorsichtig aus der Nutsche entfernt. Die Waschung wird analog zu dem Versuchsvorgehen mit Nutschenschrägstellung durchgeführt, sodass der Filterkuchen zu jedem Zeitpunkt geflutet vorliegt.

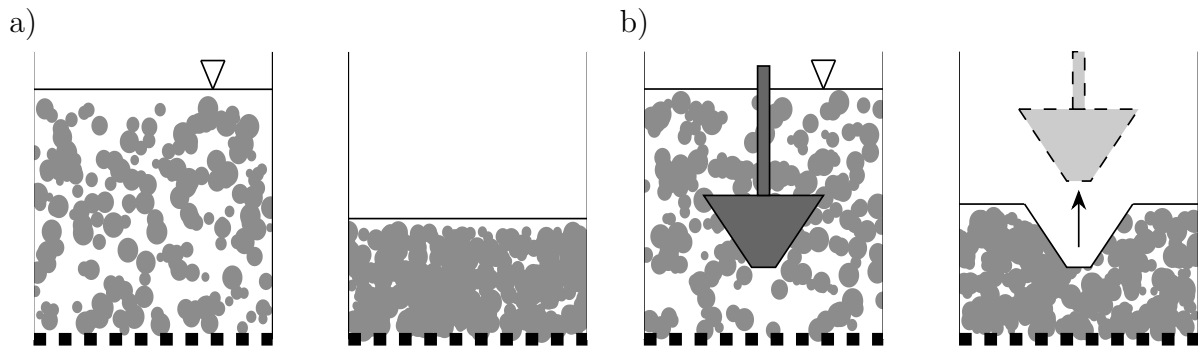


Abb. 5.3.: Schematische Darstellung der Verwendung von Formkörpern zur reproduzierbaren Erzeugung von geometrischen Kuchenimperfectionen im Labormaßstab. a) Reguläre Kuchenbildung, b) Kuchenbildung mit Formkörper.

Der Formkörper zur Bildung eines Filterkuchens mit Trapezvertiefung ist exemplarisch in Abb. 5.4 dargestellt. Die Maße und die resultierenden Filterkuchen sind in Tabelle 5.1 und Abb. 5.5 angegeben.

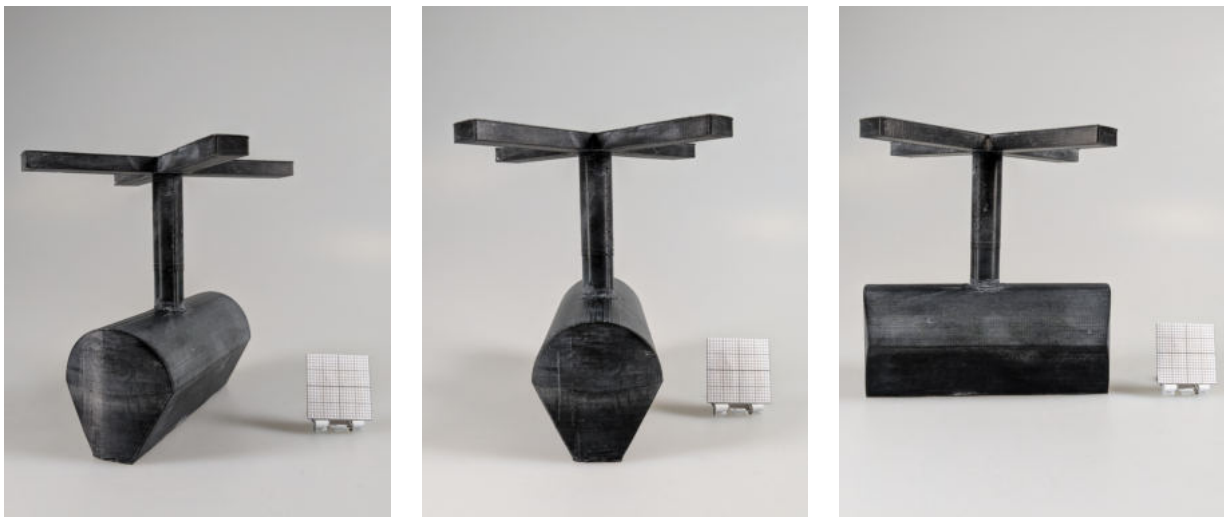


Abb. 5.4.: Formkörpern zur reproduzierbaren Erzeugung eines Filterkuchens mit Trapezvertiefung im Labormaßstab. Maßstab: $20 \cdot 20 \text{ mm}^2$

5.1.2. Charakterisierung der Kucheneigenschaften

Es werden fünf verschiedene Kuchengeometrien untersucht.

1. Ebener Filterkuchen (Referenz)
2. Filterkuchen in Keilform
3. Filterkuchen mit Trapezvertiefung
4. Filterkuchen mit Trapezerhebung
5. Filterkuchen mit Krater

Diese sind schematisch in Abb. 5.5 zusammen mit ihren charakteristischen Abmessungen dargestellt. Zur Darstellung der experimentellen Umsetzung sind zusätzlich die zugehörigen Kuchenquerschnitte abgebildet. Die experimentellen Mittelwerte ihrer charakteristischen Abmessungen sind in Tabelle 5.1 aufgelistet.

Tabelle 5.1.: Charakterische Abmessungen der fünf Filterkuchengeometrien.

	$\bar{h}_c$ (cm)	$h_{\max}$ (cm)	$h_{\min}$ (cm)	b_1 (cm)	b_2 (cm)
Eben	2,99	—	—	—	—
Keil	3,06	4,35	1,95	—	—
Trapezvertiefung	2,92	3,42	1,88	2,95	1,4
Trapezerhebung	3,02	3,64	2,62	3,4	2,05
Krater	2,96	3,56	2,04	5,98	3,0

Um eine systematische Untersuchung des Einflusses der Kuchengeometrie auf die Waschung zu ermöglichen, muss eine Trennung der Effekte sichergestellt werden (Änderung der Kuchengeometrie ohne Änderung der Kuchenstruktur). Deshalb werden die Mittelwerte von Porosität, die mittlere Durchströmungsgeschwindigkeit und der kapillare Eintrittsdruck für die unterschiedlichen Kuchengeometrien bestimmt, um diese hinsichtlich einer Veränderung der Kuchenstruktur zu überprüfen und mit dem Referenzzustand eines ebenen Filterkuchens zu vergleichen (Tab. 5.2).

- Die mittlere Porosität stimmt im Rahmen der Messgenauigkeit (s. Tab. A.1) für alle Kuchengeometrien überein. Das bedeutet, dass die mittlere Packungsdichte des Filterkuchens und damit die Kuchenbildung nicht durch die während der Filtration verwendeten Methoden zur Kuchenbildung beeinflusst wird.

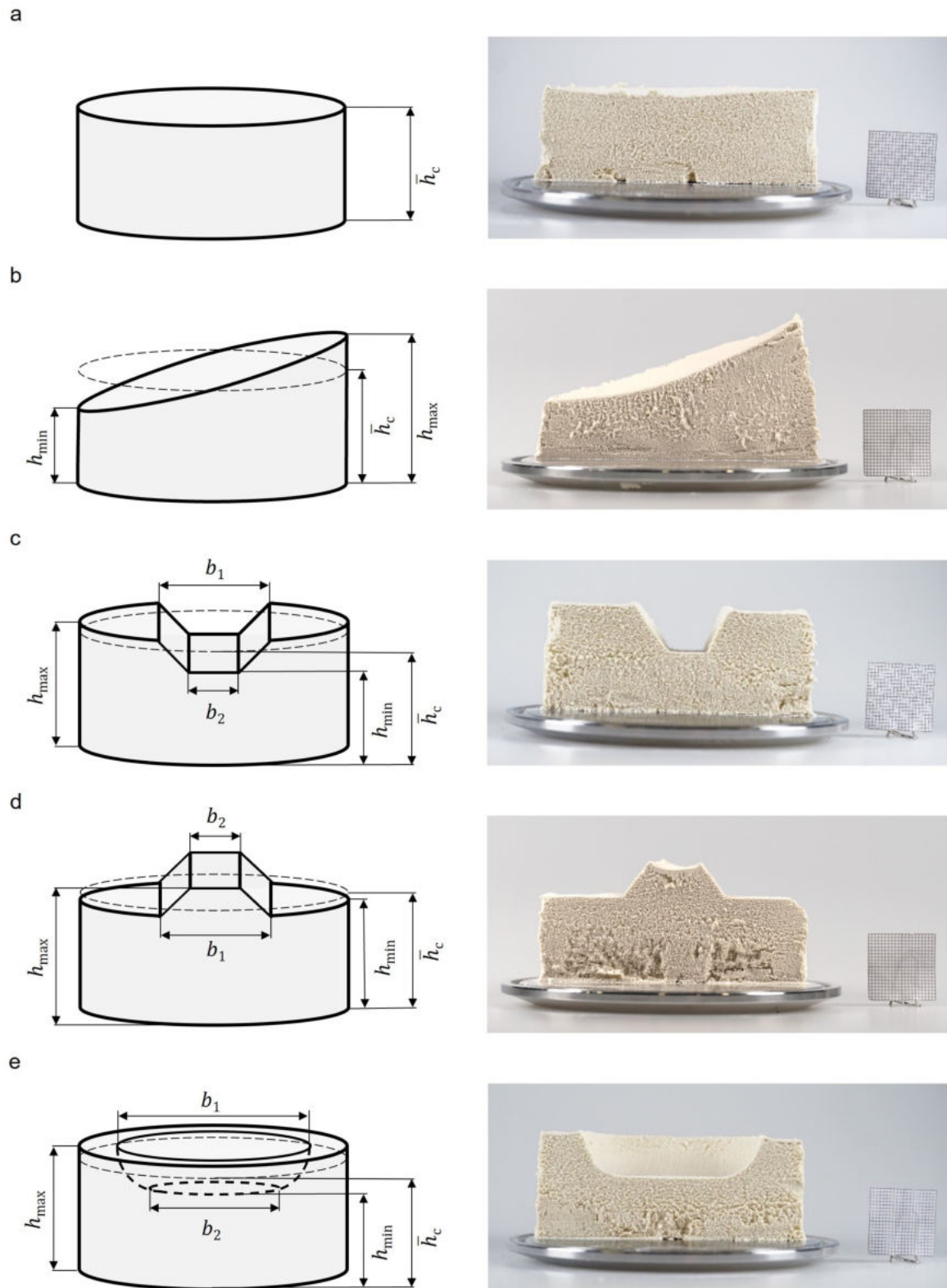


Abb. 5.5.: Schematische Darstellung der Filterkuchengeometrien und charakteristische Abmessungen sowie Kuchenquerschnitte.

- Der kapillare Eintrittsdruck ist im Rahmen der experimentellen Wiederholgenauigkeit ebenfalls für alle Fälle identisch. Dies ist ein Hinweis darauf, dass keine Veränderungen der Kuchenstruktur an der Kuchenoberseite auftreten, da der kapillare Eintrittsdruck sehr empfindlich auf diese reagiert.
- Die mittlere Durchströmungsgeschwindigkeit wird durch Durchströmungsversuche ermittelt. Sie ist – wie zu erwarten – in allen Fällen der Filterkuchen mit geometrischer Imperfektion größer als die Durchströmungsgeschwindigkeit des ebenen Filterkuchens. Die Ursache ist die näherungsweise reziproke Abhängigkeit der lokalen Durchströmungsgeschwindigkeit von der lokalen Kuchenhöhe (da $v \propto 1/h$). Je geringer die minimale Kuchenhöhe bei konstanter mittlerer Höhe, desto höher ist der mittlere Filtratvolumenstrom. Eine Abnahme der Durchströmungsgeschwindigkeit wäre ein weiterer Hinweis auf eine Veränderung der Kuchenstruktur.
- Durch eine schichtweise Analyse („layer analysis“, LA) der Kuchenstruktur wird zusätzlich der Verlauf der lokalen Porosität ε und Partikelgrößenverteilung als Funktion der normierten Kuchenhöhe $z/h_{\max}$ ausgewertet (Abb. 5.6). Dazu wird der Filterkuchen mithilfe einer Laborhebebühne und einem Schrittmotor aus der Nutsche gedrückt, Schicht für Schicht abgetragen und analysiert. Stellvertretend für die PGV wird der Sauterdurchmesser x_{12} betrachtet. Es werden keine Unterschiede zwischen den einzelnen Kuchengeometrien festgestellt. Gegenüber dem restlichen Filterkuchen wird eine leichte Abnahme des Sauterdurchmesser an der Kuchenoberseite ($z/h_{\max} \rightarrow 1$) beobachtet, welche auf eine leichte Deckschichtbildung hinweist. Die Kuchenporosität schwankt aufgrund der Messmethode stark, ist im Rahmen der Messgenauigkeit jedoch für alle Fälle identisch.

Tabelle 5.2.: Mittlere Porosität, mittlere Durchströmungsgeschwindigkeit und kapillarer Eintrittsdruck der unterschiedlichen Kuchengeometrien ($\Delta p = 500$ mbar, $c_V = 33\%$, $\bar{h}_c = 3$ cm).

	$\bar{\varepsilon}$ (%)	$\bar{v}$ (mm s ⁻¹)	$p_{c,e}$ (kPa)
Eben	46,5	0,22	6,1
Keil	47,4	0,23	6,1
Trapezvertiefung	46,1	0,24	6,3
Trapezerhebung	46,1	0,26	6,4
Krater	46,3	0,28	6,1

Die Auswertung der globalen ($\bar{\varepsilon}$, $\bar{v}$, $p_{c,e}$) und lokalen ($x_{12}(z)$, $\varepsilon(z)$) Strukturparameter weist nicht auf eine unterschiedliche Kuchenstruktur zwischen ebenem Referenzfilterkuchen und den

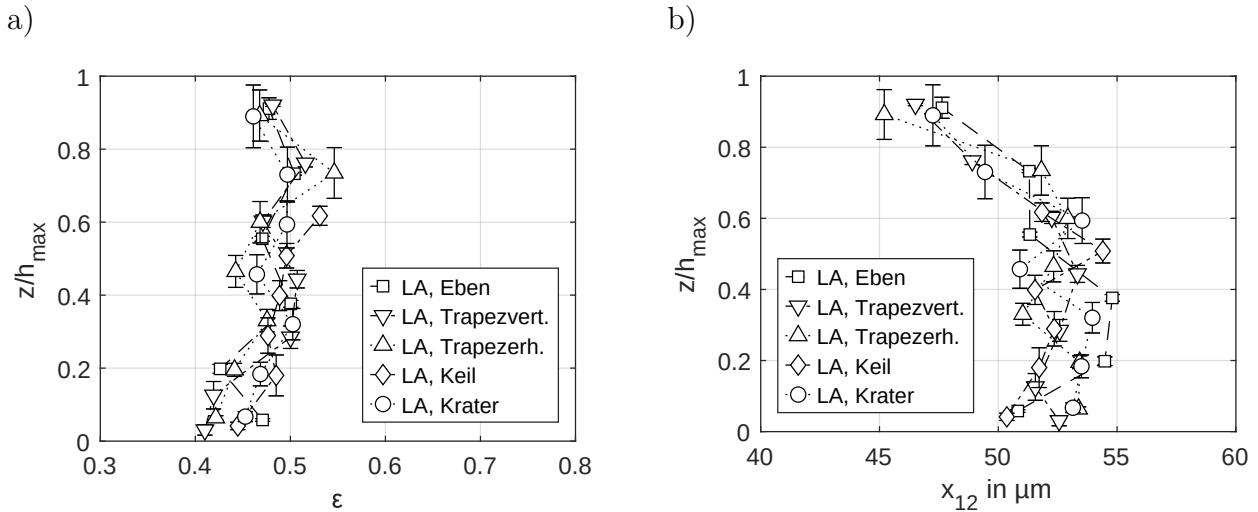


Abb. 5.6.: Verlauf von Porosität und Sauterdurchmesser über der normierten Kuchenhöhe ($\Delta p = 500 \text{ mbar}$, $c_V = 33 \%$, $\bar{h}_c = 3 \text{ cm}$).

geometrieeinhomogenen Filterkuchen hin. Das bedeutet, dass die vorgestellten Methoden zur Bildung von Filterkuchen mit geometrischen Imperfektionen – wenn überhaupt – lediglich zu unsystematischen Veränderung der Kuchenstruktur führen, welche mit der vorliegenden Messgenauigkeit nicht auflösbar sind. Damit kann der Einfluss der Kuchengeometrie auf die Filterkuchenwäsche im Folgenden selektiv untersucht werden.

5.1.3. Farbversuche

Um den Einfluss einer inhomogenen Filterkuchengeometrie qualitativ zu veranschaulichen, werden zunächst Farbversuche durchgeführt (Abb. 5.7). Dazu wird die Suspensionsflüssigkeit mit roter und die Waschflüssigkeit mit blauer Lebensmittelfarbe (Farbstoffkonzentration $3,5 \text{ g L}^{-1}$, Wilton Brands LLC) eingefärbt. Die Filterkuchen werden mit einem Waschverhältnis von etwa $W = 0,33$ und $W = 0,67$ gewaschen. Nach der Filterkuchenwäsche werden die Filterkuchen auf eine Sättigung von etwa 80 % nachentfeuchtet, um eine formstabile Entnahme aus der Nutsche zu ermöglichen. Die Kuchen werden anschließend vertikal in zwei Hälften geschnitten, um den Querschnitt des Farbprofils im Inneren freizulegen. Die nicht gewaschenen Bereiche des Filterkuchens sind ockerfarben, die gewaschenen Bereiche sind türkisfarben. Durch die unterschiedliche Farbe von Mutter- und Waschflüssigkeit ist die Waschflüssigkeitsfront klar erkennbar.

Innerhalb des Verdrängungs- und Dispersionsbereichs visualisiert das Farbprofil das Strömungsfeld im Filterkuchen. Das Farbprofil entspricht darüber hinaus näherungsweise dem Konzentrationsprofil.

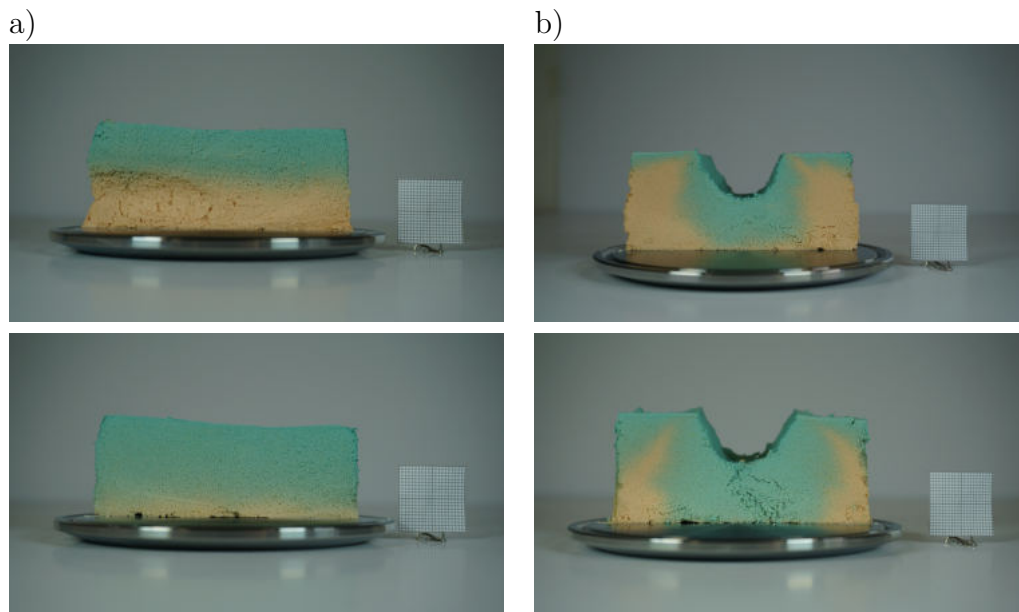


Abb. 5.7.: Farbversuche mit a) ebenem Referenzfilterkuchen und b) Trapezvertiefung für Waschverhältnisse von $W = 0,33$ und $W = 0,67$ ($c_V = 33\%$, $\Delta p = 500$ mbar, $\bar{h}_c = 3$ cm, $S = 80\%$). Maßstab: 20 mm x 20 mm.

Die Farbversuche ebener Filterkuchen werden als visuelle Referenz verwendet (Abb. 5.7a). Die Waschflüssigkeitsfront verläuft näherungsweise horizontal. Sie weist kleine Instabilitäten auf, deren morphologische Erscheinung durch Viskositäts- und Dichteunterschiede zwischen eindringender Luft und Porenflüssigkeit während der Nachentfeuchtung erklärt werden können. Der türkisfarbene Flächenanteil des Filterkuchenquerschnitts stimmt nicht mit den verwendeten Waschverhältnissen von $W = 0,33$ und $W = 0,67$ überein. Es sind etwa 50 % bzw. 90 % anstelle von 33 % bzw. 66 % des Kuchenquerschnitts türkis gefärbt. Dies ist ebenfalls durch die Nachentfeuchtung des Filterkuchens bedingt. Während der Nachentfeuchtung dringt Luft in den Filterkuchen ein und die gefärbten Flüssigkeiten werden Richtung Kuchenboden gedrückt. Die Flächenzunahme der türkisfarbenen Querschnittsfläche entspricht in etwa der Sättigungsabnahme ($\Delta S = 20\%$). Die Farbversuche können aufgrund der deutlichen Unterschiede zwischen den verschiedenen Kuchengeometrien dennoch zumindest als halb-qualitativer Indikator für den Einfluss auf das Waschergebnis verwendet werden.

Das Farbprofil des Filterkuchens mit Trapezvertiefung zeigt eine Waschflüssigkeitsfront, welche nicht horizontal verläuft (Abb. 5.7b). Während die Bereiche der maximalen Filterkuchenhöhe nicht mit Waschflüssigkeit in Kontakt gekommen sind, ist diese im Bereich der minimalen Kuchenhöhe bereits an der Filterkuchenunterseite durchgebrochen. Im Bereich des Übergangs von maximaler zu abnehmender Kuchenhöhe tritt aufgrund der gekrümmten Stromlinien innerhalb

des Filterkuchens der geringste Druckgradient und die geringste Strömungsgeschwindigkeit auf. Dies resultiert in erkennbaren Einschnitten innerhalb des Konzentrationsprofils.

Farbprofile mit den anderen Filterkuchengeometrien zeigen ähnliche Ergebnisse. Es ist zu erwarten, dass inhomogene Filterkuchen das Waschergebnis stark beeinträchtigen, da ein Großteil der Waschflüssigkeit nahezu ungenutzt durch das Porenvolumen im Bereich der minimalen Kuchenhöhe strömt.

5.1.4. Waschergebnisse

Im Folgenden wird die Waschung von Filterkuchen mit geometrischen Imperfektionen auch quantitativ untersucht. Dazu werden Waschergebnisse von ebenen Filterkuchen ohne Geometrieimperfektion als Referenz verwendet und den Waschergebnissen der Filterkuchen mit geometrischen Imperfektionen gegenübergestellt.

Die Waschergebnisse sind in Abb. 5.8 abgebildet. Jeder Messpunkt resultiert aus einem separaten Experiment und Filterkuchen (Kuchenanalytik). Die Fehlerbalken resultieren aus der Fehlerfortpflanzung der wichtigsten Messgrößen, wie in Anhang A.2 dargestellt. Die Schwankungen der einzelnen Messpunkte zeigen eine gute Wiederholgenauigkeit. Alle Waschkurven folgen dem grundsätzlich bekannten Waschverlauf mit Verdrängungs-, Dispersions- und Diffusionsbereich.

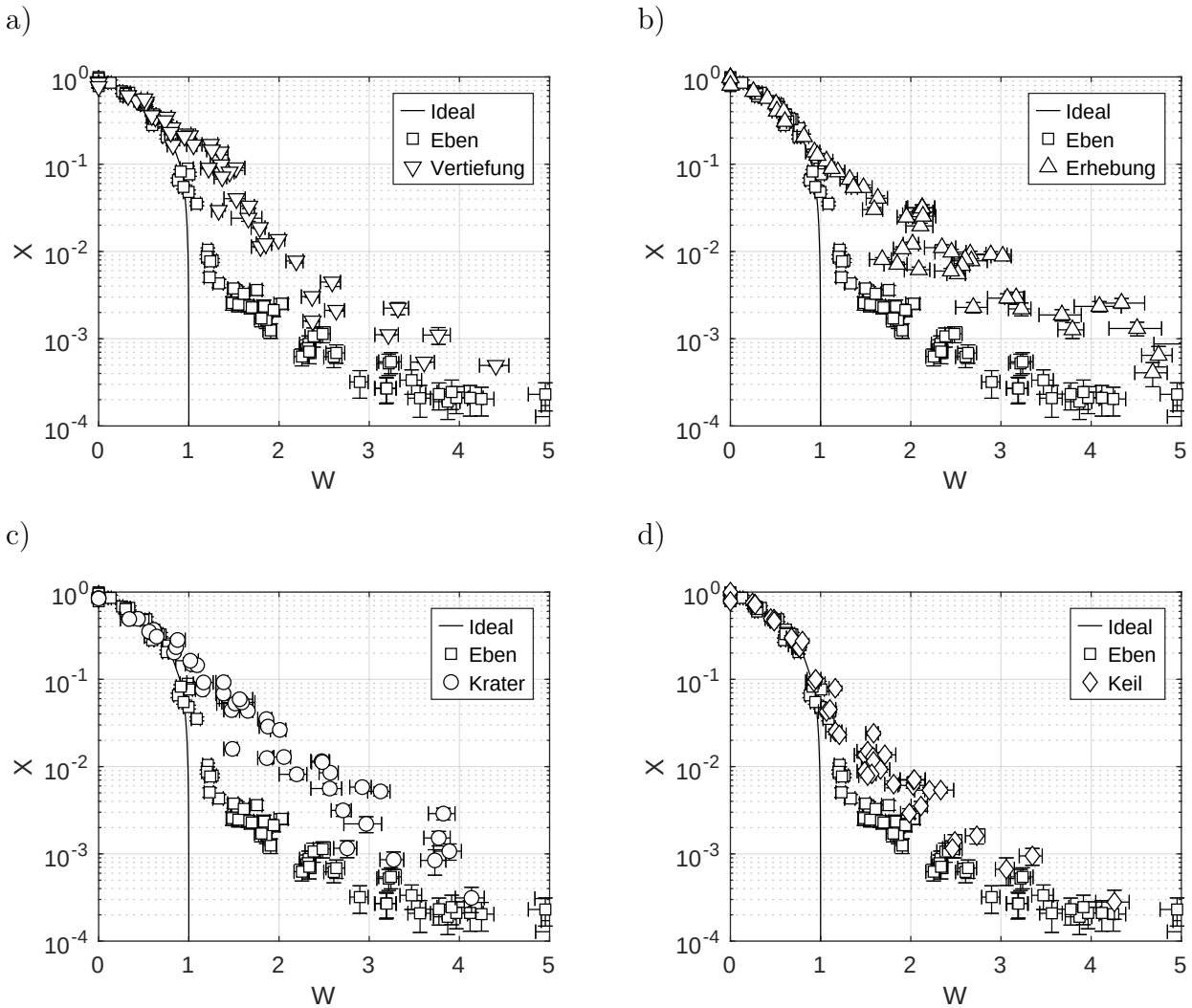


Abb. 5.8.: Waschdiagramm mit Waschkurve eines ebenen Filterkuchens und Waschkurve eines Filterkuchens mit a) Trapezvertiefung, b) Trapez-erhebung, c) Krater und d) Keil ($c_V = 33\%$, $\Delta p = 500 \text{ mbar}$, $\bar{h}_c = 3 \text{ cm}$).

Die Waschkurve des ebenen Filterkuchens wird als Vergleichsexperiment verwendet. Eine imperfekte Kuchengeometrie führt zu einem verfrühten Durchbruch der Waschflüssigkeit am Boden des Filterkuchens, was sich in einem verfrühten Ablösen der Waschkurve von der Kurve der idealen Verdrängung äußert. Während sich die Referenzwaschkurve bei einem Waschverhältnis von etwa $W = 0,9$ von der idealen Verdrängung ablöst, lösen sich die Waschkurven der inhomogenen Kuchengeometrien bereits bei Waschverhältnissen von $W = 0,6 - 0,8$ ab.

Der Dispersionsbereich ist im Fall aller Filterkuchen mit geometrischen Imperfektionen deutlich ausgeprägter und breiter. Lokal unterschiedliche Kuchenhöhe und die dadurch auftretenden

lokalen Unterschiede der Strömungsgeschwindigkeit führen zu einer Verbreiterung der Verweilzeitverteilung des Filterkuchens, welche wiederum die Verbreiterung des Dispersionsbereichs erklärt.

Ein Übergang in den Diffusionsbereich wird verglichen mit dem ebenen Filterkuchen in allen Fällen erst bei deutlich höheren Waschverhältnissen festgestellt. Die Kuchenreinheit, welche im Diffusionsbereich erreicht wird, ist jedoch von der Kuchengeometrie unabhängig. Dies ist ein weiterer Hinweis darauf, dass die Veränderung der Kuchengeometrie keinen Einfluss auf die Kuchenstruktur bzw. die im Filterkuchen stagnierenden Porenbereiche hat, welche im Diffusionsbereich aufgereinigt werden.

Grundsätzlich führt eine inhomogene Kuchengeometrie zu einer deutlichen Verschlechterung des Waschergebnisses. Im Fall der untersuchten Kuchengeometrien ist das Waschverhältnis, welches zum Erreichen eines Restanteils von $X = 5 \cdot 10^{-3}$ notwendig ist, um 46-115 % erhöht (s. Tabelle 5.3). Eine Erhöhung des Waschverhältnisses führt u. a. zu einem erhöhten Filtratanfall, einer zusätzlichen Filtratverdünnung und damit einer Erhöhung der Aufbereitungskosten des Filtrats sowie mehr benötigter Filterfläche.

Tabelle 5.3.: Notwendiges Waschverhältnis, um einen Restanteil von $X = 5 \cdot 10^{-3}$ zu erreichen ($\Delta p = 500$ mbar, $c_V = 33$ %, $\bar{h}_c = 3$ cm).

	W	$\Delta W/W$
Referenz	1,3	–
Trapezvertiefung	2,3	+77 %
Trapezerhebung	2,8	+115 %
Krater	2,5	+92 %
Keil	1,9	+46 %

Zusätzlich zu den Waschergebnissen werden im Folgenden auch die mittleren Verweilzeiten der Durchströmungswaschung verglichen (Tab. 5.4). Die Definition der mittleren Verweilzeit lautet:

$$\bar{\tau}_w = \frac{\varepsilon \bar{h}_c}{v} = \frac{t_w}{W} \quad (5.2)$$

Wie im vorherigen Abschnitt dargestellt, ist die mittlere Durchströmungsgeschwindigkeit der geometrieeinhomogenen Filterkuchen größer als die Durchströmungsgeschwindigkeit des ebenen Filterkuchens. Da die mittlere Kuchenhöhe und Porosität in allen Fällen konstant sind (s. Tab. 5.2), ist die Abnahme der mittleren Verweilzeit zu erwarten. Die mittleren Verweilzeiten der Filterkuchen mit inhomogener Kuchengeometrie sind um 13-43 % geringer als die mittlere

Verweilzeit des ebenen Filterkuchens (s. Tab. 5.4).

Durch eine gezielte Veränderung der Kuchengeometrie ist damit eine Reduzierung der Waschzeit – und damit der Prozesszeit – unter Hinnahme einer Verschlechterung des Waschergebnisses bzw. Waschverlaufs denkbar. Dies kann insbesondere im Fall von sehr niedrigen Waschverhältnissen ($W < 1$) von wirtschaftlichem Interesse sein.

Tabelle 5.4.: Mittlere Verweilzeit während der Durchströmungswäsche der unterschiedlichen Kuchengeometrien ($\Delta p = 500$ mbar, $c_V = 33$ % $\bar{h}_c = 3$ cm).

	$\bar{\tau}_w$ (s)	$\Delta \bar{\tau}_w / \bar{\tau}_w$
Eben	57	–
Trapezvertiefung	45	-21 %
Trapezerhebung	57	0 %
Krater	44	-23 %
Keil	57	0 %

5.2. Strukturelle Imperfektionen

Imperfektionen bezüglich der Kuchenstruktur sind sehr vielfältig und werden u. a. durch Entmischung, Schrumpfung oder Kompressibilität des Filterkuchens verursacht. Kompressible Filterkuchen weisen einen Porositätsgradienten entlang der Kuchenhöhe auf, welcher durch den zu Beginn der Filtration höheren Druckgradient in der Filterkuchen-Grundsicht verursacht wird. Filterkuchen, welche zu Schrumpfung neigen, bilden bei Überschreitung der inneren Zugfestigkeit durch Kapillarkräfte häufig Risse. Entmischungseffekte treten in Rohrleitungen bei der Suspensionsförderung bzw. -verteilung oder innerhalb des Suspensionsüberstands während der Kuchenbildung in dem Filterapparat auf. Dabei kommt es zur Klassierung von feinen, langsam sedimentierenden und groben, schnell sedimentierenden Feststoffpartikeln. Die Folge ist die Bildung einer dünnen Schmierschicht aus feinen Partikeln an der Oberseite des Filterkuchens („Deckschicht“) [19]. Der Fokus der nachfolgenden Untersuchungen ist der Einfluss einer Deckschicht aus feinen Partikeln auf die Durchströmungswäsche.

5.2.1. Methodenentwicklung zur Kuchenbildung

Um den Einfluss struktureller Imperfektionen auf die Filterkuchenwäsche systematisch untersuchen zu können, bedarf es einer Methode für deren reproduzierbare Erzeugung. Aus den

physikalischen Grundlagen zur Sedimentation ist bekannt, dass die Ausprägung von Partikel-Partikel-Wchselwirkungen innerhalb von Suspensionen stark von deren Feststoffvolumenanteil abhängt. Experimentelle Untersuchungen von Pham [21] zeigen, dass Entmischungseffekte während der Filtration in einer Deckschicht aus feinen Partikeln an der Filterkuchenoberseite resultieren. Löwer et al. [19] zeigen für ihr Partikelsystem, dass dies durch einen Feststoffvolumenanteil $c_V > 35\%$ vermieden werden kann. Durch gezielte Senkung des Feststoffvolumenanteils kann eine Entmischung und damit eine Deckschicht provoziert werden. Dies ist schematisch in Abb. 5.9 dargestellt.

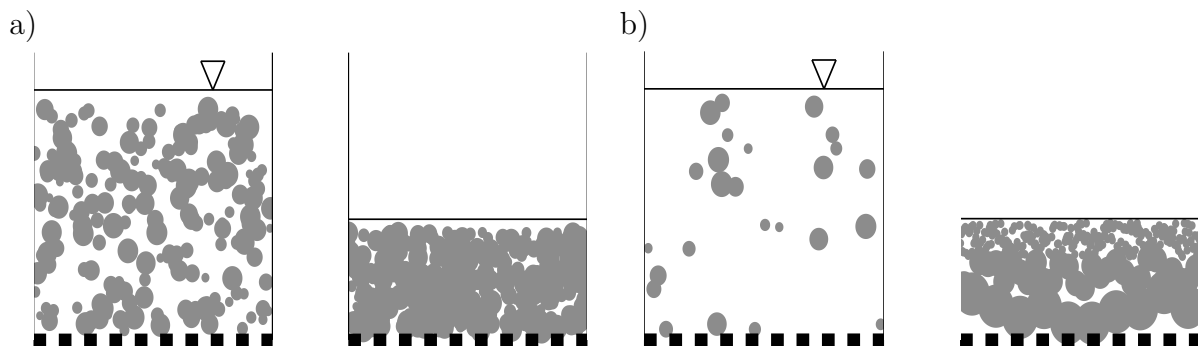


Abb. 5.9.: Schematische Darstellung der Senkung des Feststoffvolumenanteils zur reproduzierbaren Erzeugung von strukturellen Kuchenimperfectionen im Labormaßstab. a) Reguläre Kuchenbildung, b) Kuchenbildung mit gesenktem Feststoffvolumenanteil.

5.2.2. Charakterisierung der Kucheneigenschaften

Im Folgenden werden charakteristische Kucheneigenschaften für Filterkuchen untersucht, welche mit drei verschiedenen Feststoffvolumenanteilen von $c_V = 33\%$ (Referenz) sowie $c_V = 20\%$ und $c_V = 15\%$ gebildet werden. Die Senkung des Feststoffvolumenanteils führt zur Bildung von Filterkuchen mit visuell erkennbarer Deckschicht an der Kuchenoberseite. Bei der Bildung und Waschung der Filterkuchen wird keine Rissbildung, Randablösung oder ähnliches beobachtet. Durch die Reduzierung des Feststoffvolumenanteils der Suspension tritt eine Veränderung der Kuchenstruktur auf, welche im Folgenden quantifiziert werden soll. Dazu werden mittlere Porosität, mittlere Durchströmungsgeschwindigkeit als Maß für den Gesamtwiderstand der Durchströmung und der kapillare Eintrittsdruck als Maß für die Oberflächenstruktur des Filterkuchens betrachtet (Tab. 5.5). Zusätzlich werden durch eine Schichtanalyse (LA) analog zu Abschnitt 5.1.2 auch der Verlauf von Sauterdurchmesser und Porosität über der Kuchenhöhe gemessen. Die Ergebnisse sind in Abb. 5.10 dargestellt. Da für die Schichtanalyse eine Min-

destdicke von etwa 5 mm benötigt wird, um reproduzierbare Ergebnisse sicherzustellen, kann die Kuchenstruktur an der Kuchenoberseite nicht vollständig aufgelöst werden. Gleichzeitig ist die größte Strukturänderung innerhalb der Deckschicht zu erwarten. Deshalb wird an der Kuchenoberseite zusätzlich eine Messung der Kuchenstruktur mittels Mikro-Computertomografie (μ CT) durchgeführt [19].

Tabelle 5.5.: Mittlere Porosität, mittlere Durchströmungsgeschwindigkeit und kapillarer Eintrittsdruck für mit unterschiedlichen Feststoffvolumenanteilen gebildete Filterkuchen ($\Delta p = 500$ mbar, $\bar{h}_c = 3$ cm).

c_V (%)	$\bar{\varepsilon}$ (%)	$\bar{v}$ (mm s ⁻¹)	$p_{c,e}$ (kPa)
33	46,5	0,22	6,1
20	49,4	0,088	29,0
15	50,1	0,078	26,8

- Es wird eine systematische Zunahme der mittleren Porosität mit sinkendem Feststoffvolumenanteil festgestellt (Tab. 5.5). Da es bei geringen c_V im Suspensionsüberstand zur Entmischung von feinen und groben Partikel kommt, können sich die feinen Partikel während der Kuchenbildung nicht zwischen den groben Partikel absetzen. Dadurch nimmt das Porenvolumen und damit die Porosität zu.
- Die mittlere Durchströmungsgeschwindigkeit nimmt mit sinkendem Feststoffvolumenanteil stark ab. Eine Deckschicht aus feinen Partikeln an der Kuchenoberseite führt zu einer Abnahme der Kuchenpermeabilität bzw. zur Erhöhung ihres Kehrwerts, dem mittleren spezifischen Kuchenwiderstand.
- Der kapillar Eintrittsdruck steigt mit sinkendem Feststoffvolumenanteil ebenfalls stark an, da der Porendurchmesser innerhalb der Deckschicht stark abnimmt und die Kapillarkräfte zunehmen.
- Wie in Abb. 5.10 zu erkennen ist, treten an der Kuchenunterseite ($z/h_{\max} = 0$) etwas geringere Porositäten auf, als an der Kuchenoberseite ($z/h_{\max} = 1$). Im Rahmen der Mess- und Wiederholgenauigkeit der schichtweisen Kuchenanalyse kann die Porosität jedoch als näherungsweise konstant betrachtet werden. Der Sauterdurchmesser nimmt verglichen mit dem Referenzfilterkuchen ($c_V = 33$ %) hingegen wie erwartet aufgrund der Deckschicht für $c_V = 15$ % und 20 % an der Kuchenoberseite deutlich geringere Werte an. Auf Basis der μ CT-Messung beträgt der Sauterdurchmesser für $c_V = 15$ % lediglich etwa 8 μ m an der

Kuchenoberseite. An der Kuchenunterseite nimmt der Sauterdurchmesser bis auf knapp $69\text{ }\mu\text{m}$ zu.

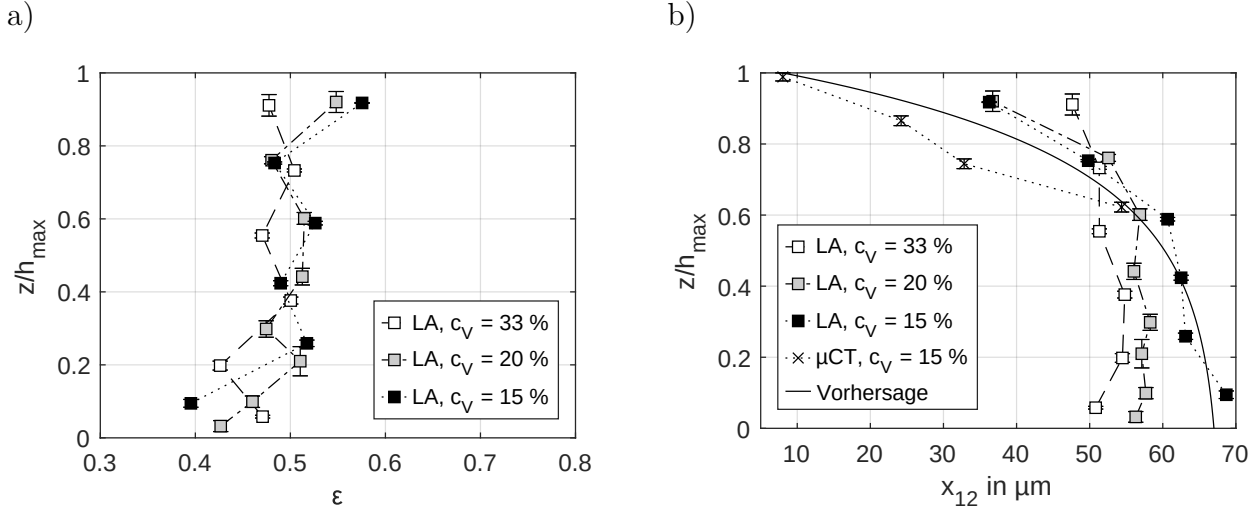


Abb. 5.10.: Verlauf von Porosität und Sauterdurchmesser über der normierten Kuchenhöhe ($\Delta p = 500\text{ mbar}$, $\bar{h}_c = 3\text{ cm}$).

Der experimentelle Verlauf $x_{12}(z)$ für $c_V = 15\%$ in Abb. 5.10 kann durch eine empirische Gleichung angenähert werden.

$$x_{12} = x_{12,0} - \Delta x_{12}^{z/h_{\max}} \quad (5.3)$$

$x_{12,0}$ und Δx_{12} beschreiben den Sauterdurchmesser an der Kuchenunterseite sowie den Betrag der Abnahme des Sauterdurchmessers entlang der Kuchenhöhe gemäß eines Potenzgesetzes. Die Werte für $x_{12,0}$ und Δx_{12} werden im Folgenden auf Basis des kapillaren Eintrittsdrucks und der Durchströmungsgeschwindigkeit aus Tab. 5.5 abgeschätzt.

Für die Partikelgröße an der Kuchenoberseite folgt basierend auf dem reziproken Zusammenhang zwischen Eintrittskapillardruck und Sauterdurchmesser gemäß des Newitt-Kozeny-Ansatzes [24]:

$$\begin{aligned} x_{12}(z/h_{\max} = 1, c_V = 15\%) &= \frac{p_{c,e}(c_V = 15\%)}{p_{c,e}(c_V = 33\%)} x_{12}(z/h_{\max} = 1, c_V = 33\%) \\ &\approx 12\text{ }\mu\text{m} \end{aligned}$$

Die Vorhersage von $12\text{ }\mu\text{m}$ für den Sauterdurchmesser an der Kuchenoberseite auf Basis des kapillaren Eintrittsdrucks ist mit relativ großen Unsicherheiten behaftet. Der Vergleich mit dem experimentellen Wert von $8\text{ }\mu\text{m}$ zeigt jedoch, dass er einen guten Orientierungswert bzgl. der Größenordnung des Sauterdurchmessers liefert.

Zusätzlich wird eine Parameterbestimmung auf Basis der Durchströmungsgeschwindigkeit herangezogen. Der integrale Kuchenwiderstand eines Filterkuchens ist definiert als:

$$R_c = \bar{r}_c h_c = \int_z^{h_c} r_c(z) dz \quad (5.4)$$

Da der Kuchenwiderstand des Referenzfilterkuchens für $c_V = 33\%$ bekannt ist (s. Abschnitt 4.2) folgt mit $\bar{v} \propto 1/(R_c + R_m)$ unter Einsetzen der Carman-Kozeny-Gleichung [16] und 5.3:

$$\begin{aligned} R_c(c_V = 15\%) &= \frac{\bar{v}(c_V = 33\%)}{\bar{v}(c_V = 15\%)} (R_c(c_V = 33\%) + R_m) - R_m \\ &= R_c(c_V = 33\%) \bar{x}_{12}^2(c_V = 33\%) \int_z^{h_c} \frac{1}{(x_{12,0} - \Delta x_{12} z/h_{\max})^2} dz/h_{\max} \end{aligned}$$

Durch numerische Lösung des Integrals unter Einhaltung der Randbedingung $\bar{x}_{12} \approx 53\text{ }\mu\text{m}$ für den Mittelwert des Sauterdurchmessers können die Parameter $x_{12,0} = 68\text{ }\mu\text{m}$ und $\Delta x_{12} = 60\text{ }\mu\text{m}$ berechnet werden. Damit ergibt sich ein Sauterdurchmesser von $8\text{ }\mu\text{m}$ an der Kuchenoberseite und $67\text{ }\mu\text{m}$ an der Kuchenunterseite, welche gut mit den experimentellen Ergebnissen übereinstimmen. Die daraus resultierende Vorhersage für den Verlauf des Sauterdurchmessers als Funktion der normierten Kuchenhöhe durch Gl. 5.3 ist ebenfalls in Abb. 5.10 eingezeichnet. Sie liegt zwischen den Ergebnissen der Schichtanalyse sowie μCT -Messung und zeigt eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen Daten.

5.2.3. Waschergebnisse

Nachfolgend werden die Waschergebnisse der Filterkuchen mit Deckschicht durch Senkung des Feststoffvolumenanteils innerhalb der Suspension auf $c_V = 20\%$ und 15% den Waschergebnissen des Referenzfilterkuchens ohne Deckschicht mit $c_V = 33\%$ gegenübergestellt (Abb. 5.11). Jeder Messpunkt resultiert aus einem separaten Experiment mit individuellen Filterkuchen und einer Kuchenanalytik. Die Fehlerbalken resultieren aus den Fehlerannahmen in Anhang A.2. Es wird eine gute Wiederholgenauigkeit mit nur geringfügigen Abweichungen zwischen den einzelnen Messpunkten erreicht. Die Waschergebnisse sind reproduzierbar und lassen sich in in den bekannten Verlauf mit Verdrängungs-, Dispersions- und Diffusionsbereich einteilen.

Zwischen den Waschergebnissen mit und ohne Deckschicht in Abb. 5.11 sind keine Unterschiede erkennbar. Eine Deckschicht führt im Fall des verwendeten Stoffsystems weder zu einer Verschlechterung noch zu einer Besserstellung der Waschergebnisse bezüglich des erforderlichen Waschflüssigkeitsbedarfs zum Erreichen einer spezifizierten Kuchenreinheit.

Die mittlere Verweilzeit und damit die Waschzeit nimmt aufgrund der Deckschicht jedoch deut-

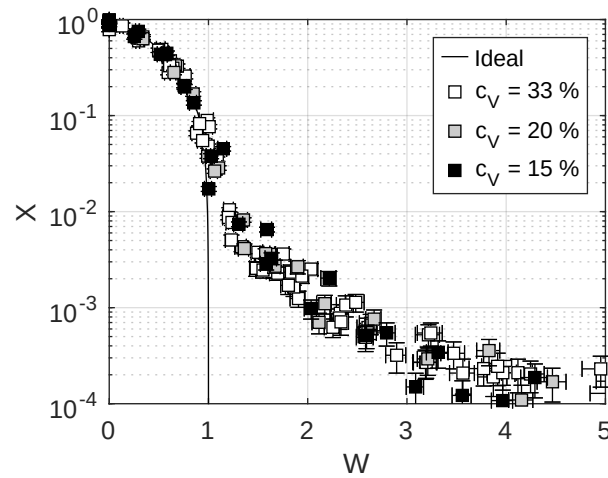


Abb. 5.11.: Waschdiagramm mit Waschkurve eines ebenen Filterkuchens ohne ($c_V = 33\%$) und mit Deckschicht ($c_V = 20\%$, $c_V = 15\%$). Druckdifferenz: $\Delta p = 500$ mbar, Kuchenhöhe: $\bar{h}_c = 3$ cm.

lich zu, wie in Tabelle 5.6 dargestellt. Die Waschzeiten erhöhen sich aufgrund der Bildung einer Deckschicht feiner Partikel an der Kuchenoberseite um etwa 200 %. Dies führt zu einer Erhöhung der Prozesszeit bzw. Apparategröße, wodurch die Investitions- und Betriebskosten eines Filters steigen bzw. der mögliche Durchsatz sinkt.

Tabelle 5.6.: Mittlere Verweilzeit während der Durchströmungswäsche der Filterkuchen ohne ($c_V = 33\%$) und mit ($c_V = 20\%$ und $c_V = 15\%$) Deckschicht ($\Delta p = 500$ mbar, $\bar{h}_c = 3$ cm).

	$\bar{\tau}_w$ (s)	$\Delta\bar{\tau}_w/\bar{\tau}_w$
$c_V = 33\%$	57	–
$c_V = 20\%$	167	+193 %
$c_V = 15\%$	193	+239 %

Die in der Literatur vorherrschende Lehrmeinung vertritt die Auffassung, dass das Waschergebnis innerhalb des Diffusionsbereichs kinetiklimitiert ist und deshalb lediglich von der zur Verfügung stehenden Waschzeit – nicht der Waschflüssigkeitsmenge – abhängt [1, 2, 26, 31]. Die dargestellten Ergebnisse in Abb. 5.11 stehen im Gegensatz zu dieser Lehrmeinung. Eine Erhöhung der Waschzeit im Diffusionsbereich führt im untersuchten Fall nicht zu einer Zunahme der Steigung von $X(W)$. Der diffusive Stofftransport aus nicht-durchströmten Bereichen in durchströmte Bereiche des Filterkuchens ist damit nicht allein abhängig von der zur Verfügung stehenden Waschzeit, sondern wird bspw. auch durch den Betrag der Durchströmungsgeschwin-

digkeit beeinflusst (s. Abschnitt 5.3.3).

5.3. Modellierung

5.3.1. Modellentwicklung

Um den Einfluss von inhomogener Filterkuchengeometrie und -struktur auf die Durchströmungswäsche vorherzusagen, ist eine mehrdimensionale Lösung der zugrundeliegenden Differenzialgleichungen für Strömungsmechanik und Stofftransport notwendig [22]. Um das verzerrte Strömungsfeld im Inneren eines Filterkuchen aufgrund verschiedener Durchströmungswiderstände durch strukturelle und geometrische Inhomogenitäten zu berücksichtigen, muss dieses zunächst durch eine Strömungssimulation berechnet und anschließend auf mithilfe des Dispersionsmodells auf den Stofftransport angewendet werden.

Die Massenerhaltung (Kontinuitätsgleichung) stationärer, inkompressibler Fluidströmungen innerhalb eines porösen Systems besagt, dass die Divergenz des Vektors der Strömungsgeschwindigkeit null ergibt [22].

$$\nabla \vec{v} = 0 \quad (5.5)$$

Die differentielle Form der Darcy-Gleichung liefert die Basis für den Impulserhaltungssatz der Fluidströmung:

$$\vec{v} = \frac{1}{\eta r_c} \nabla p \quad (5.6)$$

Durch Kombination beider Gleichungen 5.5 und 5.6 ergibt sich eine einzige Gleichung zur Beschreibung der Fluidodynamik. Aus deren Lösung folgt das Druckfeld $p(x, y, z)$ innerhalb eines Filterkuchens und damit das Strömungsfeld.

$$\nabla(1/r_c \nabla p) = 0 \quad (5.7)$$

Die Massenerhaltung des gelösten Stoffes, welcher während der Waschung aus dem Filterkuchen entfernt wird, basiert auf der Dispersionsgleichung in ihrer allgemeinen dreidimensionalen Form [22].

$$\varepsilon \frac{\partial c}{\partial t} = \nabla(\varepsilon \mathbf{D} \nabla c) - \nabla(\vec{v} c) + \varepsilon T \quad (5.8)$$

Sie beschreibt die zeitliche Stoffmengenänderung einer gelösten Substanz ($\partial n / \partial t$) innerhalb eines diskreten Volumenelements und beinhaltet Terme des konvektiven ($\nabla(\vec{v} c)$) und dispersiven ($\nabla(\varepsilon \mathbf{D} \nabla c)$) Stofftransports. Der Dispersionstensor $\mathbf{D}$ ist ein symmetrischer Tensor zweiter Stufe, dessen Komponenten von dem Betrag und der Richtung der Strömungsgeschwindigkeit

sowie der mikroskopischen Porenstruktur des Filterkuchens abhängen.

$$\mathbf{D} = \begin{bmatrix} D_{xx} & D_{xy} & D_{xz} \\ D_{yx} & D_{yy} & D_{yz} \\ D_{zx} & D_{zy} & D_{zz} \end{bmatrix} = \mathbf{R} \begin{bmatrix} D_T & 0 & 0 \\ 0 & D_T & 0 \\ 0 & 0 & D_L \end{bmatrix} \mathbf{R}^T \quad (5.9)$$

Im Fall einer eindimensionalen Strömung in Richtung einer Hauptachse des Koordinatensystems (hier: z -Achse) ist der Dispersionstensor eine Diagonalmatrix, dessen Einträge dem longitudinalen (D_L , in Strömungsrichtung) und transversalen (D_T , orthogonal zur Strömungsrichtung) Dispersionskoeffizienten entsprechen. Die Rotationsmatrix $\mathbf{R}$ beinhaltet Informationen über die lokale Strömungsrichtung und wird aus dem Vektor der Strömungsgeschwindigkeit berechnet [22].

Auf der Grundlage experimenteller Untersuchungen der Literatur kann angenommen werden, dass der transversale Dispersionskoeffizient etwa eine Größenordnung geringer ist als der longitudinale Dispersionskoeffizient [10].

$$D_T = 10^{-1} D_L \quad (5.10)$$

Der longitudinale Dispersionskoeffizient D_L ist materialspezifisch und abhängig von verschiedenen Prozessparametern und Haufwerkseigenschaften, weshalb er experimentell bestimmt werden muss (s. Abschnitt 5.3.3).

Die Differenzialgleichungen 5.7 und 5.8 werden durch eine örtlich Diskretisierung mithilfe einer Finite-Differenzen-Methode gelöst. Für die zeitliche Diskretisierung von Gl. 5.8 wird das Crank-Nicolson Verfahren verwendet [26].

Durch den Quellen- und Senkenterm T wird gemäß des Zwei-Kammern-Modells von Sprott et al. [26] ein diffusiver Stoffübergang von stagnierenden in durchströmte Flüssigkeitsbereiche berücksichtigt. Durch diesen Term ist eine Beschreibung des Diffusionsbereichs der Waschkurve möglich. Für die Konzentrationsänderung innerhalb des durchströmten Volumenanteils $1 - f$ gilt:

$$\varepsilon \frac{\partial c_{\text{flow}}}{\partial t} = \nabla(\varepsilon \mathbf{D} \nabla c_{\text{flow}}) - \nabla(\vec{v} c_{\text{flow}}) + \varepsilon T \quad (5.11)$$

Für die Konzentrationsänderung innerhalb des stagnierenden Volumenanteils f gilt:

$$T = -\frac{f}{1-f} \frac{\partial c_{\text{stag}}}{\partial t} = \frac{f}{1-f} k a (c_{\text{stag}} - c_{\text{flow}}) \quad (5.12)$$

Die Gesamtkonzentration innerhalb des Filterkuchens folgt aus der Superposition beider Gleichungen:

$$c_{\text{ges}} = (1 - f) c_{\text{flow}} + f c_{\text{stag}} \quad (5.13)$$

Da die Gesamtkonzentration c_{ges} innerhalb eines diskreten Zeitschrittes Δt konstant ist, können die beiden Gleichungen 5.11 und 5.12 entkoppelt voneinander gelöst werden. Für den zeitlichen Verlauf der Konzentration der stagnierenden Flüssigkeitsbereiche innerhalb eines Zeitschrittes Δt ergibt sich:

$$c_{\text{stag}}(t + \Delta t) = c_{\text{ges}} - (c_{\text{ges}} - c_{\text{stag}}(t)) \exp\left(-\frac{k a \Delta t}{1 - f}\right) \quad (5.14)$$

5.3.2. Randbedingungen

Zur Lösung der beiden Gleichungen 5.7 und 5.8 ist die Vorgabe von geeigneten Randbedingungen notwendig. Der Druck an Eingang und Ausgang des Filterkuchens ($z = 0$, $z = h_c$) sind über die Druckdifferenz Δp miteinander verknüpft.

$$\Delta p = p_{\text{Inlet}} - p_{\text{Outlet}} \quad (5.15)$$

An den seitlichen Rändern des Filterkuchens wird der laterale Druckgradient null gesetzt, um eine Strömung durch die Apparatewand zu verhindern.

$$\frac{\partial p}{\partial x} = \frac{\partial p}{\partial y} = 0 \quad (5.16)$$

Es wird ein finites Bett angenommen, d.h. es wird kein Stofftransport über die Ränder des Filterkuchens berücksichtigt. Der Stoffmengenstrom an der Eintrittsfläche des Filterkuchens entspricht der durch die Waschflüssigkeit eingetragenen Stoffmenge [3]:

$$\vec{n} (\vec{v} (c - c_w) - \varepsilon \mathbf{D} \nabla c) = 0 \quad (5.17)$$

Hier bei ist $\vec{n} = \nabla h_c / |\nabla h_c|$ der Normalenvektor der Kuchenoberfläche. An der Abströmseite wird die von Danckwerts [6] vorgeschlagene Randbedingung verwendet:

$$\frac{\vec{v}}{|\vec{v}|} \nabla c = 0 \quad (5.18)$$

Als Anfangsbedingung wird eine konstante Porenkonzentration innerhalb des Filterkuchens vorgegeben.

$$c_{\text{stag}}(x, y, z) = c_{\text{flow}}(x, y, z) = c_0 \quad (5.19)$$

5.3.3. Modellparameter

Das Modell weist zusätzlich zu den vorzugebenden, experimentell bestimmten Prozessparametern (Δp), Stoffdaten (η , $\bar{r}_c(\bar{\varepsilon}, \bar{x}_{12})$, R_m), sowie Geometrie- und Strukturdaten ($\varepsilon(x, y, z)$, $x_{12}(x, y, z)$, $h_c(x, y)$) drei materialspezifische Anpassungsparameter auf, welche anhand experimenteller Waschdaten bestimmt werden müssen.

1. Longitudinaler Dispersionskoeffizient D_L
2. Kinetikparameter des diffusiven Stoffübergangs ka
3. Volumenanteil stagnierender Flüssigkeitsbereiche f

Dies ist in Abb. 5.12 am Beispiel der Referenzwaschkurve eines ebenen Filterkuchens gezeigt. Die Abweichung zwischen experimentellen Daten und dem Ergebnis des Dispersionsmodells wird unter Anpassung der Modellparameter D_L , ka und f minimiert. Als Fehlerfunktional J wird eine Fehlerquadratsumme der Form

$$J = (\log(X_{\text{exp}}) - \log(X_{\text{calc}}))^2 \quad (5.20)$$

verwendet. Das Dispersionsmodell ist in der Lage, die experimentellen Daten des homogenen Filterkuchens gut wiederzugeben. Auf Basis der experimentellen Fehlerbalken wird eine Schwankungsbreite der Modellparameter bestimmt, um die Unschärfe der Experimente auch in der Modellierung darzustellen. Dazu werden die Materialparameter an die drei Datensätze $X(W)$, $X + \Delta X(W + \Delta W)$ und $X - \Delta X(W - \Delta W)$ angepasst. Dies resultiert in einem Anpassungsbereich anstelle einer einzelnen Anpassungskurve.

Um den Einfluss der Prozessbedingungen auf den longitudinalen Dispersionskoeffizienten D_L und den Kinetikparameter ka zu ermitteln, werden diese für das untersuchte Stoffsystem JP130 für verschiedene Waschkurven eines ebenen Filterkuchens unter dem in Abschnitt 4.3 beschriebenen Vorgehen ermittelt. Dazu werden die Filterkuchenhöhe h_c und die Druckdifferenz Δp zwischen den einzelnen Versuchsreihen variiert. Die dadurch resultierenden Unterschiede in den Prozessbedingungen werden in der diffusiven Péclet-Zahl Pe_m widergespiegelt.

$$Pe_m = \frac{v x_{12}}{\varepsilon D_m} \quad (5.21)$$

Für den Diffusionskoeffizienten D_m wird ein Wert von $1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ angenommen, was näherungsweise dem Diffusionskoeffizienten von Na^+ in Wasser bei 20°C entspricht [18]. Die Ergebnisse sind in Abb. 5.13 dargestellt. Sowohl D_L als auch ka nehmen mit steigender Péclet-Zahl

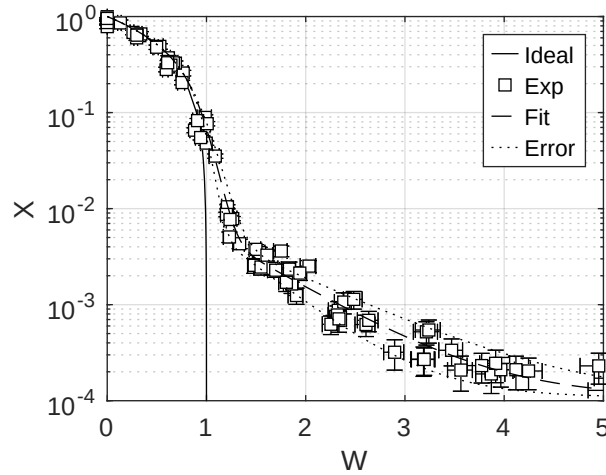


Abb. 5.12.: Bestimmung der Modellparameter $D_L = 1,468 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$, $ka = 0,024 \text{ s}^{-1}$ und $f = 0,52 \%$ anhand experimenteller Waschdaten $X(W)$ eines ebenen Filterkuchens für JP130. Kuchenhöhe: $h_c = 3,0 \text{ cm}$, Druckdifferenz: $\Delta p = 500 \text{ mbar}$.

Pe_m zu. Der Zusammenhang $D_L(Pe_m)$ und $ka(Pe_m)$ kann durch empirische Gleichungen der Form

$$\frac{D_L}{D_m} = K_1 Pe_m^{m_1}, \quad ka = K_2 Pe_m^{m_2} \quad (5.22)$$

beschreiben werden. Eine Anpassung dieser empirischen Gleichungen an die aus den experimentellen Waschdaten ermittelten Ergebnissen ist ebenfalls in Abb. 5.13 gezeigt. Für die Parameter m_1 und m_2 gilt in beiden Fällen näherungsweise $m_1 \approx m_2 \approx 1$, was eine lineare Zunahme von Dispersion und diffusivem Stoffübergang mit der diffusiven Péclet-Zahl Pe_m bedeutet.

Da die Strömungsgeschwindigkeit innerhalb von Filterkuchen inhomogener Kuchengeometrie und -struktur nicht konstant ist und sich damit die Péclet-Zahl lokal ändert, treten bei deren Waschung lokal unterschiedliche Werte für D_L und ka im selben Filterkuchen auf. Dies steht im Gegensatz zur Waschung homogener Filterkuchen, bei denen gemäß der Darcy-Gleichung von einer konstanten Durchströmungsgeschwindigkeit ausgegangen werden kann. Um den Einfluss der Péclet-Zahl innerhalb des Modells zu berücksichtigen, werden anstelle des longitudinalen Dispersionskoeffizienten D_L und des Kinetikparameters ka die dispersive Péclet-Zahl $Pe_L = v x_{12}/(\varepsilon D_L)$ und das Verhältnis aus Kinetikparameter und Durchströmungsgeschwindigkeit ka/v als Anpassungsparameter verwendet. Die resultierenden Materialparameter des Dispersionsmodells sind in Tabelle 5.7 aufgelistet. Sie spiegeln das Durchströmungswaschverhalten eines Stoffsystems wider, unabhängig von Kuchengeometrie sowie Kuchenstruktur. Die Fehlerbänder ($\pm \text{Error}$) geben die aus den Messungenauigkeiten der zugrundeliegenden experimentellen Daten resultierende Ungenauigkeit der Materialparameter an (s. o.).

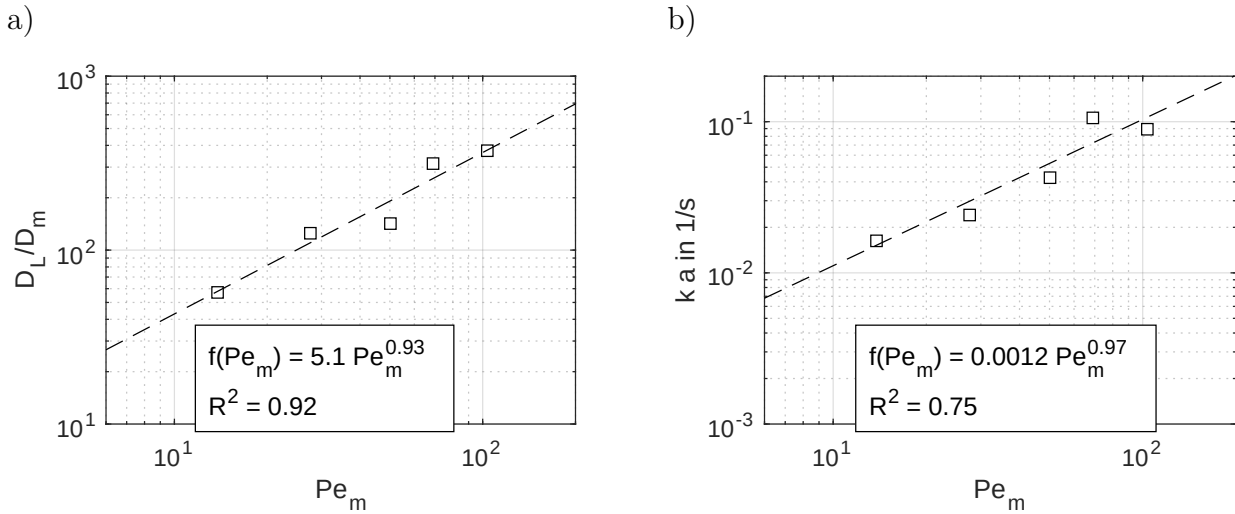


Abb. 5.13.: Einfluss der diffusiven Peclet-Zahl Pe_{mm} auf den longitudinalen Dispersionskoeffizienten D_L und den Kinetikparameter ka für JP130.

5.3.4. Modellvalidierung

Auf Basis experimenteller Daten zur Waschung homogener Filterkuchen („Referenzwaschkurve“) werden in Abschnitt 5.3.3 geometrie- und struktur-unabhängige Materialparameter des Dispersionsmodells ermittelt. Diese sollen im Folgenden verwendet werden, um prädiktive Modellvorhersagen zur Durchströmungswaschung der in den Abschnitten 5.1 und 5.2 untersuchten inhomogenen Filterkuchen zu treffen.

Die prädiktiven Modellvorhersagen basieren auf der Referenzwaschkurve eines homogenen Filterkuchen, welche das allgemeine Waschverhalten des Stoffsystems wiedergibt. Die Vorgabe der inhomogenen Kuchengeometrie ($h_c(x, y)$) oder Kuchenstruktur ($x_{12}(x, y, z)$ und $\varepsilon(x, y, z)$) stellt die einzige weitere Information dar, welche für die Vorhersagen notwendig ist. Durch den Vergleich zwischen der Modellvorhersage und den experimentellen Daten ist eine Validierung bzw. Falsifikation und Bewertung des Modells möglich.

Inhomogene Kuchengeometrie

Es wird zunächst der Fall eines Filterkuchens mit Trapezvertiefung in der Kuchenoberfläche betrachtet. Die charakteristischen Abmessungen sind in Tabelle 5.1 aufgelistet.

In Abb. 5.14 ist das Ergebnis der Berechnung des Druck- und Geschwindigkeitsfelds innerhalb des Filterkuchens mit Trapezvertiefung dargestellt. Es wird der Querschnitt des Filterkuchens dargestellt. Es ist zu beachten, dass die Druckdifferenz von $\Delta p = 500$ mbar zwischen Filterku-

Tabelle 5.7.: Materialparameter (dispersive Péclet-Zahl, Verhältnis aus Kinetikparameter des diffusiven Stoffübergangs und Strömungsgeschwindigkeit sowie Volumenanteil stagnierender Flüssigkeitsbereiche) des Dispersionsmodells für JP130.

	Pe_L 1	$k a/v$ m^{-1}	f 1
JP130-2021	0,188	96	$5,2 \cdot 10^{-3}$
–Error	0,349	128	$5,6 \cdot 10^{-3}$
+Error	0,128	76	$4,9 \cdot 10^{-3}$
JP130-2022	0,129	132	$2,21 \cdot 10^{-2}$
–Error	1,943	183	$2,49 \cdot 10^{-2}$
+Error	0,060	96	$1,61 \cdot 10^{-2}$

chenoberseite und der Unterseite des Filtermediums abgebaut wird und nur der Kuchenquerschnitt dargestellt ist.

Die Druckgradienten sind im Bereich der minimalen Filterkuchenhöhe am größten, was zu einem Maximum der Strömungsgeschwindigkeit führt. Im Bereich der maximalen Kuchenhöhe ist die Strömungsgeschwindigkeit deutlich geringer. Aufgrund der Höhenunterschiede sind die Stromlinien innerhalb des Filterkuchens nicht parallel zueinander, sondern gekrümmt. Aufgrund dieser Krümmung tritt am Übergang von maximaler zu abnehmender Kuchenhöhe der geringste Druckgradient und damit die geringste Strömungsgeschwindigkeit auf.

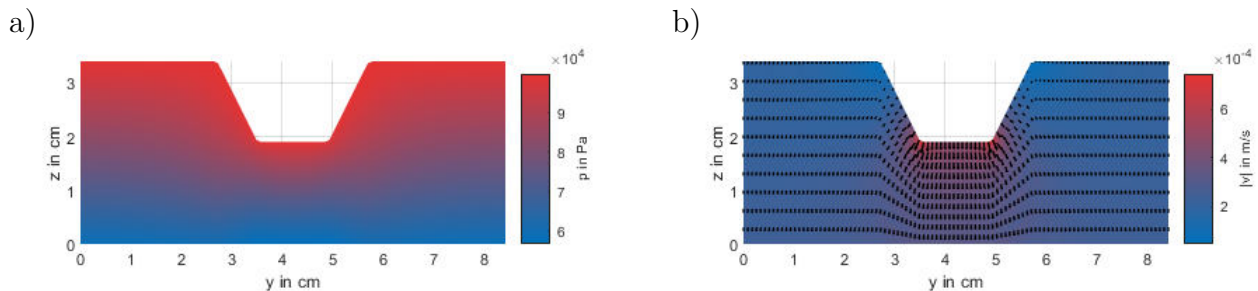


Abb. 5.14.: Berechnung des Druck- und Geschwindigkeitsfelds innerhalb eines Filterkuchens mit Trapezvertiefung. Kuchenhöhe: $h_c = 3,0$ cm, Druckdifferenz: $\Delta p = 500$ mbar.

In Abb. 5.15a ist die berechnete Vorhersage des Konzentrationsfelds in Form des Restanteils X bei einem Waschverhältnis von $W = 0,33$ sowie $W = 0,67$ im Querschnitt dargestellt. Aufgrund der hohen Durchströmungsgeschwindigkeit im Bereich der minimalen Kuchenhöhe erfolgt hier ein deutlich verfrühter Durchbruch der Waschflüssigkeit an der Kuchenunterseite. In den Bereichen der maximalen Kuchenhöhe fließt die Waschflüssigkeit langsamer. Am Übergang von maximaler zu abnehmender Kuchenhöhe treten „Einschnitte“ innerhalb des Konzentrations-

felds bzw. am Übergang von Waschflüssigkeit (türkis) zu Mutterflüssigkeit (ocker) auf. Diese werden durch den entlang dieses Strömungswegs auftretenden, minimalen Druckgradienten und die damit verbundene minimale Durchströmungsgeschwindigkeit verursacht. Ebenfalls dargestellt sind die experimentellen Farbversuche (Abb. 5.15b) aus Abschnitt 5.1.3. Der qualitative Vergleich zwischen prädiktiver Modellvorhersage und Farbversuch zeigt für beide Waschverhältnisse eine gute Übereinstimmung.

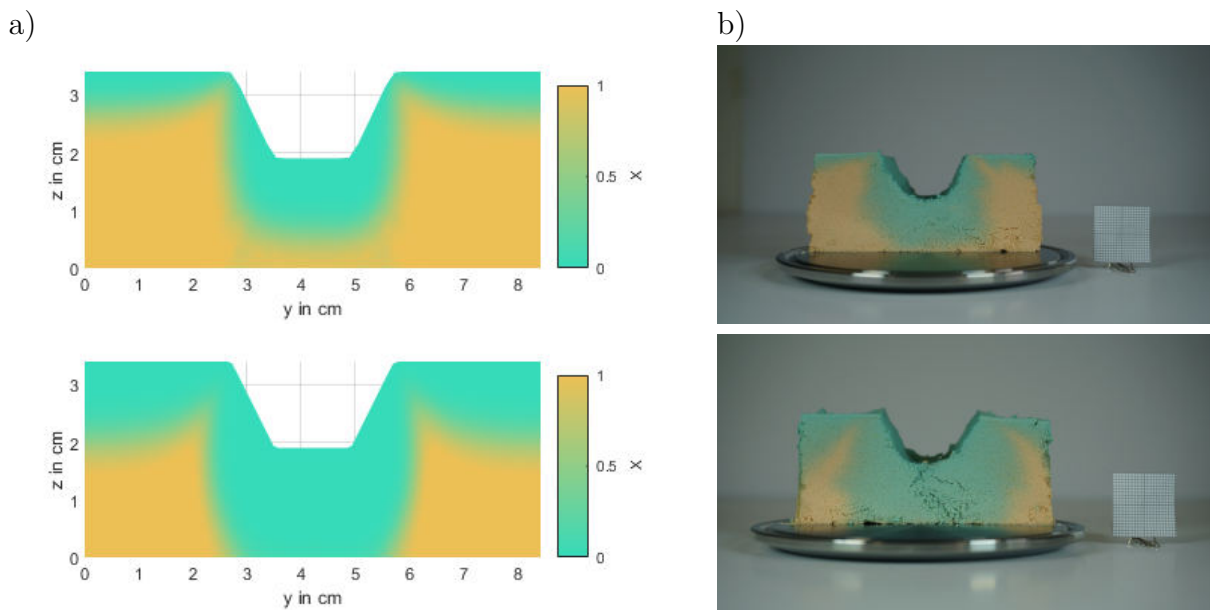


Abb. 5.15.: Vergleich zwischen a) prädiktiver Modellvorhersage des Konzentrationsprofils und b) Farbversuchen eines Filterkuchens mit Trapezvertiefung für Waschverhältnisse von $W = 0,33$ und $W = 0,67$. Kuchenhöhe: $h_c = 3,0$ cm, Druckdifferenz: $\Delta p = 500$ mbar. Modellparameter: Tabelle 5.7.

In Abb. 5.16 ist die Vorhersage der Waschkurve eines Filterkuchens mit Trapezvertiefung dargestellt. Sie wird der Modellanpassung aus Abb. 5.12 gegenübergestellt, welche die Waschkurve eines homogenen Filterkuchens widerspiegelt.

Der Dispersionsbereich der Waschkurve des Filterkuchens mit Trapezvertiefung ist im Vergleich zu der Waschkurve eines homogenen Filterkuchens deutlich breiter. Eine inhomogene Kuchen-geometrie führt zu einer Erhöhung des Waschverhältnisses W , um den gleichen Restanteil X zu erreichen. Der Diffusionsbereich wird im Vergleich zu der Waschkurve eines homogenen Filterkuchens erst bei höheren Waschverhältnissen erreicht. Die Vorhersage des Einflusses der Filterkuchengeometrie auf das Waschergebn stimmt qualitativ und quantitativ mit den experimentellen Erkenntnissen aus Abschnitt 5.1.4 überein (s. Abb. 5.16).

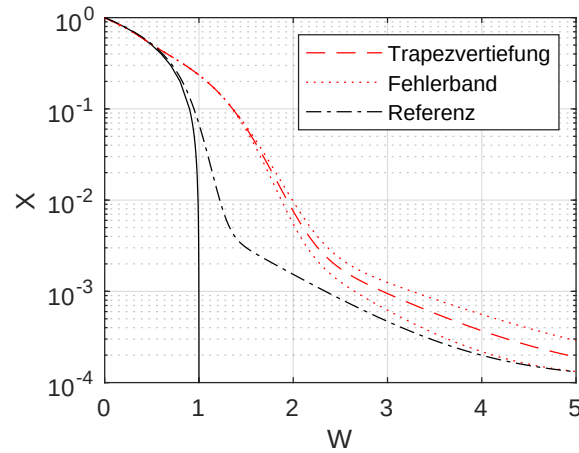


Abb. 5.16.: Waschdiagramm mit prädiktiver Modellvorhersage und Fehlerband der Waschkurve eines Filterkuchens mit Trapezvertiefung im Vergleich zur Anpassung an die Referenzwaschkurve eines ebenen Filterkuchens ($c_V = 33\%$, $\Delta p = 500$ mbar, $\bar{h}_c = 3$ cm).

Die quantitativen Modellvorhersagen der Waschkurven $X(W)$ für Filterkuchen mit Trapezvertiefung, Trapezerhebung, Krater und Keilform sind in Abb. 5.17 gezeigt. Zusätzlich sind in Abb. 5.17 die experimentellen Daten der vier untersuchten Kuchengeometrien aus Abschnitt 5.1.4 dargestellt. Der Vergleich von Modellvorhersage und Experiment zeigt eine sehr gute Übereinstimmung. Der Einfluss der Filterkuchengeometrie auf das Waschergebnis wird korrekt vorhergesagt. Der Ablösepunkt der Waschkurven von der durch die ideale Verdrängung beschriebenen Kurve stimmt gut überein. Im Dispersionsbereich liegt die Modellvorhersage auf den experimentellen Datenpunkten. Lediglich im Diffusionsbereich kommt es – v. a. im Fall der Trapezerhebung – zu Abweichungen zwischen Modell und Experiment. Die von dem Modell vorhergesagte Waschkurve verläuft unterhalb der experimentellen Waschergebnisse. Dies könnte z. B. auf eine leichte Deckschichtbildung im Fall der geometrieeinhomogenen Filterkuchen im Bereich der maximalen Kuchenhöhe zurückgeführt werden. Dies würde zu größeren Unterschieden in der Strömungsgeschwindigkeit führen, als auf Basis der Kuchengeometrie angenommen. Als Konsequenz kommt es im Bereich der maximalen Filterkuchenhöhe erst später zu einem Durchbruch der Waschflüssigkeit an der Kuchenunterseite und zu einem noch späteren Erreichen des Diffusionsbereichs.

Insgesamt stimmen die Modellvorhersagen gut mit den experimentellen Daten überein. Die Modellvalidierung ist erfolgreich und der Einfluss der Kuchengeometrie auf die Durchströmungswaschung wird korrekt von dem Modell wiedergegeben.

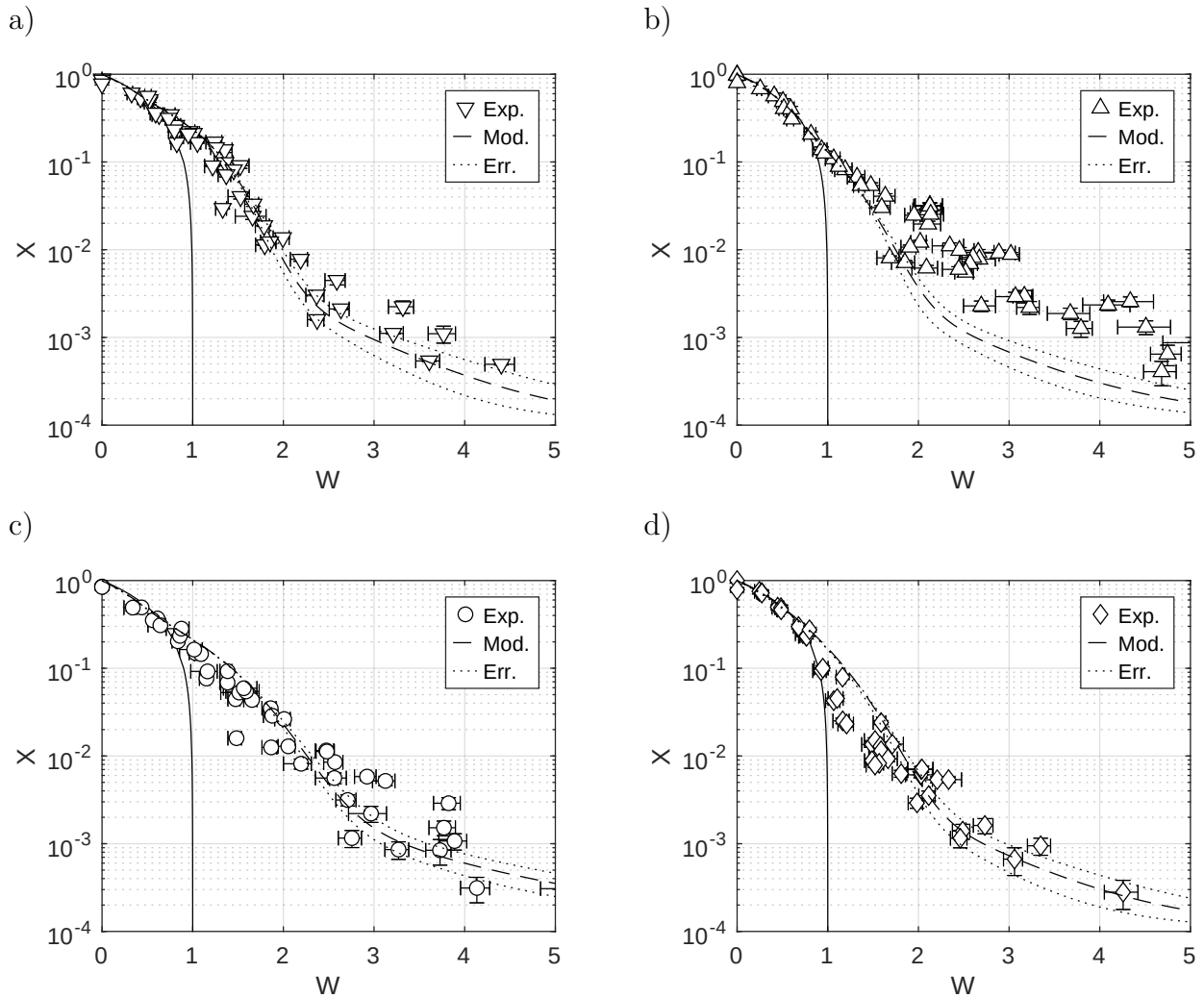


Abb. 5.17.: Waschdiagramm mit prädiktiven Modellvorhersagen („Mod.“), Fehlerband („Err.“) und experimentellen Waschkurven („Exp.“) eines Filterkuchens mit a) Trapezvertiefung, b) Trapezerhebung, c) Krater und d) Keil ($c_V = 33\%$, $\Delta p = 500$ mbar, $\bar{h}_c = 3$ cm).

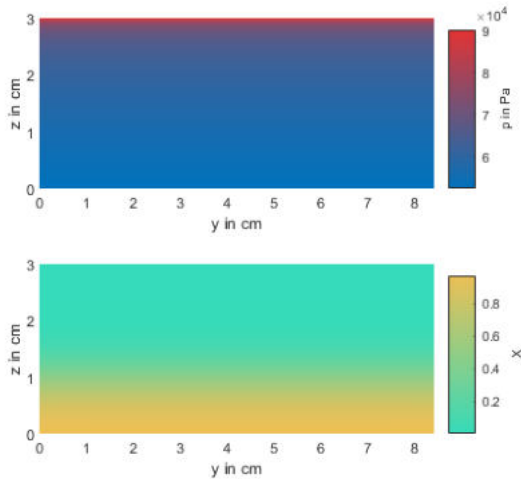
Inhomogene Kuchenstruktur

Im Folgenden wird ein Filterkuchens mit Deckschicht unter Vorgabe der experimentell ermittelten Kuchenstruktur gemäß Abschnitt 5.2.2 betrachtet. Dazu wird Verlauf des Sauterdurchmessers als Funktion der Kuchenhöhe durch Gl. 5.3 mit $x_{12,0} = 68 \mu\text{m}$ und $\Delta x = 60 \mu\text{m}$ beschrieben.

In Abb. 5.18a ist das Druck- und Konzentrationsfeld des Filterkuchens mit Deckschicht abgebildet. Die am Kuchen anliegende Druckdifferenz wird zum größten Teil innerhalb der Deckschicht des Filterkuchens abgebaut, da hier der größte Durchströmungswiderstand und damit Druckabfall auftritt ($\nabla p \propto r_c \vec{v}$).

Aus der Kontinuitätsgleichung folgt, dass die Durchströmungsgeschwindigkeit $\vec{v}$ innerhalb des Filterkuchens konstant ist. Im Vergleich zu einem homogenen Filterkuchen ohne Deckschicht ist der Betrag der Durchströmungsgeschwindigkeit jedoch deutlich geringer. Da die Durchströmungsgeschwindigkeit im gesamten Filterkuchen konstant ist, ist im Vergleich zu einem homogenen Filterkuchen bei gleichem Waschverhältnis keine Auswirkung auf das Konzentrationsfeld innerhalb des Verdrängungsbereichs zu erwarten. Lediglich die benötigte Waschzeit, um das gleiche Waschverhältnis zu erreichen, nimmt im Vergleich zu einem homogenen Filterkuchen zu.

a)



b)

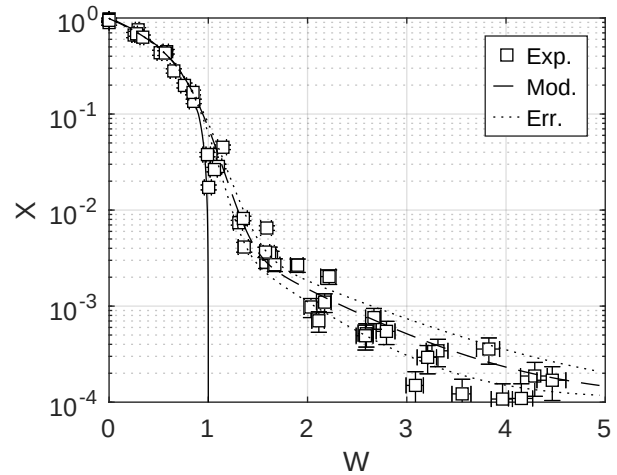


Abb. 5.18.: a) Berechnung des Druck- und Konzentrationsfelds ($W = 0,67$) innerhalb eines Filterkuchens mit Deckschicht. b) Vorhersage der Waschkurve („Mod.“) inklusive Fehlerband („Err.“) und Vergleich mit experimentellen Daten („Exp.“) eines Filterkuchens mit Deckschicht. Kuchenhöhe: $h_c = 3,0 \text{ cm}$, Druckdifferenz: $\Delta p = 500 \text{ mbar}$.

Der Vergleich der Modellvorhersage für die Waschkurve in 5.18b mit den experimentellen Daten

zeigt eine gute Übereinstimmung. Tendenziell führt eine Abnahme der Strömungsgeschwindigkeit gemäß Abb. 5.13a zu einer Abnahme der Dispersion und damit zu einer Verbesserung des Waschergebnisses im Dispersionsbereich. Im Rahmen der Messgenauigkeit ist der Einfluss dieses Effekts jedoch vernachlässigbar.

Die Ergebnisse im Diffusionsbereich widersprechen der etablierten Auffassung, dass eine Zunahme der Waschzeit aufgrund einer zeitlichen Limitierung der Waschung im Diffusionsbereich zu einer Verbesserung des Waschergebnisses führt. Der Grund ist die Abhängigkeit der diffusiven Stofftransportkinetik, d. h. des Kinetikparameters ka , von der Durchströmungsgeschwindigkeit (s. Abb. 5.13b). Zwar nimmt die für den diffusiven Stofftransport zur Verfügung stehende Waschzeit aufgrund der Deckschicht zu, gleichzeitig verlangsamt sich jedoch die Stofftransportkinetik aufgrund der abnehmenden Strömungsgeschwindigkeit. Da sich diese beiden Effekte für $ka \propto v$ gegenseitig kompensieren, zeigt die Deckschicht damit keinen Einfluss auf das Waschergebnis innerhalb des Diffusionsbereichs.

Insgesamt ist keine nennenswerte Auswirkung der Deckschicht auf die Waschkurve $X(W)$ und damit das Waschverhalten erkennbar, was mit den experimentellen Erkenntnissen aus Abschnitt 5.2.3 übereinstimmt. Lediglich die mittlere Verweilzeit bzw. die Waschzeit wird durch die Deckschicht stark erhöht, was wiederum einen erheblichen Einfluss auf die Kapazität des Filtrationsapparats aufweist.

6. Waschflüssigkeitsaufgabe im Labormaßstab

Die Auslegung von Waschprozessen beruht meist auf Experimenten im Labormaßstab, für deren Auswertung vereinfachende Annahmen getroffen werden. Dazu zählt meist die Annahme, dass während der Durchströmungswäsche keine mechanischen Wechselwirkungen zwischen der Waschflüssigkeit und dem Filterkuchen auftreten (z. B. mechanische Deformation der Kuchenoberfläche). Zudem können Laborversuche im kleinen Maßstab i. d. R. besser kontrolliert werden, was z. B. eine homogene und schonende Verteilung der Waschflüssigkeit auf dem Filterkuchen während der Wäsche erleichtert.

In der Realität treten unabhängig vom Maßstab Effekte auf, die das Ergebnis einer Kuchenwäsche unvorhersehbar beeinflussen können. Folgende Realeffekte hinsichtlich Wechselwirkungen der Waschflüssigkeit und der Kuchenoberfläche wurden im Zuge von AP1 zur Untersuchung ausgewählt:

Imperfekte Kuchenwäsche durch...

- ... Ungleichverteilung der Waschflüssigkeit durch das Aufgabesystem
- ... partielle Resuspendierung des Filterkuchens durch die Waschwasseraufgabe
- ... Änderung der Kuchengeometrie durch die Waschflüssigkeit

Die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen zu den genannten Imperfektionen werden in den folgenden Abschnitten diskutiert.

6.1. Ungleichverteilung der Waschflüssigkeit

Eine gleichmäßige Verteilung der Waschflüssigkeit auf der Kuchenoberfläche ist notwendig, um die Wäsche des vollständigen Kuchens zu gewährleisten. Bei ungenügender Verteilung werden Bereiche des Filterkuchens im Zeitraum der Wäsche nicht von der Waschflüssigkeit erreicht. In diesen Bereichen findet daher keine Durchströmungswäsche statt.

Bei Waschprozessen im industriellen Umfeld wird während der Waschflüssigkeitsaufgabe häufig ein Flüssigkeitsüberstand gebildet, um eine gleichmäßige Verteilung der Waschflüssigkeit über der Kuchenoberfläche zu gewährleisten. In diesem Fall erfolgt die Waschflüssigkeitsverteilung

nicht nur durch einen (ggf. imperfekten) Flüssigkeitsverteiler, sondern auch durch eine Fließbewegung auf der Filterkuchenoberfläche. Diese Prozessführung ist jedoch nur dann möglich, wenn Produkt- und Apparateeigenschaften dies zulassen.

So ist es z. B. bei schnell filtrierenden Produkten oder nicht-horizontalen Apparaten (z. B. Drehtrommelfilter) nicht möglich, einen Flüssigkeitsüberstand über dem Filterkuchen zu bilden. Die gleichmäßige Verteilung der Waschflüssigkeit muss daher durch einen Flüssigkeitsverteiler gewährleistet werden.

6.1.1. Methodenentwicklung

Die Beurteilung der Flüssigkeitsverteilung bildet oft eine große Herausforderung bei der Auswahl eines Aufgabesystems für die Kuchenwäsche. Die Konstruktion und Inbetriebnahme von Flüssigkeitsverteilern beruht oft auf Erfahrungswerten und qualitativen Erkenntnissen zur optisch erkennbaren Flüssigkeitsverteilung.

Zur quantitativen Beschreibung der Flüssigkeitsverteilung wird eine Methode vorgestellt, die in der thermischen Verfahrenstechnik zur Beschreibung der Flüssigkeits(wieder)verteilung in Packungskolonnen angewendet wird. In Packungskolonnen werden verschiedene Einbauten verwendet, um durch eine möglichst gleichmäßige Verteilung des zu trennenden Stoffgemischs über den Kolonnenquerschnitt eine möglichst hohe Trenneffizienz zu erzielen. Die quantitative Beschreibung der Flüssigkeitsverteilung erfolgt mit Hilfe einer dimensionslosen Kennzahl, dem Maldistributionsfaktor M_f nach Hoek et al. [13]. Diese etablierte Methode wird zur Bewertung der Flüssigkeitsverteilung bei der Filterkuchenwäsche adaptiert.

Der Maldistributionsfaktor M_f beschreibt die relative Abweichung des Volumenstroms in einem diskreten Flächenelement bezogen auf den mittleren Volumenstrom und die Gesamtfläche des betrachteten Querschnitts. Zur experimentellen Bestimmung des Maldistributionsfaktors wird ein 3D-gedrucktes Charakterisierungstool hergestellt, das die gesamte Querschnittsfläche A der verwendeten Nutsche in insgesamt $n = 45$ diskrete Teilflächen i unterteilt. Die Teilflächen A_i sind aus den Daten der Konstruktionssoftware bekannt. Abbildung 6.1 zeigt das verwendete Charakterisierungstool zur quantitativen Beschreibung der Flüssigkeitsverteilung

Zur Ermittlung des Maldistributionsfaktors wird das Charakterisierungstool anstatt des Nutschenbodens am Nutschenkörper befestigt. Anschließend wird der zu charakterisierende Flüssigkeitsverteiler auf der Nutsche angebracht. Im nächsten Schritt erfolgt die Dosierung der Waschflüssigkeit über den Dosierbehälter mit definiertem Volumenstrom und vorgegebener Dosierzeit t_{dos} . Die Waschflüssigkeit wird vom Flüssigkeitsverteiler verteilt und in den Zellen des

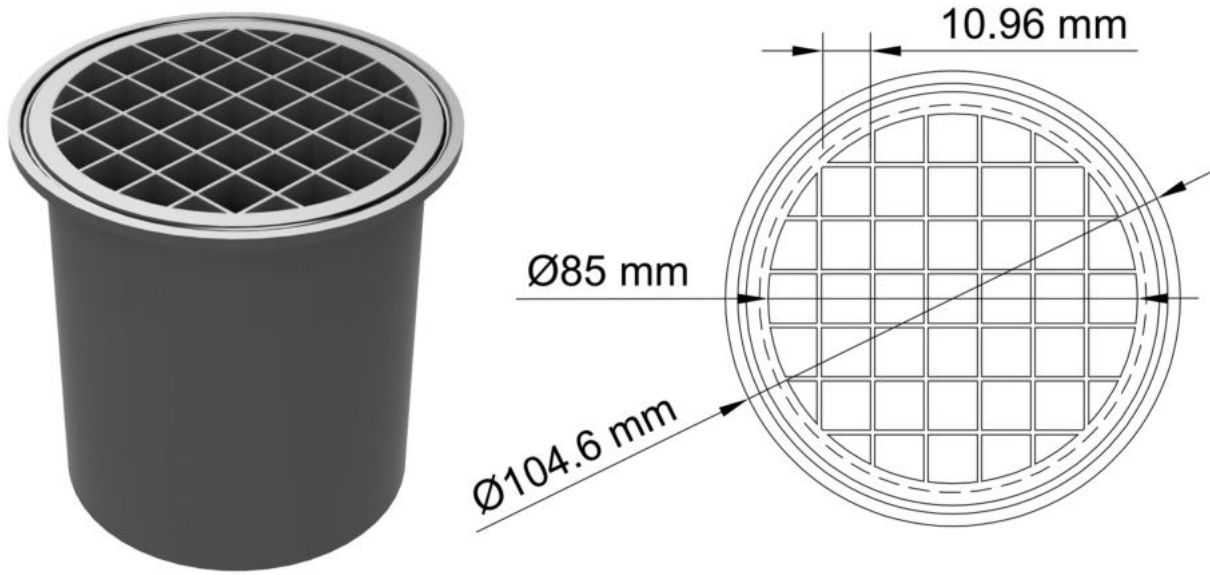


Abb. 6.1.: Charakterisierungstool zur Ermittlung der Flüssigkeitsverteilung nach Gl. 6.3 für die verwendete Nutschegeometrie

Charakterisierungstools gesammelt. Je nach Verteilung der Waschflüssigkeit liegen am Ende der Dosierung unterschiedliche Flüssigkeitsmengen in den Zellen des Charakterisierungstools vor. Dabei muss sichergestellt werden, dass keine Zelle vollständig aufgefüllt wird, da die Flüssigkeit sonst in Nachbarzellen fließt und das Ergebnis verfälscht.

Zur Auswertung des Charakterisierungsversuchs werden die Flüssigkeitsmassen m_i in jeder Zelle bestimmt. Bei bekannter Dosierzeit t_{dos} kann ein flächenspezifischer Dosiervolumenstrom u_i für jede Zelle nach Gl. 6.1 berechnet werden.

$$u_i = \frac{m_i}{\rho_l \cdot t_{\text{dos}} \cdot A_i} \quad (6.1)$$

Der mittlere flächenspezifische Volumenstrom $\bar{u}$ wird durch die Bildung des Mittelwerts der diskreten flächenspezifischen Volumenströme u_i nach Gl. 6.2 berechnet.

$$\bar{u} = \frac{\sum_{i=1}^n u_i}{n} \quad (6.2)$$

Zur Auswertung des Maldistributionsfaktors werden die relativen Abweichungen zusätzlich mit dem Flächenanteil der spezifischen Zelle nach Hanusch [9] normiert. Die Normierung ist notwendig, sofern die Teilflächen des Charakterisierungstools nicht identisch sind (wie im gezeigten Fall). Somit kann der Maldistributionsfaktor nach Gl. 6.3 berechnet werden.

$$M_f = \sum_{i=1}^n \left| \frac{u_i - \bar{u}}{\bar{u}} \right| \cdot \frac{A_i}{A} \quad (6.3)$$

Nach der gegebenen Definition nimmt der Maldistributionsfaktor einen Wertebereich von $0 < M_f < 2$ ein [9]. Je höher der Maldistributionsfaktor, desto ungleichmäßiger ist die Flüssigkeitsverteilung. Für eine homogene Flüssigkeitsverteilung wird demnach ein möglichst geringer Maldistributionsfaktor angestrebt.

Der Maldistributionsfaktor M_f bildet eine einfache und unkompliziert anwendbare Methode zur quantitativen Beschreibung der Flüssigkeitsverteilung. Die Verwendung der Methode ist unabhängig von der Apparategeometrie. Die Umsetzung in die Praxis erfordert lediglich einen geeigneten Flüssigkeitssammler, der die Waschflüssigkeit unterhalb des Verteilers in einer ausreichenden Anzahl separater Zellen auffängt. Damit kann die Verteilungswirkung der Waschflüssigkeit durch die Flüssigkeitsdosierung getrennt von der Verteilungswirkung durch Fließvorgänge auf der Filterkuchenoberfläche betrachtet werden.

Die quantitative Beschreibung der Flüssigkeitsverteilung bietet einen Ansatz zur Optimierung von Aufgabesystemen und kann somit die Kosten für die Auslegung und den Betrieb eines Waschprozesses reduzieren. In den folgenden Abschnitten erfolgt die Charakterisierung von exemplarischen Aufgabesystemen mit dem Maldistributionsfaktor M_f . Im Anschluss wird der Einfluss der Flüssigkeitsverteilung auf das Waschergebnis betrachtet.

6.1.2. Charakterisierung der Flüssigkeitsverteilung

Die Charakterisierung der Flüssigkeitsverteiler wird für unterschiedliche in Abschnitt 3.2 vorgestellte Aufgabesysteme durchgeführt. Um die Auswirkung der Verteilung auf das Waschergebnis zu zeigen, sollen Aufgabesysteme mit voraussichtlich stark unterschiedlichem Verteilungsspektrum verwendet werden. Zum Vergleich wird der Vollstrahl dem Rinnenverteiler gegenübergestellt. Die verwendeten Flüssigkeitsverteiler sind in Abbildung 6.2 dargestellt. Der Rinnenverteiler dient dabei als exemplarisches Aufgabesystem für eine möglichst homogene Waschflüssigkeitsverteilung, der Vollstrahl wird zur Untersuchung des Einflusses einer inhomogenen Verteilung verwendet.

Der Rinnenverteiler wurde im Rahmen der Untersuchungen entwickelt und mit einem 3D-Drucker hergestellt. Die Verteilergeometrie orientiert sich an Flüssigkeitsverteilern, die vorwiegend in der thermischen Verfahrenstechnik zur Wiederverteilung von Flüssigkeiten in Packungskolonnen eingesetzt werden. Die Waschflüssigkeit wird über eine zentrale Zuleitung mit Hilfe des Dosierbehälters aufgegeben. Anschließend wird die Flüssigkeit über einen Hauptkanal auf insgesamt 10 Seitenkanäle aufgeteilt. An den Seitenkanälen sind mehrere Austrittsöffnungen

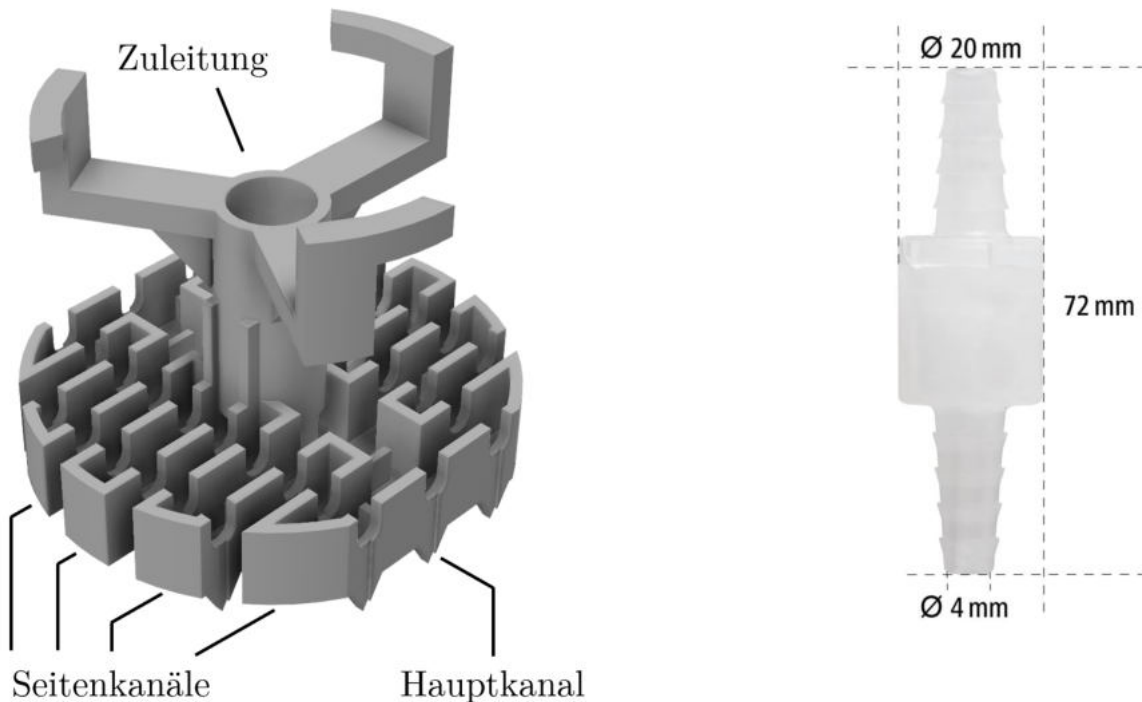


Abb. 6.2.: Zur Charakterisierung der Waschflüssigkeitsverteilung betrachteter Rinnenverteiler (links) und Vollstrahl (rechts)

angebracht, an denen die Waschflüssigkeit seitlich ausströmt. Zur Verbesserung des Auslaufs sind spitz zulaufende Rinnen an der Unterseite des Verteilers angebracht.

Die Flüssigkeitsverteiler werden mit Hilfe einer 3D-gedruckten Positionierhilfe zentral über dem Nutschenkörper angebracht. Der Abstand von der Filterkuchenoberfläche beträgt ca. $\Delta h \approx 10\text{ mm}$, der Abstand zum Vollstrahl $\Delta h \approx 100\text{ mm}$. Für die Charakterisierung der Flüssigkeitsverteilung wird ein konstanter Dosiervolumenstrom $\dot{V}_W \approx 1\text{ ml/s}$ verwendet. Der Rinnenverteiler wird vor dem Beginn vollständig mit Flüssigkeit gefüllt (Holdup).

Zur Durchführung des Charakterisierungsversuchs werden die jeweiligen Aufgabesysteme über der Nutsche angebracht, das in Abbildung 6.1 dargestellte Charakterisierungstool wird mit einer Spannschelle an der Unterseite des Nutschenkörpers befestigt. Den Versuchsaufbau zeigt Abbildung 6.3.



Abb. 6.3.: Labornutsche mit angebrachtem Charakterisierungstool zur Durchführung von Charakterisierungsversuchen im Labormaßstab

Die Waschflüssigkeit wird während der Dosierung in den Zellen des Charakterisierungstools gesammelt. Im Anschluss wird dieses von der Nutsche abgenommen und zur Auswertung auf einer Waage platziert. Die einzelnen Zellen des Charakterisierungstools werden mit einer Pipette entleert, die jeweils enthaltene Flüssigkeitsmasse wird über eine Negativwägung ermittelt. Die Flüssigkeitsmassen sowie die Dosierzeit werden in einer Excel-Datei notiert.

Die Auswertung des Charakterisierungsversuchs erfolgt über ein Python-Skript, in welchem der Maldistributionsfaktor M_f als Funktion der flächenspezifischen Volumenströme u_i berechnet wird. Die nach Gl. (6.3) ermittelten Maldistributionsfaktoren M_f für die untersuchten Flüssigkeitsverteiler sind in Tabelle 6.1 gezeigt.

Tabelle 6.1.: Nach Gl. (6.3) ermittelte Maldistributionsfaktoren M_f für die untersuchten Flüssigkeitsverteiler bei einem Dosiervolumenstrom $\dot{V}_{\text{dos}} \approx 1 \text{ ml/s}$.

Verteiler	Maldistributionsfaktor M_f
Rinnenverteiler	0,789
Vollstrahl	1,917

Der Rinnenverteiler besitzt gegenüber dem Vollstrahl einen deutlich geringeren Maldistributi-

onsfaktor, was auf eine homogenere Verteilung der Waschflüssigkeit schließen lässt.

Zusätzlich zur Berechnung des Maldistributionsfaktors wird ein Diagramm erzeugt, um die Flüssigkeitsverteilung zu visualisieren. 6.4 zeigt die erzeugten Diagramme für die untersuchten Flüssigkeitsverteiler.

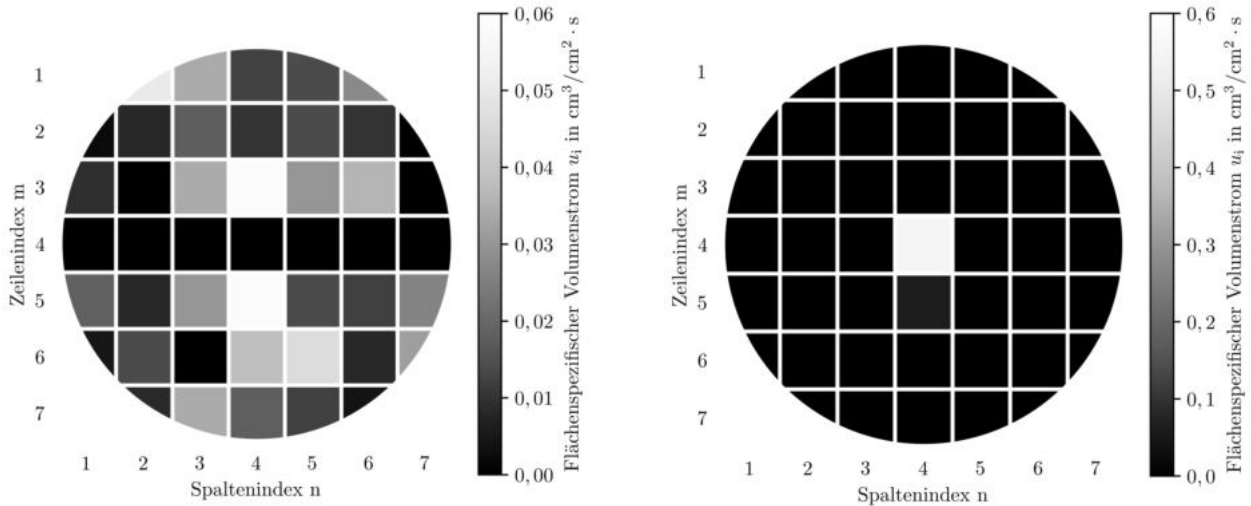


Abb. 6.4.: Visuelle Darstellung des flächenspezifischen Volumenstroms für unterschiedliche Aufgabesysteme. Rinnenverteiler (links) mit Maldistributionsfaktor $M_f \approx 0,789$, Vollstrahl (rechts) mit Maldistributionsfaktor $M_f \approx 1,917$.

Auf der linken Seite der Abbildung ist das Verteilungsspektrum des Rinnenverteilers dargestellt. Der Hauptverteiler des Rinnenverteilers wird für den Charakterisierungsversuch über Zeile 4 angeordnet. Aus der Grafik geht hervor, dass im Bereich des Hauptverteilers keine Waschflüssigkeit auf das Charakterisierungstool auftrifft.

Im Bereich der Flüssigkeitszuleitung kommt es dafür zu hohen flächenspezifischen Volumenströmen. Es wird vermutet, dass der Hauptverteiler im Bereich des Zulaufs bei einem zu hohen Dosiervolumenstrom überläuft.

Da die Waschflüssigkeit durch den Vollstrahl nur punktuell in die Mitte der Nutsche dosiert wird, ergibt sich das gezeigte Verteilungsspektrum. Nur die mittlere Zelle des Charakterisierungstools ist mit Flüssigkeit gefüllt. Der flächenspezifische Volumenstrom ist in diesem Bereich entsprechend höher im Vergleich zum Rinnenverteiler.

Das Verteilungsspektrum kann mit Hilfe der flächenspezifischen Volumenströme visualisiert und mit Hilfe des Maldistributionsfaktors beschrieben werden. Der Maldistributionsfaktor M_f bietet somit ein quantitatives Maß, um die Flüssigkeitsverteilung als absoluten Zahlenwert darzustellen. Diese Methode ermöglicht einen quantitativen Vergleich verschiedener Aufgabesysteme

und bietet ein einfaches Werkzeug zur Optimierung der Geometrie von Flüssigkeitsverteilern für Waschprozesse.

Der Einfluss der dargestellten Flüssigkeitsverteilung auf das Waschergebnis wird im nächsten Abschnitt beschrieben.

6.1.3. Waschergebnisse

Zur Untersuchung des Einflusses einer inhomogenen Waschflüssigkeitsverteilung werden Waschversuche nach der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Prozedur durchgeführt. Die Aufgabe der Waschflüssigkeit erfolgt dabei gleichzeitig zur Kuchenwäsche, d. h. während der Waschflüssigkeitsdosierung liegt stets eine Druckdifferenz am Filterkuchen an. Die Verteilung der Waschflüssigkeit erfolgt über die beschriebenen Verteiler.

Ist der gewählte Dosiervolumenstrom $\dot{V}_{\text{dos}}$ groß genug, bildet sich während der Wäsche ein Flüssigkeitsüberstand auf der Kuchenoberfläche aus. Mit fortschreitender Waschzeit bedeckt dieser Überstand die Kuchenoberfläche vollständig und trägt somit zu einer prozessbedingten Verteilung der Waschflüssigkeit bei. Um den Einfluss eines sich bildenden Überstandes zu untersuchen, werden für die Waschversuche unterschiedliche Volumenströme für die Waschflüssigkeitsdosierung verwendet. Da für jeden Waschversuch eine Waschzeit t_{wasch} gemessen wird, kann zusätzlich der Volumenstrom $\dot{V}_{\text{Darcy}}$ ermittelt werden, mit welchem die Waschflüssigkeit in den Filterkuchen eindringt. Dieser Volumenstrom wird aus experimentellen Daten ermittelt und wird als „Schluckvermögen“ des Filterkuchens bezeichnet.

Sofern der Dosiervolumenstrom $\dot{V}_{\text{dos}}$ größer als der Volumenstrom der eindringenden Waschflüssigkeit $\dot{V}_{\text{Darcy}}$ ist, bildet sich auf dem Filterkuchen ein Überstand während der Wäsche aus. Somit gilt folgender Zusammenhang:

- $\frac{\dot{V}_{\text{dos}}}{\dot{V}_{\text{Darcy}}} > 1 \rightarrow$ Bildung eines Überstands („Dosierung oberhalb des Schluckvermögens“)
- $\frac{\dot{V}_{\text{dos}}}{\dot{V}_{\text{Darcy}}} < 1 \rightarrow$ Keine Überstandsbildung („Dosierung unterhalb des Schluckvermögens“)

Für die Kuchenwäsche mit Waschflüssigkeitsüberstand wird im Fachjargon häufig von der „gefluteten Wäsche“ gesprochen. Für eine Kuchenhöhe h_c wird aus experimentellen Daten ein Schluckvermögen des Filterkuchens von $\dot{V}_{\text{Darcy}} \approx 1,5 \text{ ml/s}$ ermittelt. Für die durchgeführten Versuche schwankt das Schluckvermögen bedingt durch Schwankungen der Kuchenhöhe im Bereich $\Delta \dot{V}_{\text{Darcy}} \approx \pm 0,4 \text{ ml/s}$. Für die experimentellen Untersuchungen werden daher Dosiervolumenströme gewählt, für welche die Dosierung ober- oder unterhalb des Schluckvermögens garantiert werden kann. Für die Untersuchung des Einflusses der Flüssigkeitsverteilung bei einer Dosierung unterhalb des Schluckvermögens wird ein Dosiervolumenstrom $\dot{V}_{\text{dos}} = 0,8$

ml/s verwendet. Die Waschversuche werden jeweils mit dem Rinnenverteiler und dem Vollstrahl durchgeführt. Zum Vergleich der Messdaten dient die in Abschnitt 4.3 beschriebene Referenzwaschkurve. Alle Versuche werden mit einer Kuchenhöhe $h_c = 15$ mm durchgeführt. Die Ergebnisse der Waschversuche sind als Waschkurven in Abbildung 6.5 gezeigt.

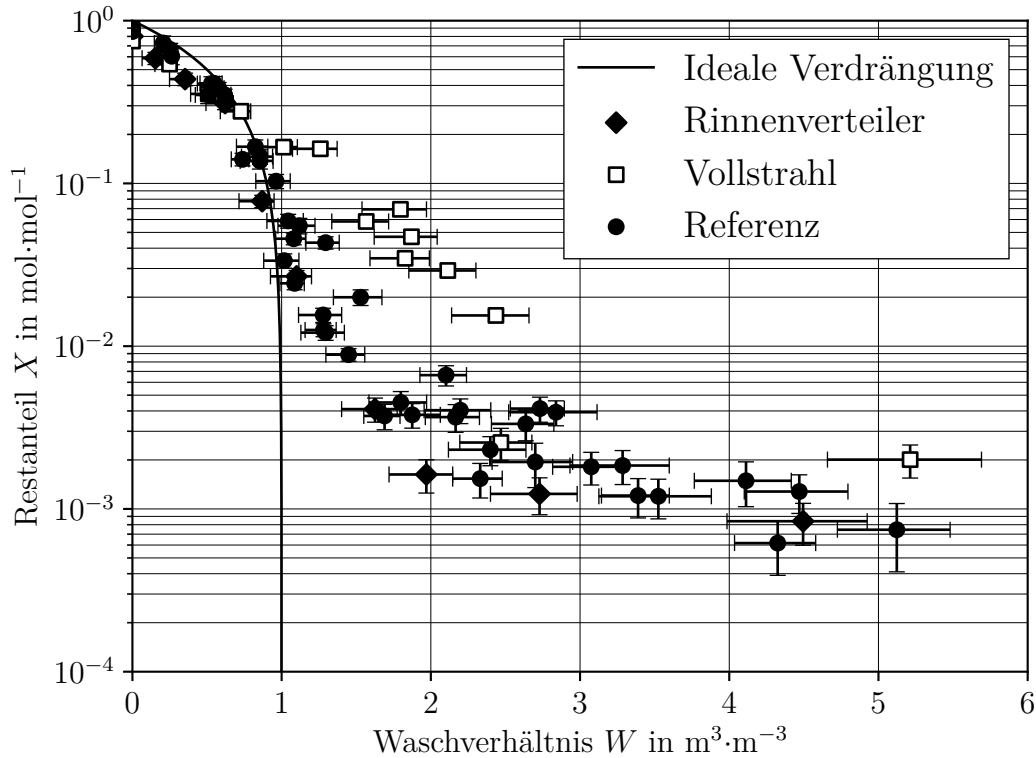


Abb. 6.5.: Waschkurven für die Kuchenwäsche mit unterschiedlichen Flüssigkeitsverteilern unterhalb des Schluckvermögens des Filterkuchens ($\dot{V}_{\text{dos}} = 0,8$ ml/s, $h_c = 15$ mm)

Die Abbildung zeigt Waschkurven für die betrachteten Aufgabesysteme und eine Waschflüssigkeitsdosierung unterhalb des Schluckvermögens (d. h. „nicht geflutet“) im Vergleich zur Referenzwaschkurve („geflutet“). Alle Waschkurven folgen zunächst der idealen Verdrängung und lösen sich bei einem Waschverhältnis $W \approx 0,8$ von dieser ab. Die Waschkurve des Rinnenverteilers (homogene Verteilung) entspricht im weiteren Verlauf dem der Referenzwaschkurve. . Die Waschkurve des Vollstrahls (inhomogene Verteilung) löst sich bereits bei einem geringeren Waschverhältnis ($W \approx 0,6$ bis $0,7$) von der idealen Verdrängung und zeigt auf im weiteren Verlauf starke Abweichungen von den anderen Waschkurven. Bei Waschverhältnissen $1 < W < 3$ liegen die erreichten Restanteile X bis zu einer Größenordnung über der Referenzwaschkurve. Bei hohen Waschverhältnissen $W > 3$ nähert sich die Waschkurve erneut der Referenzwaschkurve an.

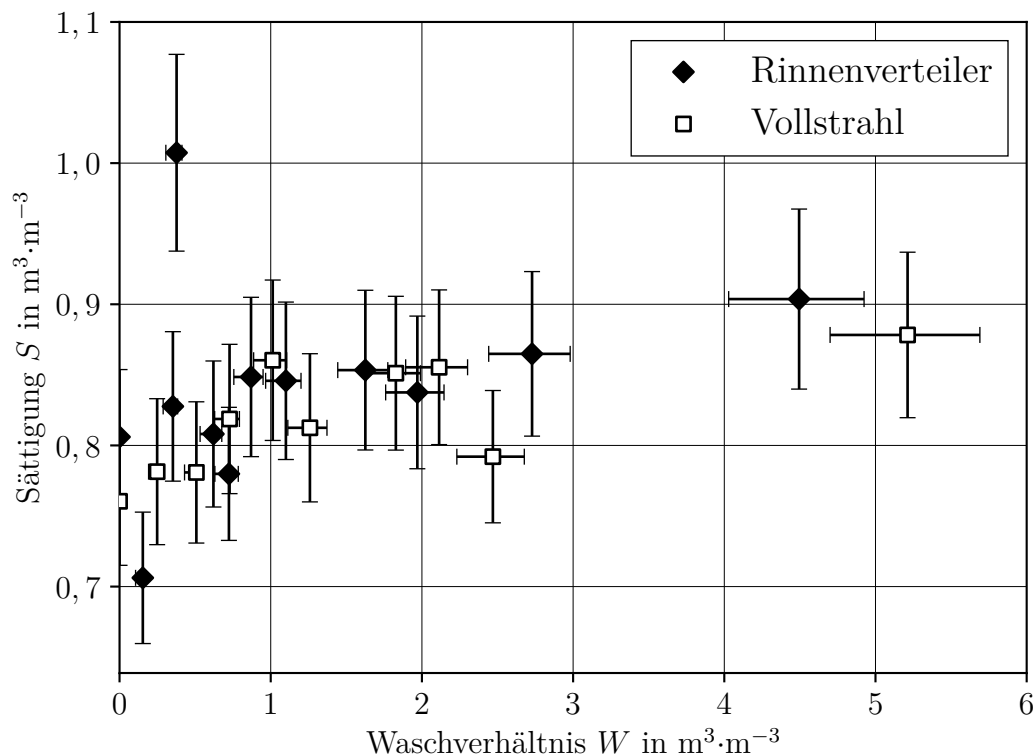


Abb. 6.6.: Kuchensättigungen nach der Wäsche für einen Dosiervolumenstrom der Waschflüssigkeit unterhalb des Schluckvermögens.

Die entsprechenden Kuchensättigungen nach der Wäsche sind in Abbildung 6.6 dargestellt. Bei Betrachtung der Kuchensättigungen nach der Wäsche fällt auf, dass die Filterkuchen bei einer Wäsche unterhalb des Schluckvermögens bereits vorentfeuchtet werden. Die Werte des Vollstrahls liegen geringfügig, aber dennoch systematisch, unter denen des Rinnenverteilers. Ein weiterer Einfluss könnte durch den Zeitversatz zwischen Abschluss der Dosierung und dem Schließen des Nutsenhahns bestehen.

Aus den Ergebnissen geht hervor, dass eine inhomogene Flüssigkeitsverteilung den Verlauf einer Waschkurve besonders im Dispersionsbereich, also nach der Ablösung von der idealen Verdrängung negativ beeinflussen kann. Waschergebnisse können durch eine inhomogene Flüssigkeitsverteilung limitiert werden. Für hohe Waschverhältnisse entsprechen die Messergebnisse der Referenzwaschkurve. Diese Ergebnisse sind besonders für Apparate relevant, bei denen aufgrund der Apparategeometrie kein Flüssigkeitsüberstand gebildet werden kann (z. B. Drehtrommelfilter o. Ä.). Für diese Apparatetypen ist die Charakterisierung und Optimierung des Flüssigkeitsverteilers daher von entscheidender Bedeutung für das Waschergebnis.

Zur Untersuchung des Einflusses eines Flüssigkeitsüberstands bei der Kuchenwäsche werden weitere Waschversuche bei einem Dosiervolumenstrom oberhalb des Schluckvermögens durchgeführt („geflutet“). Für die Untersuchungen wird ein Volumenstrom von $\dot{V}_{\text{dos}} = 4,5 \text{ ml/s}$ verwendet. Die Waschflüssigkeit dringt während der Dosierung in den Filterkuchen ein. Die Ergebnisse der Waschversuche sind in Abbildung 6.7 dargestellt.

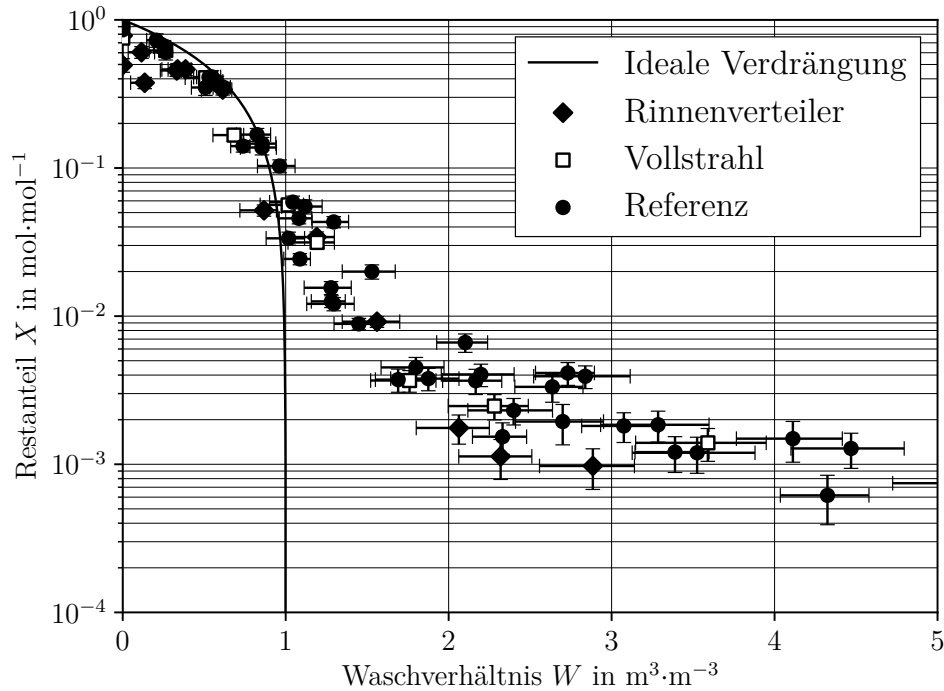


Abb. 6.7.: Waschkurven für die Kuchenwäsche mit unterschiedlichen Flüssigkeitsverteilern oberhalb des Schluckvermögens des Filterkuchens ($\dot{V}_{\text{dos}} = 4,5 \text{ ml/s}$)

Wie aus der Abbildung hervorgeht, sind die Waschkurven für unterschiedliche Flüssigkeitsverteilern für einen Dosiervolumenstrom oberhalb des Schluckvermögens im Rahmen der Messgenauigkeit identisch. Die Filterkuchen weisen nach der Wäsche Sättigungen im Bereich $0,9 < S < 1$ auf und entsprechen somit der Referenzwaschkurve. Systematische Unterschiede der Waschergebnisse sind bei der Bildung eines Flüssigkeitsüberstands (geflutete Wäsche) im Rahmen der Messgenauigkeit nicht mehr erkennbar.

Die Waschergebnisse zeigen, dass der negative Einfluss einer inhomogenen Flüssigkeitsverteilung durch die Bildung eines Flüssigkeitsüberstands vermieden werden kann. Ein sich während der Wäsche ausbildender Flüssigkeitsüberstand trägt somit zur gleichmäßigen Verteilung der Waschflüssigkeit auf der Kuchenoberfläche bei. In realen Prozessen sollte die Bildung eines Flüssigkeitsüberstands abgeschlossen sein, sobald sich die Waschkurve von der idealen Verdrängung

ablöst. In diesem Bereich ist es möglich, dass Waschergebnisse von einer inhomogenen Verteilung der Waschflüssigkeit dominiert werden. Auf Grundlage dieser Daten und der untersuchten Bedingungen sollte die Bildung eines Waschflüssigkeitsüberstands angestrebt werden, sofern die Apparategeometrie dies zulässt.

Die Bildung eines Flüssigkeitsüberstands auf der Kuchenoberfläche birgt weitere Risiken, die in den folgenden Abschnitten behandelt werden.

6.2. Partielle Resuspendierung von Filterkuchen

Aus den zuvor gezeigten Untersuchungen geht hervor, dass die Bildung eines Flüssigkeitsüberstandes während der Wäsche zur homogenen Verteilung der Waschflüssigkeit auf der Kuchenoberfläche beiträgt. Ein Flüssigkeitsüberstand kann jedoch auch mit Nachteilen verbunden sein, da dieser im Zuge des Waschprozesses mit löslichen Verunreinigungen kontaminiert werden kann. In den folgenden Abschnitten wird der Einfluss einer partiellen Resuspendierung des Filterkuchens und der damit verbundenen Kontamination des Waschflüssigkeitsüberstands durch deren Vermischung mit Porenflüssigkeit untersucht.

Die partielle Resuspendierung bildet einen weiteren Realeffekt, der bei der Kuchenwäsche im industriellen Maßstab während der Waschflüssigkeitsaufgabe auftritt. Durch die kinetische Energie der Waschflüssigkeit, die oft über Düsen, Tropfplatten o. Ä. aufgegeben wird, wird die Oberfläche des Filterkuchens teilweise aufgewirbelt (= partiell resuspendiert). Durch diese partielle Resuspendierung gelangen gelöste Substanzen aus der Porenflüssigkeit in den Waschflüssigkeitsüberstand und kontaminieren diesen. Somit wird das Waschergebnis limitiert, da der Filterkuchen minimal bis zur Konzentration der verunreinigten Waschflüssigkeit gewaschen werden kann. Die partielle Kuchenresuspendierung kann also als Mischvorgang betrachtet werden, bei in der Porenflüssigkeit gelöste Substanzen mit der Waschflüssigkeit vermischen.

Die partielle Resuspendierung tritt bei der gefluteten Wäsche auf, Vermischungsvorgänge zwischen Waschflüssigkeit und Kuchenoberfläche können meist nicht mit dem bloßen Auge erkannt, ggf. nur durch spätere Beobachtungen von Geometrieänderungen des Filterkuchens erahnt werden. Zur Demonstration der partiellen Resuspendierung werden daher zunächst Farbversuche durchgeführt, um diesen Effekt sichtbar zu machen. Dazu wird eine Suspension vorbereitet, deren Flüssigkeit mit roter Lebensmittelfarbe eingefärbt wird. Nach der anschließenden Kuchenbildung liegt die gefärbte Flüssigkeit als Porenflüssigkeit innerhalb des Filterkuchens vor. Die Druckdifferenz wird gebrochen, sobald die Suspensionsflüssigkeit vollständig in den Filterkuchen eingedrungen ist.

Im Anschluss an die Kuchenbildung wird reine, farblose Waschflüssigkeit mit Hilfe der Handbrause (Vgl. Abb. 3.2) auf den Filterkuchen aufgegeben. Insgesamt werden drei unterschiedliche Aufgabegeschwindigkeiten untersucht. Der Dosiervolumenstrom $\dot{V}_W$ wird dazu auf die Kuchenoberfläche A_c bezogen. Für die Waschflüssigkeitsaufgabe wird ein konstantes Waschverhältnis $W \approx 1$ verwendet. Die Ergebnisse der Farbversuche sind in Abbildung 6.8 dargestellt.

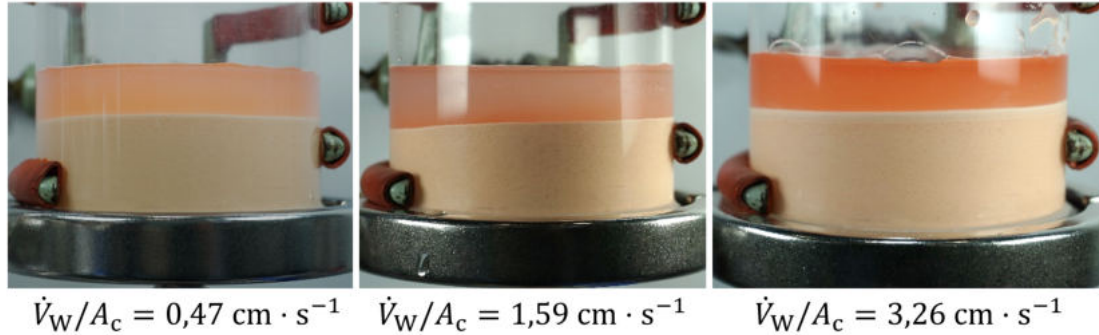


Abb. 6.8.: Farbversuche zur visuellen Darstellung der partiellen Resuspendierung von Filterkuchen bei unterschiedlichen Aufgabegeschwindigkeiten der Waschflüssigkeit ($h_c \approx 15 \text{ mm}$, Handbrause, $A_c = 56,75 \text{ cm}^2$). Dargestellt ist der Überstand mit einer ursprünglich farblosen Waschflüssigkeit.

Die Abbildung zeigt Filterkuchen mit dem gebildeten Waschflüssigkeitsüberstand nach der Waschflüssigkeitsaufgabe mit unterschiedlichen Dosiergeschwindigkeiten. Wie zu erkennen ist, ist der Waschflüssigkeitsüberstand in allen Fällen rot gefärbt. Die Farbintensität des Überstands nimmt mit steigender Dosiergeschwindigkeit zu. Die Färbung des Überstands lässt darauf schließen, dass während der Waschflüssigkeitsaufgabe roter Farbstoff aus den Poren des Filterkuchens in den Überstand gelangt ist. Die Verunreinigung des Überstands resultiert aus der Aufwirbelung der Kuchenoberfläche (partielle Resuspendierung), die während der Versuchsdurchführung auch optisch erkennbar ist. Je schneller die Waschflüssigkeit aufgegeben wird, desto stärker ist die partielle Resuspendierung und desto mehr Farbstoff wird in den Überstand eingetragen. Dadurch kann der Unterschied der Farbintensität erklärt werden. Die dargestellten Farbversuche liefern somit eine einfache Methode, um den Effekt der partiellen Resuspendierung qualitativ zu demonstrieren.

Bisher existiert kein quantitatives Maß, um die partielle Resuspendierung eines Filterkuchens zu beschreiben. Im Rahmen des Forschungsprojekts wird zu diesem Zweck eine Methode ermittelt, mit welcher der resuspendierte Volumenanteil eines Filterkuchens als dimensionslose Kennzahl quantitativ beschrieben werden kann.

6.2.1. Methodenentwicklung

Durch die Entwicklung einer neuen Methode zur quantitativen Beschreibung der partiellen Resuspendierung soll es möglich sein, den resuspendierten Volumenanteil eines Filterkuchens zu beschreiben. Zu diesem Zweck wird zunächst der Vorgang der partiellen Resuspendierung betrachtet und bilanziert. Eine schematische Darstellung zeigt Abbildung 6.9.

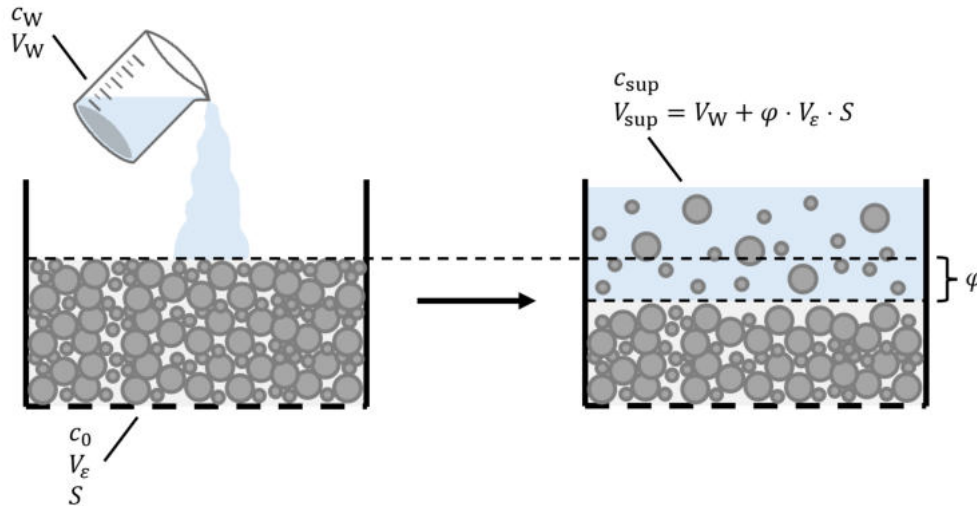


Abb. 6.9.: Schematische Darstellung der partiellen Resuspendierung eines Filterkuchens während der Waschflüssigkeitsaufgabe.

Wie aus Abbildung 6.9 hervorgeht, vermischt sich während der partiellen Resuspendierung die im Filterkuchen enthaltenen Verunreinigungen mit der Waschflüssigkeit. Der resuspendierte Anteil des Filterkuchens wird mit der Kennzahl φ beschrieben. Das im resuspendierten Volumenanteil des Filterkuchens enthaltene Flüssigkeitsvolumen kann also beschrieben werden durch $V_l = V_\epsilon \cdot \varphi \cdot S$. Nach der partiellen Resuspendierung und der Vermischung von Poren- und Waschflüssigkeit liegt der kontaminierte Überstand mit einer Konzentration c_{sup} auf der Kuchenoberfläche vor. Dieser Vorgang kann durch eine Bilanzierung für die Verdünnung der obersten Kuchenschicht nach Gl. 6.4 beschrieben werden. Zunächst wird angenommen, dass die Waschflüssigkeit einmalig und vollständig auf die Kuchenoberfläche aufgegeben wird.

$$c_{sup} \cdot V_W + c_{sup} \cdot V_\epsilon \cdot \varphi \cdot S = c_0 \cdot V_\epsilon \cdot \varphi \cdot S + c_W \cdot V_W \quad (6.4)$$

Die Sättigung S beschreibt dabei die Sättigung des (zwischenentfeuchteten) Filterkuchens vor der Waschflüssigkeitsaufgabe mit einer gleichförmigen Sättigungsverteilung im Filterkuchen. Es wird angenommen, dass die Porenflüssigkeit homogen verteilt vorliegt. Das Waschverhältnis W

wird durch den Bezug der Flüssigkeitsvolumina auf das Porenvolumen V_ε eingeführt.

$$c_{\text{sup}} \cdot W + c_{\text{sup}} \cdot \varphi \cdot S = c_0 \cdot \varphi \cdot S + c_W \cdot W \quad (6.5)$$

Durch die Umformung von Gl. 6.5 kann der resuspendierte Volumenanteil des Filterkuchens nach Gl. 6.6 berechnet werden. Der resuspendierte Volumenanteil des Filterkuchens wird im Folgenden als „Rückvermischungsanteil φ “ bezeichnet.

$$\varphi = \frac{W}{S} \cdot \frac{c_{\text{sup}} - c_W}{c_0 - c_{\text{sup}}} \quad (6.6)$$

Wie aus Gl. 6.6 folgt, kann der Rückvermischungsanteil φ aus messbaren Prozessparametern ermittelt werden. Abgesehen von der Überstandskonzentration c_{sup} können alle eingehenden Variablen (c_0 , c_W , S , W) durch Laborversuche bestimmt werden, sofern diese nicht schon bekannt sind. Eine Methode zur experimentellen Ermittlung der Überstandskonzentration c_{sup} wird im nächsten Abschnitt vorgestellt. Durch die Umformung von Gl. 6.6 kann alternativ die Überstandskonzentration c_{sup} in Abhängigkeit des Rückvermischungsanteils φ nach Gl. 6.7 beschrieben werden.

$$c_{\text{sup}} = c_0 \cdot \frac{\varphi}{\varphi + W} + c_W \cdot \frac{W}{\varphi + W} \quad (6.7)$$

Die Beschreibung der Überstandskonzentration c_{sup} ist analog zur Berechnung des Waschergebnisses einer Verdünnungswäsche (Vgl. [32]). Im Gegensatz zur Verdünnungswäsche wird der Filterkuchen dabei nicht vollständig, sondern nur teilweise resuspendiert. Die Verdünnungswäsche bildet somit einen Sonderfall für Gl. 6.7 mit $\varphi = 1$. Es besteht ebenfalls eine Analogie zur mehrstufigen Verdünnungswäsche, eine Erläuterung folgt in Abschnitt 6.2.5.

6.2.2. Experimentelle Ermittlung des Rückvermischungsanteils

Die Ermittlung des Rückvermischungsanteils φ basiert auf der Analyse des kontaminierten Waschflüssigkeitsüberstands durch eine Messung der elektrolytischen Leitfähigkeit. Das Versuchsvorgehen orientiert sich an der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Prozedur. Im Vergleich zum Versuchsvorgehen zur Erzeugung einer Referenzwaschkurve (beschrieben in Abschnitt 4.3), wird die Waschflüssigkeit zur Untersuchung des Rückvermischungsanteils φ zunächst einmalig und vollständig auf die Kuchenoberfläche aufgegeben. Der Einfluss der Waschflüssigkeitszugabe in mehreren kleinen Portionen wird später betrachtet.

Der Versuchsaufbau zur Ermittlung des Rückvermischungsanteils φ ist schematisch in Abbildung 6.10 dargestellt. Zunächst wird ein gesättigter Filterkuchen gebildet. Zur Sicherstellung eines

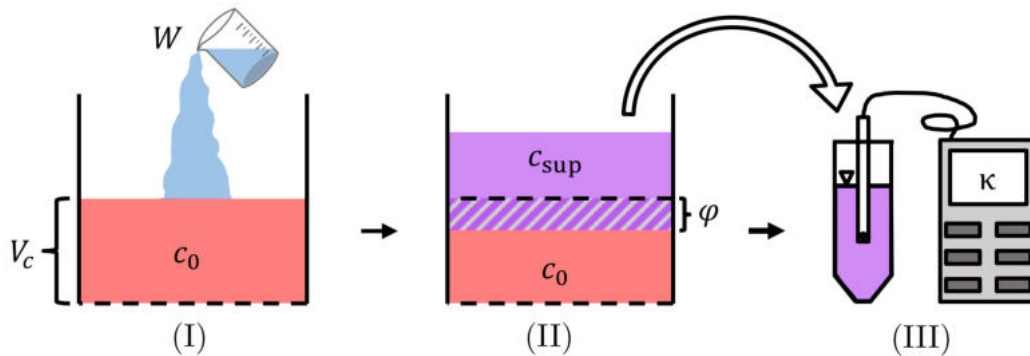


Abb. 6.10.: Schematische Darstellung der Versuchsprozedur: Bestimmung der Leitfähigkeit des Waschflüssigkeitsüberstands zur Ermittlung des Rückvermischungsanteils φ .

vollständig gesättigten Kuchens wird die Kuchenbildung mit einem Suspensionsüberstand von ca. 1 mm abgebrochen. Der verbleibende Suspensionsüberstand wird mit dem hydrostatischen Druck filtriert (unterhalb des kapillaren Eintrittsdrucks), um eine Zwischenentfeuchtung des Filterkuchens zu vermeiden. Diese Versuchsprozedur wird z. B. auch von Heuser [12] beschrieben. Um weitere Kontaminationen der Waschflüssigkeit zu vermeiden, z. B. durch Ablagerungen am Nutschenrand, wird die Innenseite der Nutsche vor der Waschflüssigkeitsaufgabe bis zur Kuchenoberfläche gereinigt. Der Abstand der Kuchenoberfläche zur Nutschenoberkante wird an 5 Messstellen bestimmt (Vgl. Abb. 3.6).

Anschließend wird eine definierte Menge Waschflüssigkeit mit dem zu untersuchenden Aufgabesystem auf die Kuchenoberfläche aufgegeben. Der Volumenstrom der Waschflüssigkeit hängt vom Anwender bzw. vom am Druckbehälter eingestellten Dosierdruck ab. Während der Waschflüssigkeitsaufgabe wird der Filterkuchen partiell resuspendiert. Dadurch gelangen Verunreinigungen aus den Poren in den Waschflüssigkeitsüberstand und kontaminieren diesen.

Nach der vollständigen Waschflüssigkeitsaufgabe wird der kontaminierte Flüssigkeitsüberstand mit möglichst geringem Zeitverzug mit einer Handabsaugpumpe (AEROSuc Rescue, HUM GmbH, s. Abb. 6.11) entfernt. Dabei wird darauf geachtet, dass die Kuchenoberfläche beim Absaugvorgang nicht beschädigt wird. Um einen Einfluss möglicher Konzentrationsunterschiede im Überstand zu vermeiden, wird stets die komplette Überstandsflüssigkeit entnommen.

Der abgesaugte Überstandsflüssigkeit wird zur Analyse in ein Zentrifugenröhrchen überführt. Anschließend wird die Leitfähigkeit des kontaminierten Überstands bestimmt, aus der die Stoffmengenkonzentration folgt. Diese entspricht der Überstandskonzentration c_{sup} . Der Rückvermischungsanteil φ kann damit nach Gl. 6.6 berechnet werden.



Abb. 6.11.: Verwendete Handabsaugpumpe zur Entfernung des kontaminierten Waschflüssigkeitsüberstands.

6.2.3. Darstellung als Resuspendierungskurve

Zur Bewertung der partiellen Resuspendierung des Filterkuchens bietet sich die Darstellung des Rückvermischungsanteils φ als Funktion des Waschverhältnisses W an. Zu diesem Zweck werden Resuspendierungsversuche durchgeführt, die Waschflüssigkeitsaufgabe erfolgt zunächst über die Handbrause (Vgl. 3.2) bei einem konstanten flächenbezogenen Volumenstrom $\dot{V}_W/A_c \approx 3,26$ cm/s. Die Waschflüssigkeit wird jeweils einmal und vollständig auf den gesättigten Filterkuchen ($h_c \approx 15$ mm) aufgegeben. Die genannten Versuchsparameter bilden im Folgenden ein Worst-Case-Szenario der Waschflüssigkeitsaufgabe.

Die Resuspendierungsversuche werden für unterschiedliche Waschverhältnisse wiederholt. Abbildung 6.12 zeigt die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen als Resuspendierungskurve. Die dargestellten Fehlerbalken resultieren aus einer Größtfehlerbetrachtung, die für jedes Experiment separat durchgeführt wird. Somit entspricht jeder Messpunkt im Diagramm einem separaten Experiment, bestehend aus Kuchenbildung, Resuspendierung und Überstandsanalytik.

In Abbildung 6.12 ist der Rückvermischungsanteil φ über dem entsprechenden Waschverhältnis W aufgetragen. Die experimentellen Daten bilden eine Kurve, die im Ursprung beginnt und einen degressiven Verlauf aufweist. Die Steigung der Kurve nimmt mit steigendem Waschverhältnis stetig ab und nähert sich asymptotisch einem Grenzwert. Der degressive Verlauf ist auf die schützende Wirkung des zunehmenden Waschwasserüberstands zurückzuführen, der sich während der Wäsche ausbildet. Dieser schirmt die Kuchenoberfläche vom Flüssigkeitsverteiler ab und sorgt dafür, dass ein Teil der kinetischen Energie der auftreffenden Waschflüssigkeit bereits im Überstand dissipiert. Das bedeutet, dass der Filterkuchen besonders bei geringen Waschverhältnissen sehr anfällig gegen eine partielle Resuspendierung ist. Der eindeutige Verlauf der Messdaten (unabhängig voneinander durchgeführte Experimente) lässt auf eine gute

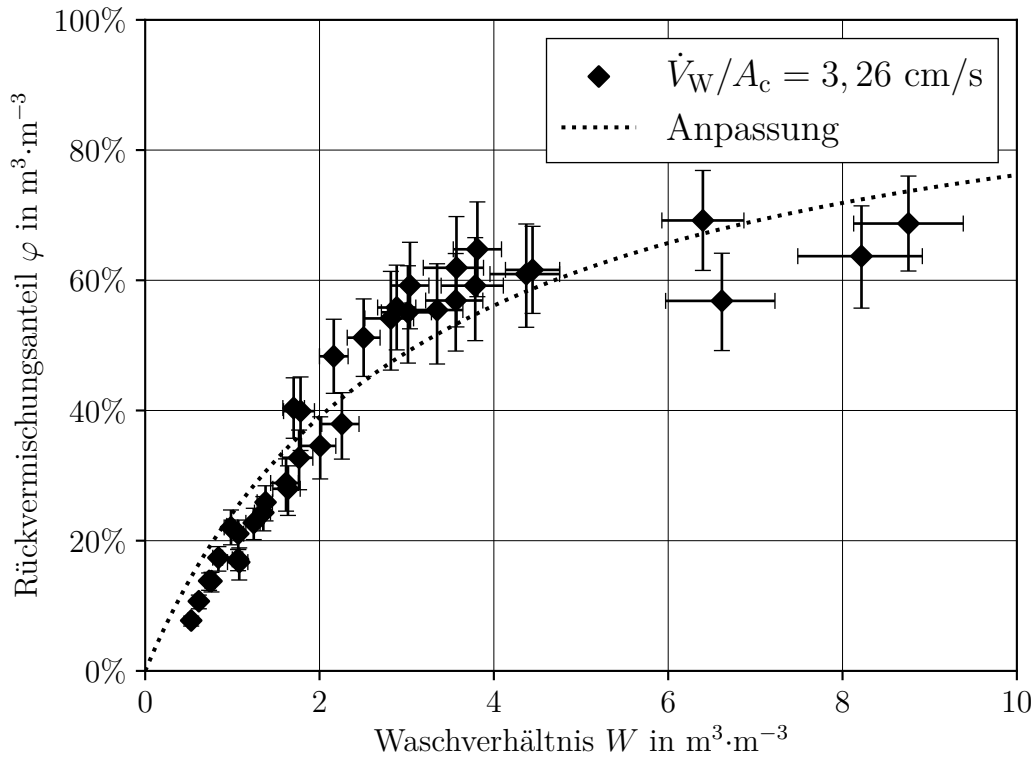


Abb. 6.12.: Rückvermischungsanteil aufgetragen über dem Waschverhältnis und Anpassungskurve nach Gl. 6.8 (Handbrause, $h_c \approx 15 \text{ mm}$).

Reproduzierbarkeit der beschriebenen Versuchsprozedur schließen.

Zur Beschreibung des Rückvermischungsanteils φ als Funktion des Waschverhältnisses W können die experimentellen Daten durch eine geeignete Anpassungsfunktion beschrieben werden. Im Zuge der durchgeführten Untersuchungen wird dazu eine zweiparametrische Anpassungsgleichung nach Gl. 6.8 verwendet.

$$\varphi(W) = \frac{\varphi_{\max} \cdot m \cdot W}{1 + m \cdot W} \quad (6.8)$$

Dabei beschreibt der Anpassungsparameter $\varphi_{\max}$ den Grenzwert, gegen den der Rückvermischungsanteil φ bei hohen Waschverhältnissen strebt. Der Parameter m kann als Steigungsparameter betrachtet werden. Die Ermittlung der Anpassungsparameter erfolgt durch die Minimierung der Residuenquadratsumme zwischen den Messdaten und der Anpassungsfunktion. Die Anpassungsfunktion für die Messdaten ist als gepunktete Linie in Abbildung 6.12 dargestellt. Nachfolgend werden zur Beschreibung der partiellen Resuspendierung nur noch die Anpassungsparameter $\varphi_{\max}$ und m genannt. Die Berechnung des Rückvermischungsanteils erfolgt nach Gl. 6.8.

Einfluss der Kuchenhöhe

Der Rückvermischungsanteil φ beschreibt den Volumenanteil des resuspendierten Filterkuchens. Die partielle Resuspendierung beschreibt eine Wechselwirkung zwischen Waschflüssigkeit und Filterkuchen während deren Dosierung und tritt somit nur an der Oberfläche des Filterkuchens auf. Somit ist der Rückvermischungsanteil φ von der Gesamthöhe des Filterkuchens h_c abhängig. Eine identische Flüssigkeitsdosierung (identische Flüssigkeitsverteilung, gleiche Auftreffgeschwindigkeit) führt zum gleichen resuspendierten Kuchenvolumen. Wird beispielsweise die Kuchenhöhe verdoppelt, verdoppelt sich auch das Gesamtvolumen des Filterkuchens. Der Rückvermischungsanteil φ beschreibt das Verhältnis des resuspendierten Kuchenvolumens bezogen auf das Gesamtvolumen und wird somit durch eine Verdopplung der Kuchenhöhe halbiert. Zur Darstellung der Abhängigkeit des Rückvermischungsanteils φ von der Kuchenhöhe h_c werden Resuspendierungsversuche für unterschiedliche Kuchenhöhen durchgeführt. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 6.13 dargestellt.

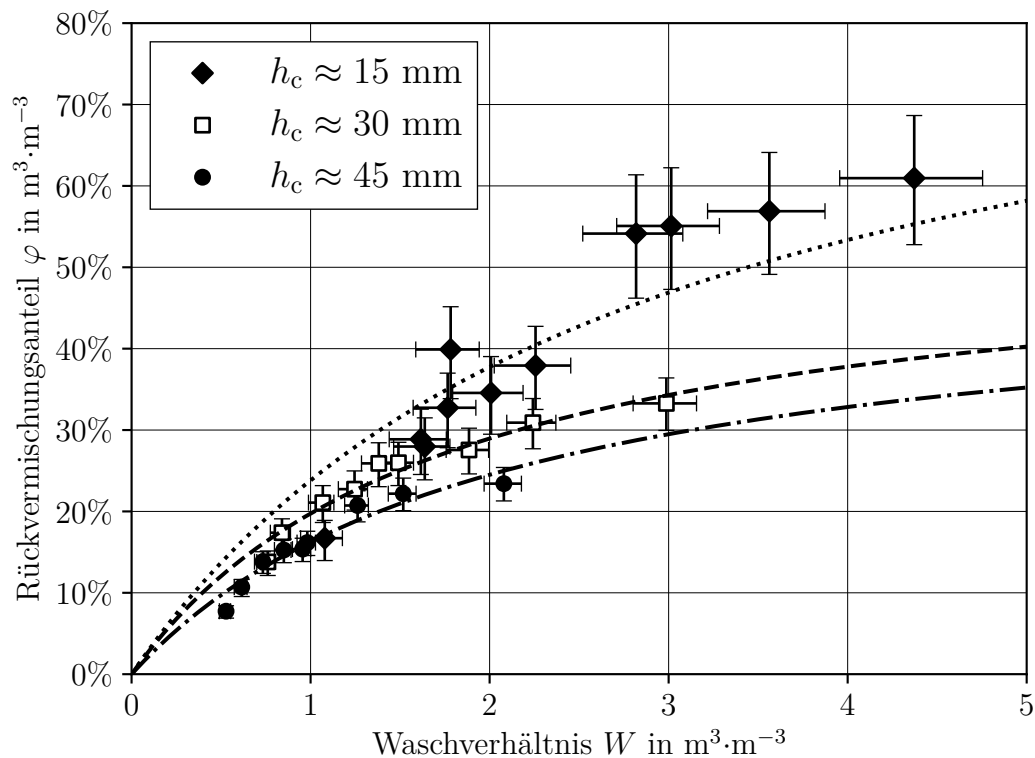


Abb. 6.13.: Rückvermischungsanteil φ für unterschiedliche Kuchenhöhen (Handbrause, $h_c \approx 15$ mm).

Wie aus Abbildung 6.13 hervorgeht, ergeben sich für unterschiedliche Kuchenhöhen unterschiedliche Verläufe der Rückvermischungskurve. Der Rückvermischungsanteil φ ist somit immer an eine definierte Kuchenhöhe geknüpft. Sofern z. B. im Rahmen einer Apparateauslegung Laborversuche mit einer variierenden Kuchenhöhe durchgeführt werden, kann der Rückvermischungsanteil über einen reziproken Zusammenhang mit der Kuchenhöhe nach Gl. 6.9 umgerechnet werden

$$\varphi_2 = \varphi_1 \cdot \frac{h_{c,1}}{h_{c,2}} \quad (6.9)$$

Die Umrechnung des Waschverhältnisses erfolgt analog nach Gl. 6.10.

$$W_2 = W_1 \cdot \frac{h_{c,1}}{h_{c,2}} \quad (6.10)$$

Da im Rahmen der durchgeführten identische Kuchenhöhen verwendet werden ($h_c \approx 15 \text{ mm}$) wird auf eine Umrechnung des Rückvermischungsanteil φ für unterschiedliche Kuchenhöhen verzichtet. Eine Übertragung auf andere Kuchenhöhen ist jedoch möglich.

Exp. Untersuchung verschiedener Flüssigkeitsverteiler

Zur Beschreibung des Einflusses der Auswahl des Flüssigkeitsverteilers werden exemplarische Aufgabesysteme im Labormaßstab hinsichtlich der partiellen Resuspendierung untersucht. Die Untersuchung erfolgt bei einem identischen flächenbezogenen Dosiervolumenstrom der Waschflüssigkeit von $\dot{V}_W/A_c \approx 0,11 \text{ cm/s}$. Der Vergleich erfolgt zwischen den Aufgabesystemen Vollstrahl, Aufgabestab, Vollkegeldüse und Rinnenverteiler. Aufgrund der manuellen Zugabe mit dem Aufgabestab kann es während der Dosierung zu schwankenden Volumenströmen kommen. Da sich dieser Fall jedoch nahe an der üblichen Laborpraxis bewegt, wurde der Vergleich trotzdem durchgeführt. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 6.14 dargestellt.

Die experimentellen Ergebnisse zeigen Abweichungen des Rückvermischungsanteils φ um bis zu einer Größenordnung. Die Abweichungen sind auf die unterschiedliche Verteilungsgüte („Sprühbilder“) der Flüssigkeitsverteiler zurückzuführen. Während die Waschflüssigkeit mit dem Rinnenverteiler sehr homogen auf der Kuchenoberfläche verteilt wird, trifft die Waschflüssigkeit bei der Verwendung eines Vollstrahl punktuell auf die Kuchenoberfläche auf. Der flächenspezifische Impuls der Waschflüssigkeit ist somit beim Vollstrahl höher, was zur stärkeren Resuspendierung des Filterkuchens führt. Im Vergleich mit den in Abschnitt 6.1 kann darauf geschlossen werden, dass die partielle Resuspendierung des Filterkuchens durch eine homogene Verteilung

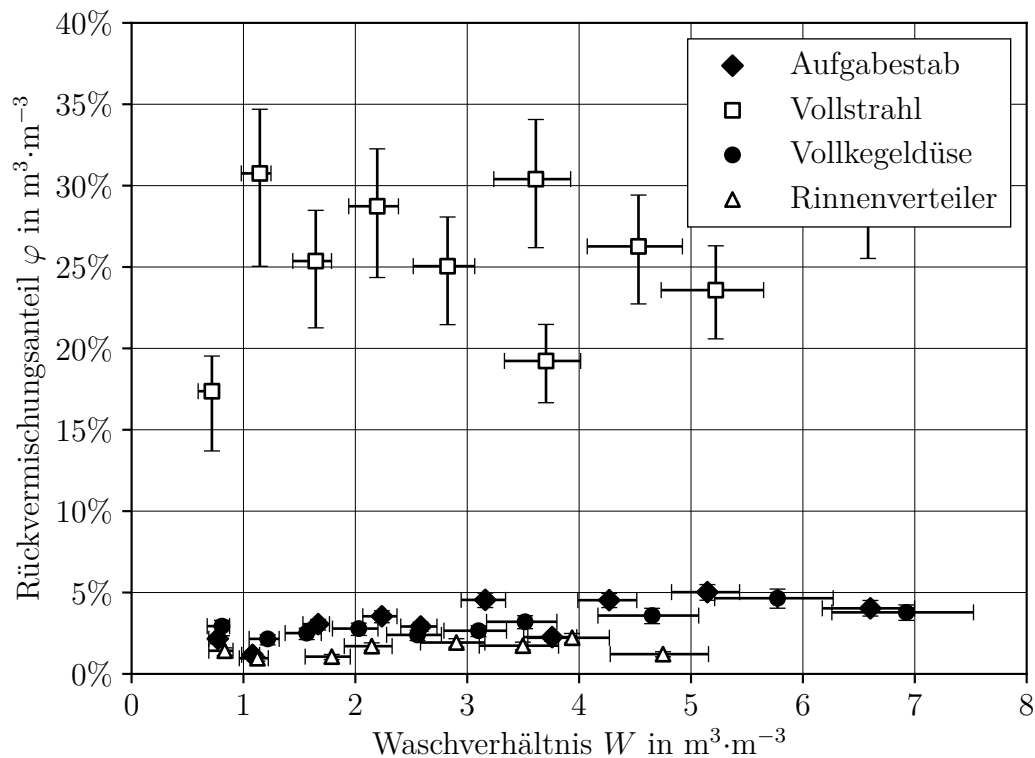


Abb. 6.14.: Rückvermischungsanteil φ für unterschiedliche exemplarische Aufgabesysteme im Labormaßstab ($h_c \approx 15$ mm, $\dot{V}_W/A_c \approx 0,11$ cm/s)

der Waschflüssigkeit reduziert werden kann.

6.2.4. Einfluss auf das Waschergebnis

Durch die partielle Resuspendierung eines Filterkuchens gelangen in den Poren enthaltene Verunreinigungen in den Waschflüssigkeitsüberstand und kontaminieren diesen. Die Überstandskonzentration c_{sup} erhöht sich dadurch abhängig vom Rückvermischungsanteil φ (Vgl. Gl. 6.7). Während der Kuchenwäsche dringt der verunreinigte Überstand in den Filterkuchen ein. Das Waschergebnis kann durch die Kontamination der Waschflüssigkeit limitiert werden, da die Porenkonzentration nicht geringer werden kann als die Konzentration des verunreinigten Überstands.

Zur Demonstration dieses limitierenden Effekts werden Waschversuche für partiell resuspendierte Filterkuchen durchgeführt. Die Versuchsdurchführung erfolgt analog zur in Abschnitt 6.2.2 beschriebenen Methode. Im Gegensatz zur dort beschriebenen Versuchsdurchführung wird der Filterkuchen nach der Waschflüssigkeitsaufgabe und partiellen Resuspendierung mit dem ver-

unreinigten Überstand gewaschen. Die Wäsche erfolgt bei der gleichen Druckdifferenz wie die Kuchenbildung. Die Wäsche wird beendet, sobald der Filterkuchen vollständig gesättigt ist. Anschließend wird eine Kuchenanalytik zur Ermittlung des Restanteils X durchgeführt. Die Waschergebnisse im Vergleich zur Referenz (bestmögliche Wäsche) sind in Abbildung 6.15 dargestellt.

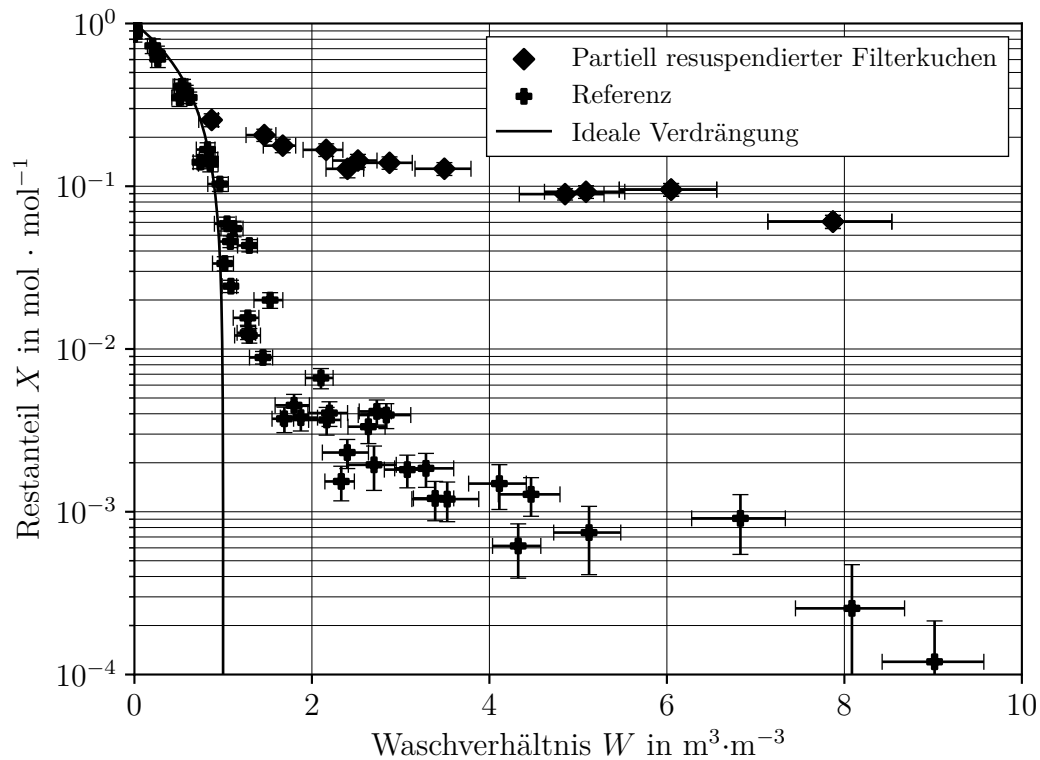


Abb. 6.15.: Waschkurve eines partiell resuspendierten Filterkuchens ($h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $\dot{V}_W/A_c = 3,26$ cm/s) im Vergleich zur Referenzwaschkurve.

Das Waschergebnis des partiell resuspendierten Filterkuchens zeigt starke Abweichungen von der Referenzwaschkurve. Beide Kurven verlaufen zunächst entlang der idealen Verdrängung und lösen sich in beiden Fällen bei einem Waschverhältnis $W \approx 0,7 - 0,8$ von dieser ab. Bei höheren Waschverhältnissen verläuft die Waschkurve des partiell resuspendierter Kuchens ca. 2 Größenordnungen oberhalb der Referenz. Das Waschergebnis wird durch die partielle Resuspendierung des Filterkuchens und die damit verbundene Überstandskonzentration wesentlich verschlechtert. Dadurch erhöht sich der Waschflüssigkeitsbedarf zur Erzielung eines spezifizierten Restanteils erheblich. Durch den Vergleich mit den Überstandskonzentrationen kann verdeutlicht werden, dass der negative Einfluss eindeutig auf die partielle Resuspendierung des Filterkuchens zurückgeführt werden kann. Abbildung 6.16 zeigt die Waschkurve des resuspendierten Filterkuchens

im Vergleich zu den normierten Überstandskonzentrationen c_{sup}/c_0 , welche im Rahmen der in Abschnitt 6.2.2 durchgeführten Überstandsanalytik (also ohne herkömmlichen Waschversuch!) ermittelt wurden.

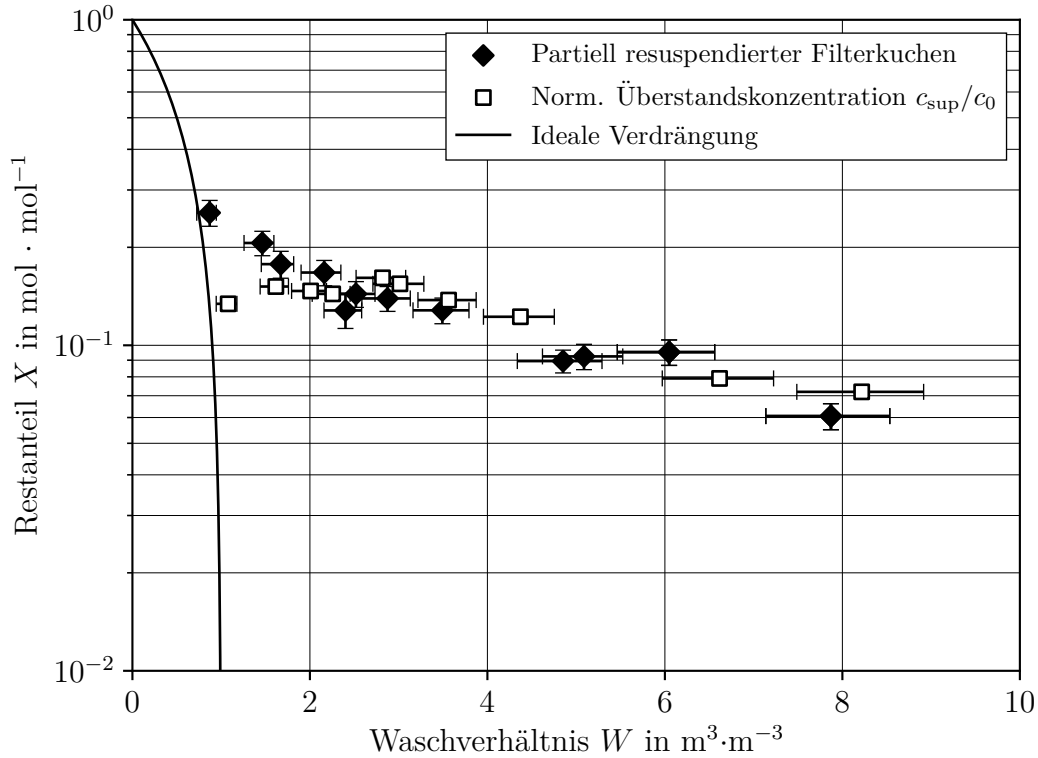


Abb. 6.16.: Waschkurve eines partiell resuspendierten Filterkuchens im Vergleich zur im Rahmen einer Überstandsanalytik bestimmten normierten Überstandskonzentration ($h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $\dot{V}_W/A_c = 3,26$ cm/s).

Aus der Abbildung geht hervor, dass der im Kuchen enthaltene Restanteil der Verunreinigungen der bezogenen Konzentration des kontaminierten Überstands im Rahmen der Messgenauigkeit entspricht. Das Waschergebn wird somit durch den negativen Einfluss der partiellen Resuspendierung limitiert.

Eine Limitierung des Waschergebnisses durch Kinetikeffekte wie z. B. Dispersion oder Diffusion kann im untersuchten Bereich ausgeschlossen werden. Folgender Zusammenhang zwischen der Konzentration des Überstands c_{sup} und dem Restanteil X kann dadurch abgeleitet werden:

- $\frac{c_{\text{sup}}}{c_0} \approx X \rightarrow$ Waschergebnis wird durch die Überstandskonzentration (bedingt durch partielle Resuspendierung des Filterkuchens) limitiert
- $\frac{c_{\text{sup}}}{c_0} < X \rightarrow$ Waschergebnis wird durch andere Effekte limitiert (z. B. Dispersion, Diffusion, Geometrie, Struktur usw.)

Basierend auf diesem Zusammenhang und Verwendung von Gl. 6.7 kann der Rückvermischungsanteil φ zur Erzeugung von Modellkurven zur Beschreibung des aus der Resuspendierung resultierenden Waschlimits verwendet werden. Die Modellierung von Waschkurven auf Basis von Resuspendierungskurven wird im folgenden Abschnitt erläutert. Nachfolgend wird eine Parameterstudie durchgeführt, um exemplarisch den Einfluss verschiedener Prozessparameter auf das Ausmaß der partiellen Resuspendierung und das Waschergebnis zu demonstrieren.

6.2.5. Modellbildung

Im folgenden Abschnitt wird die Erstellung eines Modells zur Beschreibung des erreichbaren Restanteils basierend auf Rückvermischungskurven $\varphi(W)$ erläutert. Die Modellkurven beschreiben dabei die erreichbare Reinheit des Filterkuchens, die aufgrund der Überstandskontamination nicht verbessert werden kann. Die erzeugte Modellkurve beschreibt also ein Waschlimit, das vom Rückvermischungsanteil φ bzw. den Anpassungsparametern $\varphi_{\max}$ und m abhängt (vgl. Gl. 6.8). Zunächst erfolgt die Modellierung von Waschergebnissen auf Basis der durchgeführten Versuchsprozedur, um einen Vergleich mit den experimentellen Ergebnissen zu ermöglichen. Folgende Annahmen werden dazu getroffen:

- Einmalige und vollständige Waschflüssigkeitsaufgabe
- Filterkuchen vor der Aufgabe vollständig gesättigt $\rightarrow$ Keine Zwischenentfeuchtung, $S = 1$
- Waschflüssigkeit vor der Aufgabe ohne Verunreinigungen $\rightarrow c_W = 0 \text{ mol/l}$
- Waschflüssigkeit dringt vollständig in den Filterkuchen ein $\rightarrow$ Keine Nachentfeuchtung
- Homogene Überstandskonzentration c_{sup} $\rightarrow$ Kein Konzentrationsgradient im Überstand
- Waschflüssigkeit dringt während der Aufgabe nicht in den Kuchen ein
- Waschflüssigkeit durchströmt den Filterkuchen während der Wäsche kolbenförmig

Die Modellierung erfolgt auf der grundlegenden Annahme, dass der kontaminierte Überstand die Porenflüssigkeit innerhalb des Filterkuchens kolbenförmig verdrängt. Somit entspricht die Porenkonzentration am Ende der Wäsche der Konzentration des kontaminierten Überstands. Abbildung 6.17 zeigt schematisch den Zustand des Filterkuchens zwischen Waschflüssigkeitsaufgabe (bzw. partieller Resuspendierung) und der Kuchenwäsche (Waschflüssigkeit ist noch nicht eingedrungen).

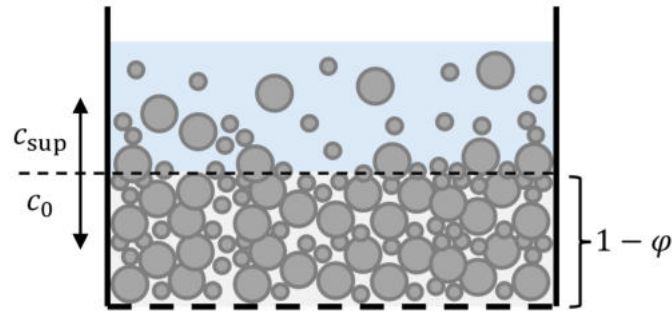


Abb. 6.17.: Konzentrationsprofil und nicht resuspendierter Anteil des Filterkuchens unmittelbar nach der Waschflüssigkeitsaufgabe.

Wie aus der Abbildung hervorgeht, treten bereits zu diesem Zeitpunkt mehrere, lokal unterschiedliche Konzentrationen im Filterkuchen auf. Durch die partielle Resuspendierung liegt im aufgewirbelten Teil des Filterkuchens bereits die Überstandskonzentration c_{sup} vor. Im nicht resuspendierten Teil ($1 - \varphi$) liegt die Konzentration der Mutterlösung c_0 vor.

Wird der dargestellte Filterkuchen im nächsten Schritt kolbenförmig mit der kontaminierten Waschflüssigkeit durchströmt, tritt zunächst bis zum Waschverhältnis $W = 1 - \varphi$ Filtrat mit der Startkonzentration c_0 aus. Bis zu diesem Punkt bewegt sich die Modellkurve auf der idealen Verdrängung. Somit beschreibt das Waschverhältnis $W = 1 - \varphi$ den Ablösungspunkt. Sobald die Porenflüssigkeit mit der Startkonzentration c_0 vollständig verdrängt wurde, tritt das Filtrat mit der Überstandskonzentration c_{sup} aus. Am Ende der Wäsche liegt ausschließlich diese Überstandskonzentration in den Poren des Filterkuchens vor. Zur Berechnung des erreichbaren Restanteils X müssen daher folgende Fälle unterschieden werden:

$$X(W) = \begin{cases} 1 - W & W \leq 1 - \varphi \\ \frac{c_{\text{sup}}}{c_0} = \frac{\varphi(W)}{\varphi(W) + \frac{W}{S}} + \frac{c_W}{c_0} \cdot \frac{\frac{W}{S}}{\varphi(W) + \frac{W}{S}} & W > 1 - \varphi \end{cases} \quad (6.11)$$

Für den Fall $W > 1 - \varphi$ kann der erreichbare Restanteil X als Funktion des Rückvermischungsanteils $\varphi(W)$ nach Gl. 6.8 berechnet werden. Das beschriebene Kolbenmodell wird anhand der in Abschnitt 6.2.4 gezeigten Daten überprüft. Das Kolbenmodell basiert auf unscharfen Messdaten aus Resuspendierungsversuchen. Die sich dadurch ergebende Modellkurve ist ebenfalls mit Unschärfen behaftet. Um den Messfehler bei der Erstellung von Modellkurven zu berücksichtigen, werden daher jeweils weitere $\varphi(W)$ -Anpassungen durch den oberen ($+\Delta\varphi(W)$) und unteren ($-\Delta\varphi(W)$) Größtfehler durchgeführt. Die sich ergebende Modellkurve mit dem entsprechenden Fehlerband ist in Abbildung 6.18 dargestellt. Es ist erkennbar, dass die experimentelle Waschkurve durch die Simulation aufbauend auf dem Kolbenmodell abgebildet werden kann.

Damit ist die Validierung des Modells erfolgreich. Es kann gezeigt werden, dass der Verlauf der Waschkurve von der partiellen Resuspendierung des Filterkuchens durch die Waschflüssigkeitsaufgabe dominiert wird. Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass in diesem Fall der gesamte Verlauf einer Waschkurve nur aufgrund einer Überstandsanalytik wiedergegeben werden kann und für deren Vorhersage herkömmlicher Waschversuch notwendig ist.

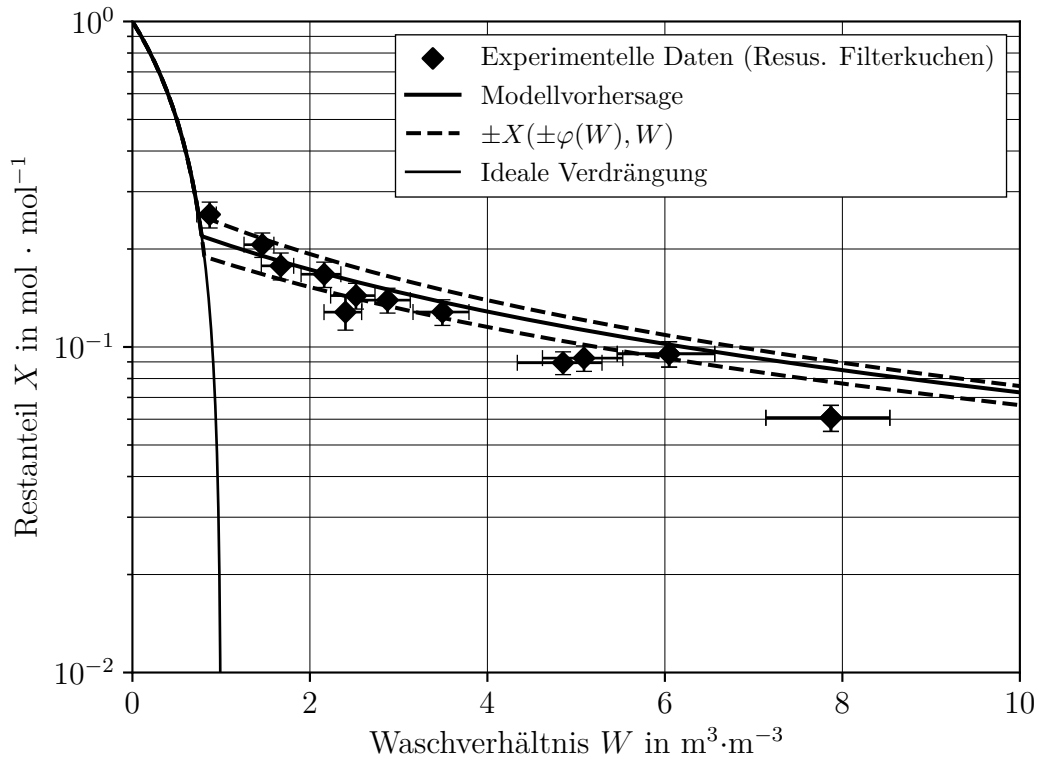


Abb. 6.18.: Modellvorhersage nach Gl. 6.11 im Vergleich zur Waschkurve eines partiell resuspendierten Filterkuchens ($\varphi_{\max} = 1$, $m = 0,359$, $h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $\dot{V}_W/A_c = 3,26$ cm/s)

Wie bereits bei der Herleitung von Gleichung 6.7 beschrieben, verhält sich die Herleitung des Rückvermischungsanteils φ bzw. der Überstandskonzentration c_{sup} analog zur Verdünnungswäsche. Im industriellen Umfeld wird die Verdünnungswäsche aus Gründen der Wascheffizienz bevorzugt mehrstufig durchgeführt.

Auch die Analogie des Rückvermischungsanteils φ kann um diese Mehrstufigkeit erweitert werden. „Mehrstufigkeit“ bedeutet in diesem Fall allerdings, dass die gesamte Waschflüssigkeit nicht einmalig und vollständig, sondern sukzessive in mehreren kleinen Portionen ΔW auf die Kuchenoberfläche aufgegeben wird. Besonders bei Untersuchungen im Labormaßstab wird diese Methode bereits in der Praxis angewendet (Vgl. Versuchsvorgehen Referenzwaschkurve). Das

Kolbenmodell zur partiellen Resuspendierung kann zur Beschreibung einer sogenannten „intervallweisen“ Aufgabe der Waschflüssigkeit erweitert werden. Zur Berechnung der Überstandskonzentration $c_{\text{sup},i}$ nach i von n Aufgabeintervallen kann Gleichung 6.12 verwendet werden, die sich aus der Stoffmengenbilanz ergibt:

$$c_{\text{sup},i} = (c_0 - c_W) \cdot \left(\frac{\varphi(\Delta W)_i}{\varphi(\Delta W)_i + \frac{\Delta W}{S}} \right)^i + c_W \quad (6.12)$$

Zur Modellierung von Waschergebnissen mit intervallweiser Zugabe der Waschflüssigkeit werden weitere Annahmen zur Vereinfachung getroffen:

- Waschflüssigkeit dringt nach jedem Intervall vollständig in den Filterkuchen ein
- Identische Intervallgrößen $\Delta W \rightarrow n \cdot \Delta W = W$
- Gleiche Kuchenresuspendierung in jedem Intervall $\rightarrow \varphi(\Delta W)_i = \text{const.}$

Die Modellierung der Kuchenwäsche mit mehreren Aufgabeintervallen kann auf Grundlage einer Resuspendierungskurve für eine einmalige Waschflüssigkeitsaufgabe durchgeführt werden. Dadurch ist es möglich, den Einfluss einer mehrfachen Waschflüssigkeitsaufgabe auf das Waschergebnis vorherzusagen.

Zur Validierung des Kolbenmodells mit mehrfacher Waschflüssigkeitsaufgabe werden weitere experimentelle Untersuchungen durchgeführt. Die Versuchsdurchführung entspricht der in Abschnitt 6.2.4 erläuterten Prozedur. Im Vergleich zu den dort beschriebenen Versuchen wird die Waschflüssigkeit nicht einmalig und vollständig, sondern in zwei gleich großen Intervallen aufgegeben. Dazu wird zunächst die erste Hälfte der Waschflüssigkeit auf den Filterkuchen aufgegeben, anschließend wird die Wäsche gestartet. Sobald die Waschflüssigkeit eingedrungen ist, wird die Druckdifferenz gebrochen und die zweite Hälfte der Waschflüssigkeit wird nach identischer Vorgehensweise aufgegeben. Dadurch ist die oberste Kuchenschicht bereits durch das erste Aufgabeintervall vorgereinigt, wodurch die Überstandskonzentration c_{sup} mit jedem weiteren Aufgabeintervall abnimmt. Der Waschflüssigkeitsüberstand wird durch Aufteilung der Waschflüssigkeit zunehmend weniger kontaminiert. Die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen sind im Vergleich zur Modellkurve nach Gl. 6.12 in Abbildung 6.19 dargestellt. Das minimal verwendbare Waschverhältnis ist durch den verwendeten Versuchsaufbau limitiert.

Wie aus der Abbildung hervorgeht, können die Waschergebnisse bereits durch eine Waschflüssigkeitsaufgabe in 2 Intervallen um ungefähr eine Größenordnung im Vergleich zur einmaligen Aufgabe verbessert werden. Aufgrund der angenommenen kolbenförmigen Durchströmung besitzt die Modellkurve Knickpunkte bei Waschverhältnissen, bei denen eine bestimmte Konzentration nicht mehr im Filterkuchen auftritt (c_0 oder $c_{\text{sup},1}$). Durch die Modellvorhersage kann

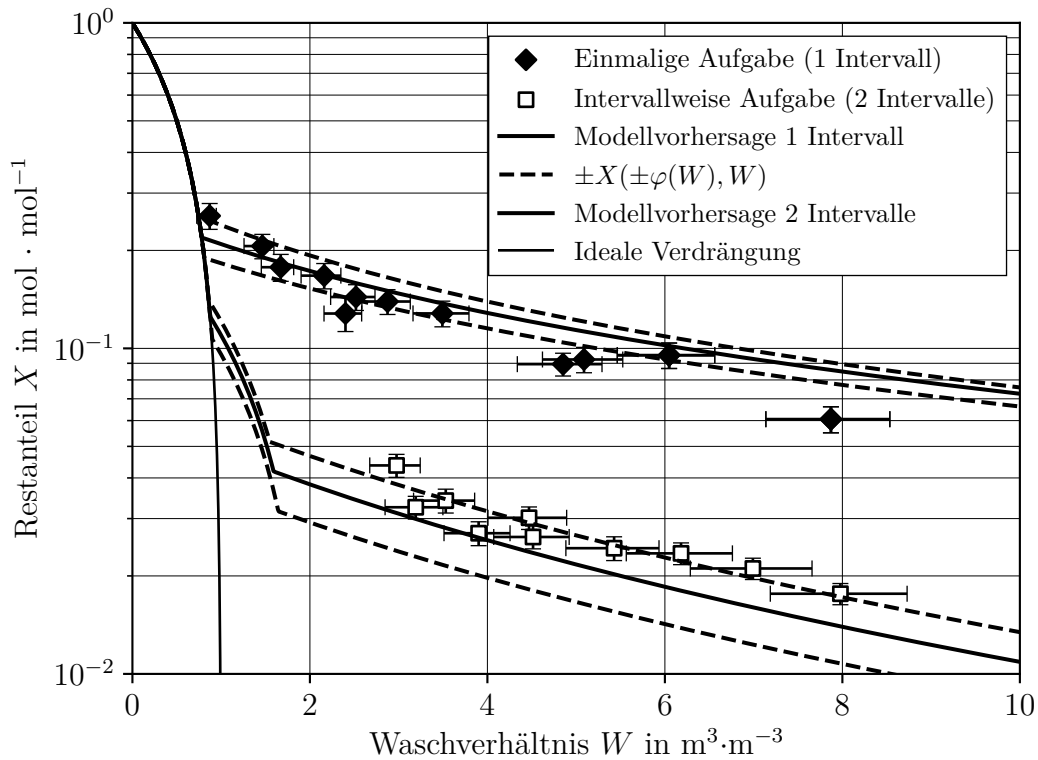


Abb. 6.19.: Experimentelle Waschergebnisse partiell resuspendierter Filterkuchen nach einmaliger und intervallweiser Zugabe (2 Intervalle) der Waschflüssigkeit im Vergleich zu Modellvorhersagen nach Gl. 6.12 ($\varphi_{\max} = 1$, $m = 0,359$, $h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $\dot{V}_W/A_c = 3,26$ cm/s)

der negative Einfluss der partiellen Kuchenresuspendierung auch für mehrere Aufgabeintervalle vorhergesagt werden. Das Modell liefert unter den gegebenen Versuchsbedingungen eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen Daten. Auch im dargestellten Fall wird das Waschergebnis von partieller Resuspendierung und der damit verbundenen Überstandskontamination dominiert, da $c_{\text{sup}}/c_0 \approx X$.

Aus den Ergebnissen geht hervor, dass der negative Einfluss der partiellen Resuspendierung besonders durch die mehrfache Aufgabe der Waschflüssigkeit reduziert werden kann, wie es z. B. bei Waschflüssigkeitsaufgabe auf Taktbandfiltern umgesetzt wird. Mit Hilfe von Gleichung 6.12 ist es möglich, den Einfluss der partiellen Resuspendierung auf das Waschergebnis vorherzusagen. Dazu werden ausschließlich Informationen benötigt, die aus Resuspendierungsversuchen bzw. einer Überstandsanalytik ermittelt werden können.

Neben der intervallweisen Aufgabe der Waschflüssigkeit kann der Einfluss der partiellen Re-

suspendierung auf das Waschergebnis auch durch die Variation weiterer Prozessparameter beeinflusst werden. Die Parameterstudie im folgenden Abschnitt gibt einen Überblick über den Einfluss der wichtigsten Prozessparameter.

6.2.6. Parameterstudie

Im folgenden Abschnitt wird der Einfluss wesentlicher Prozessparameter auf die partielle Kuchenresuspendierung und den damit verbundenen Einfluss auf das Waschergebnis anhand experimenteller Untersuchungen gezeigt. Folgende Parameter werden untersucht:

- Einfluss der Dosiergeschwindigkeit während der Waschflüssigkeitsaufgabe
- Einfluss der am Kuchen angelegten Druckdifferenz während der Waschflüssigkeitsaufgabe
- Einfluss der Sättigung des zwischenentfeuchteten Kuchens vor der Waschflüssigkeitsaufgabe

Zur Bewertung des Einflusses der Parameteränderung erfolgt stets ein Vergleich mit einem Worst-Case-Szenario. Im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen führten die folgenden Prozessparameter zum stärksten partiellen Resuspendierung des Filterkuchens und somit zur größten Verschlechterung des Waschergebnisses:

- Waschflüssigkeitsaufgabe mit dem höchsten untersuchten flächenspezifischen Dosiervolumenstrom ($\dot{V}_W/A_c = 3,26 \text{ cm/s}$)
- Waschflüssigkeitsaufgabe ohne an den Kuchen angelegte Druckdifferenz ($\Delta p = 0$)
- Waschflüssigkeitsaufgabe auf den gesättigten Filterkuchen ($S = 1$)
- Einmalige und vollständige Aufgabe der Waschflüssigkeit (s. o.)

Die Waschflüssigkeitsaufgabe erfolgt jeweils mit dem identischen Flüssigkeitsverteiler (Handbrause). Die Resuspendierungs- und Waschkurven mit den genannten Parametern werden nachfolgend als „Worst Case“ bezeichnet. Die dem Worst Case entsprechenden Resuspendierungs- und Waschkurven wurden bereits in den Abbildungen 6.12 und 6.15 gezeigt. Diese Datensätze werden jeweils zur Beurteilung des Einflusses der untersuchten Parameter herangezogen.

Die untersuchten Parameter bilden exemplarische Fälle. Die Untersuchung spezifischer Anwendungsfälle ist möglich, kann jedoch im Rahmen eines Forschungsprojekt aufgrund der Vielfalt industrieller Prozesse nicht erfasst werden. Wechselwirkungen der betrachteten Parameter werden nicht untersucht.

Einfluss der Dosiergeschwindigkeit

Zunächst wird der Einfluss der Dosiergeschwindigkeit untersucht, mit welcher die Waschflüssigkeit auf die Kuchenoberfläche aufgegeben wird. Die Waschflüssigkeit wird dazu nach Abschluss der Kuchenbildung auf die gesättigte Kuchenoberfläche aufgegeben. Die Flüssigkeitsverteilung erfolgt mithilfe der Handbrause, wodurch eine homogene Verteilung der Flüssigkeit auf der gesamten Kuchenoberfläche sichergestellt wird. Zur Änderung der Dosiergeschwindigkeit wird der Druck des Dosierbehälters variiert. Die Untersuchungen werden für insgesamt drei unterschiedliche Dosiervolumenströme bzw. -geschwindigkeiten durchgeführt. Zur vereinfachten Maßstabsübertragung wird der Volumenstrom auf die Kuchenoberfläche A_c bezogen.

Zunächst werden Resuspendierungsversuche nach der in Abschnitt 6.2.2 beschriebenen Methode durchgeführt. Die experimentell ermittelten Resuspendierungskurven werden nach Gl. 6.8 angepasst. Die experimentellen Daten sowie die entsprechenden Anpassungsfunktionen sind in Abbildung 6.20 dargestellt. Zur verbesserten Übersichtlichkeit werden die Fehlerbänder der Anpassungen nicht dargestellt.

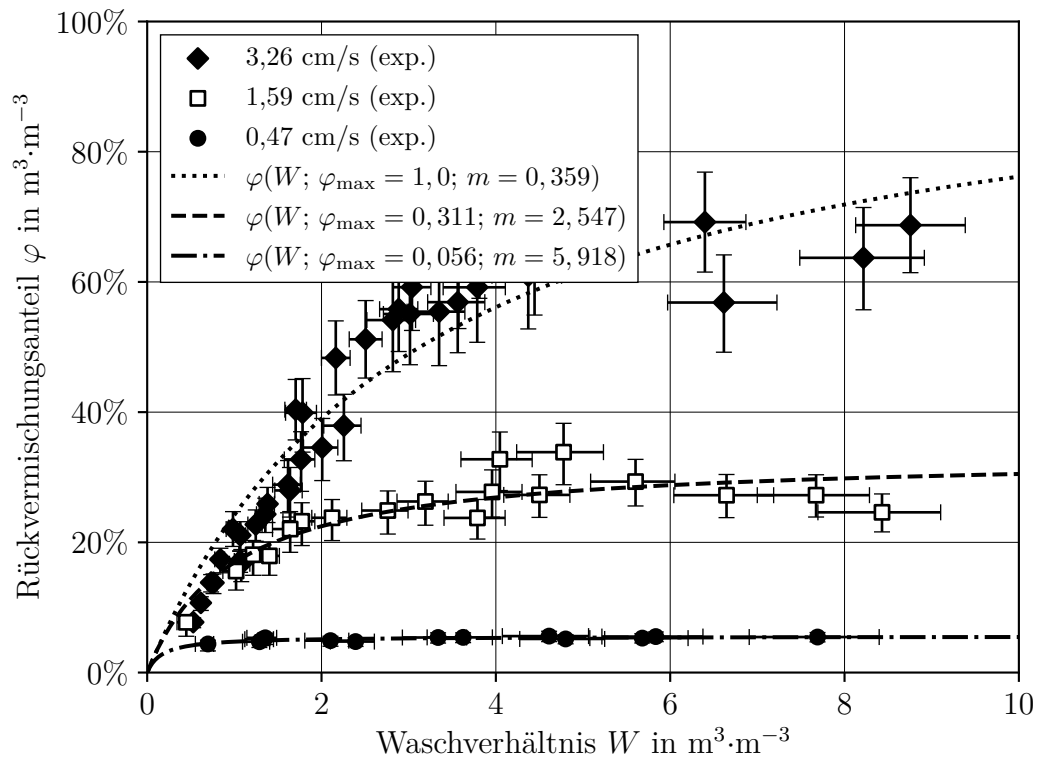


Abb. 6.20.: Resuspendierungskurven für unterschiedliche Dosiergeschwindigkeiten der Waschflüssigkeit und Anpassungskurven nach Gl. 6.8 ($h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $A_c = 56,75$ cm²)

Wie aus der Abbildung hervorgeht, führen die unterschiedlichen Dosiergeschwindigkeiten dazu, dass der Filterkuchen unterschiedlich stark resuspendiert wird. Je höher die Dosiergeschwindigkeit, desto größer der Rückvermischungsanteil φ . Die Messdaten beginnen jeweils im Ursprung und weisen mit zunehmendem Waschverhältnis W jeweils einen degressiven Kurvenverlauf auf, der abhängig von der Dosiergeschwindigkeit unterschiedlich stark ausgeprägt ist. Die Anpassungsfunktionen beschreiben den Verlauf der experimentellen Daten sehr gut. Auch aus den Anpassungsparametern kann abgelesen werden, dass die Anpassungsfunktionen abhängig von der Dosiergeschwindigkeit gegen unterschiedliche Grenzwerte $\varphi_{\max}$ streben.

Der Verlauf sowie die Schichtung der Resuspendierungskurven erscheint plausibel, da mit steigender Dosiergeschwindigkeit auch der Impuls der Waschflüssigkeit zunimmt. Durch die damit verbundene erhöhte Krafteinwirkung beim Flüssigkeitsaufprall wird ein größerer Anteil des Filterkuchens resuspendiert bzw. die Waschflüssigkeit dringt tiefer in den Filterkuchen ein. Eine partielle Resuspendierung des Filterkuchens kann also durch eine möglichst schonende Waschflüssigkeitsaufgabe reduziert werden. Es ist jedoch zu bemerken, dass auch im Fall der geringsten untersuchten Dosiergeschwindigkeit bis zu 5% des Filterkuchens resuspendiert werden (Abb. 6.20).

Der Einfluss der Dosiergeschwindigkeit auf das Waschergebnis wird anhand von Waschversuchen untersucht. Das Versuchsvorgehen ist dabei jeweils identisch zu den entsprechenden Resuspendierungsversuchen. Statt einer Überstandsanalytik wird der Kuchen nach der Waschflüssigkeitsaufgabe mit dem kontaminierten Überstand gewaschen. Die Ergebnisse der Waschversuche sind in Abbildung 6.21 dargestellt.

Wie die Resuspendierungskurven weisen auch die Waschkurven eine von der Dosiergeschwindigkeit abhängige Schichtung auf. Die Waschergebnisse unterscheiden sich im untersuchten Bereich um bis zu einer Größenordnung. Alle Kurven lösen sich bei einem Waschverhältnis $W \approx 0,7 - 0,8$ von der idealen Verdrängung ab. Das Niveau der Referenzwaschkurve ($X(W \approx 3) \approx 10^3$) wird in keinem untersuchten Fall erreicht.

Die Schichtung der Waschkurven stimmt mit den Resuspendierungskurven überein. Das ist plausibel, da mit stärkerer Resuspendierung des Filterkuchens beim identischen Waschverhältnis auch mehr Verunreinigungen in den Überstand eingetragen werden. Das Waschergebnis wird also abhängig vom Rückvermischungsanteil bzw. der Dosiergeschwindigkeit limitiert. Anhand der Resuspendierungskurven kann gezeigt werden, dass der Filterkuchen auch bei der geringsten untersuchten Dosiergeschwindigkeit noch bis zu 5% resuspendiert wird. Dieser Rückvermischungsanteil mag gering erscheinen, führt jedoch zur Abweichung des Waschergebnissen um bis zu eine Größenordnung im Vergleich zur Referenz.

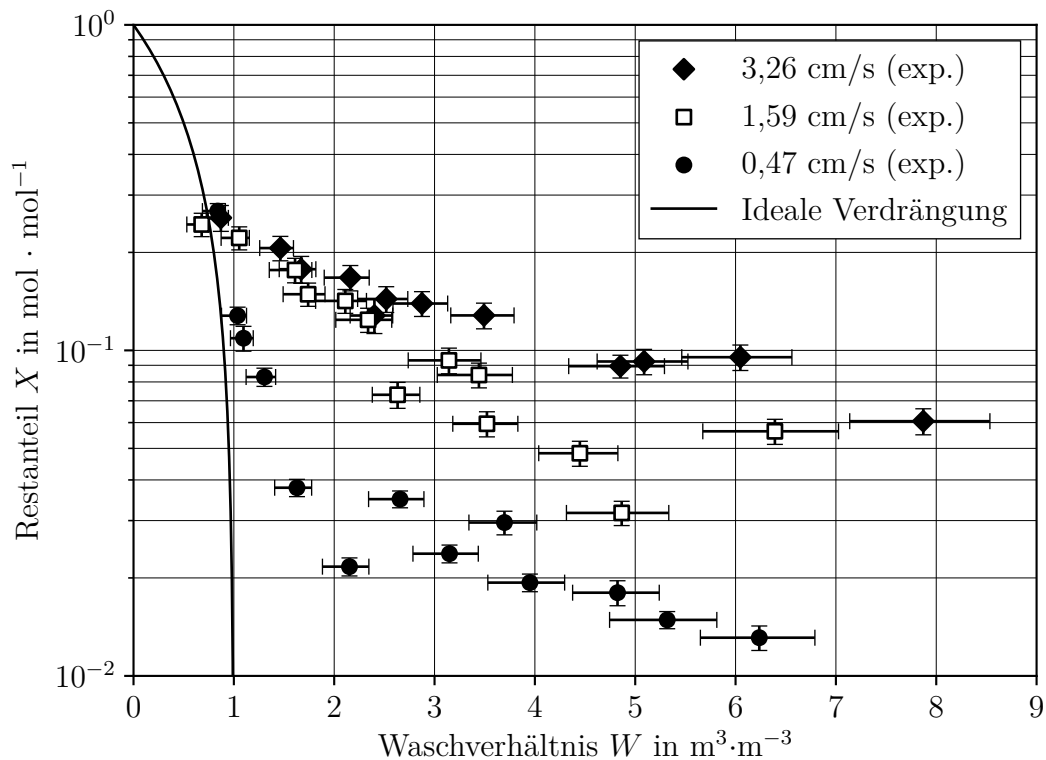


Abb. 6.21.: Waschkurven für unterschiedliche Dosiergeschwindigkeiten der Waschflüssigkeit ($h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $A_c = 56,75$ cm²)

Die partielle Resuspendierung des Filterkuchens sollte somit im Rahmen einer Prozessauslegung sowohl in Laborversuchen als auch im industriellen Maßstab durch Resuspendierungsversuche überprüft und berücksichtigt werden. Eine Vernachlässigung dieses Effekts kann zu unvorhersehbaren Abweichungen des Waschergebnisses führen, was mit erhöhten Kosten beim Design, der Inbetriebnahme und dem Betrieb des Waschprozesses verbunden ist.

Einfluss der angelegten Druckdifferenz

Bei industriellen Waschprozessen wird Waschflüssigkeit meist bei angelegter Gasdruckdifferenz aufgegeben, d. h. der Filterkuchen wird während der Dosierung mechanisch durch eine Druckspannung belastet. Dadurch wird die mechanische Stabilität des Filterkuchens erhöht. Durch experimentelle Untersuchungen soll überprüft werden, ob das Ausmaß der partiellen Kuchenresuspendierung durch eine angelegte Druckdifferenz während der Waschflüssigkeitsaufgabe reduziert werden kann.

Zu diesem Zweck werden weitere Resuspendierungsversuche durchgeführt. Die Versuchssprozedur orientiert sich am in Abschnitt 6.2.2 beschriebenen Vorgehen. Die Druckdifferenz wird nach

der Kuchenbildung nicht gebrochen, sondern die Waschflüssigkeit wird auf die gespannte Kuchenoberfläche aufgegeben. Um Einflüsse von Wandablagerungen zu vermeiden, wird für die Kuchenbildung ein 3D-gedruckter Spritzschutz in den Nutschenkörper eingesetzt. Die Druckdifferenz wird gebrochen, sobald die Waschflüssigkeit vollständig aufgegeben wurde. Durch dieses Vorgehen dringt ein geringer Anteil der Waschflüssigkeit in den Filterkuchen ein. Die Auswertung des Rückvermischungsanteils bleibt davon unbeeinflusst.

Die Resuspendierungskurven für Filterkuchen mit und ohne angelegte Druckdifferenz während der Waschflüssigkeitsaufgabe sind in Abbildung 6.22 dargestellt.

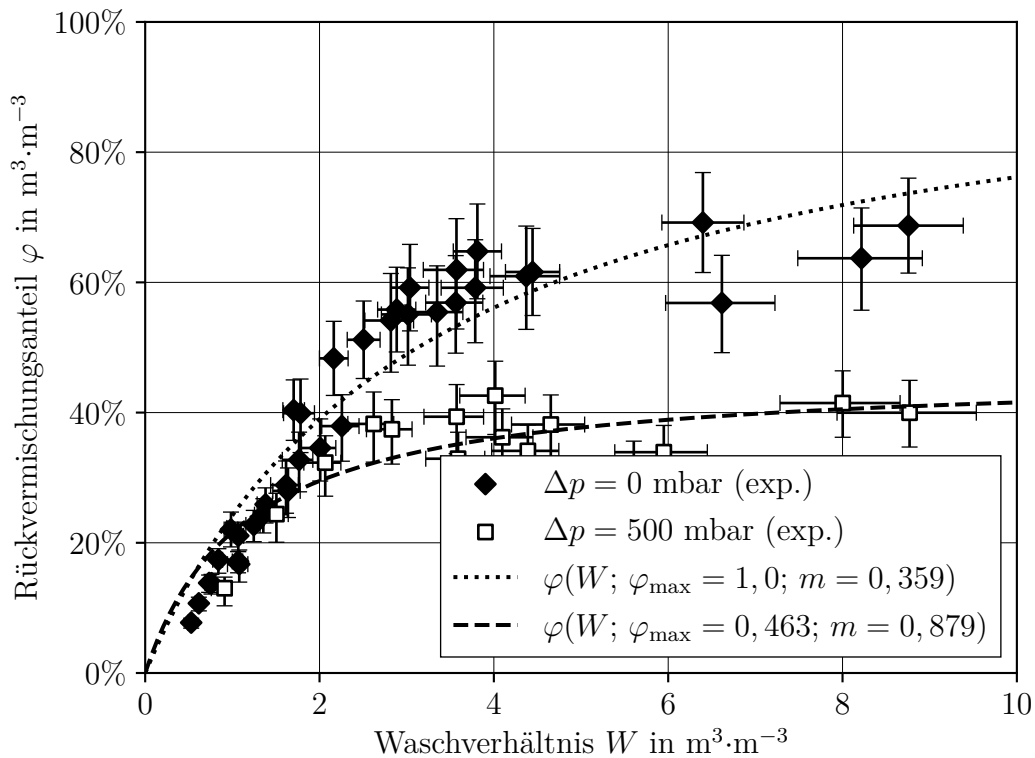


Abb. 6.22.: Resuspendierungskurven mit ($\Delta p = 500$ mbar) und ohne ($\Delta p = 0$ mbar) an den Kuchen angelegte Druckdifferenz während der Waschflüssigkeitsaufgabe mit Anpassungskurven nach Gl. 6.8 ($h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $A_c = 56,75$ cm²)

Die Resuspendierungskurven weisen für beide betrachteten Fälle unterschiedliche Verläufe auf. Im Bereich von Waschverhältnissen $W < 2$ weisen beide Kurven zunächst einen ähnlichen Verlauf auf. Bei höheren Waschverhältnissen wird für die Messdaten mit angelegter Druckdifferenz ein geringerer Rückvermischungsanteil φ erreicht. Durch das Anlegen einer Druckdifferenz während der Waschflüssigkeitsaufgabe wird der Rückvermischungsanteil φ bei hohen Waschverhältnissen im untersuchten Fall bis zu 30% reduziert. Die Ergebnisse zeigen, dass die partielle

Resuspendierung des Filterkuchens durch eine angelegte Druckdifferenz reduziert werden kann. Zur Beschreibung des Einflusses dieser Parametervariation auf das Waschergebn werden entsprechende Waschversuche durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in Abbildung 6.24 dargestellt.

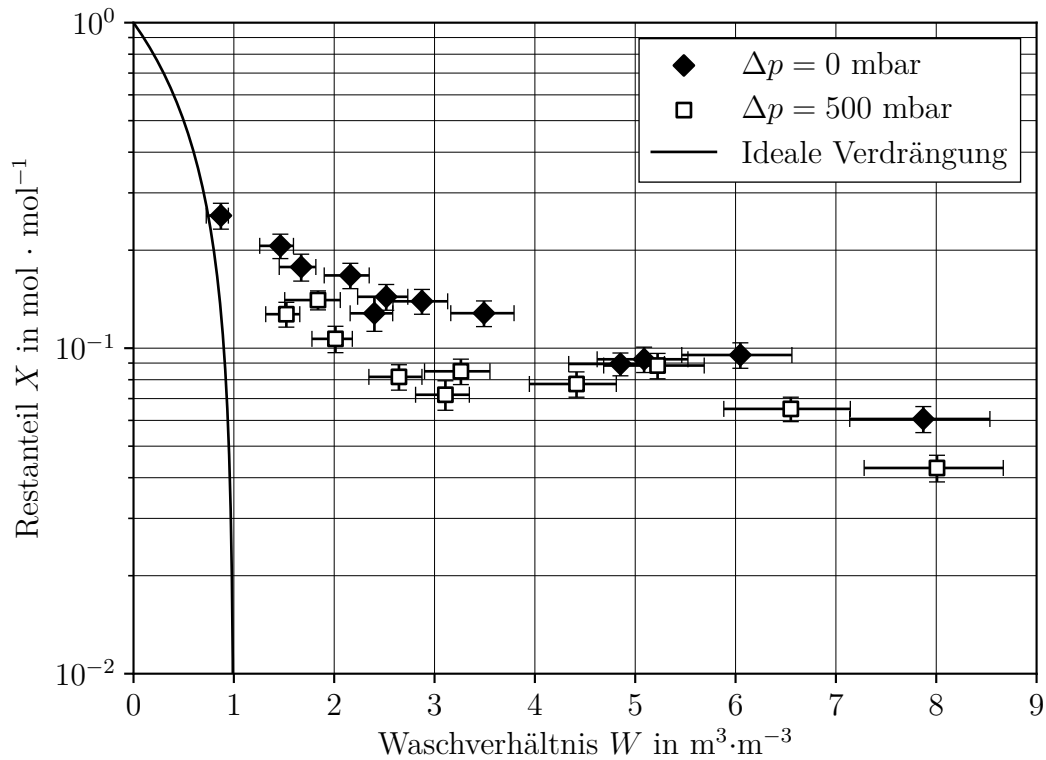


Abb. 6.23.: Waschkurven mit ($\Delta p = 500$ mbar) und ohne ($\Delta p = 0$ mbar) an den Kuchen angelegte Druckdifferenz während der Waschflüssigkeitsaufgabe ($h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $A_c = 56,75$ cm²)

Wie aus dem Waschdiagramm hervorgeht, weisen die Waschkurven besonders im Bereich von Waschverhältnissen $1 < W < 5$ deutliche Unterschiede des Restanteils X auf. Durch eine angelegte Druckdifferenz während der Waschflüssigkeitsaufgabe kann das Waschergebn bei $W \approx 3$ bis zu 10% verbessert werden.

Der erkennbare Einfluss einer angelegten Druckdifferenz ist somit zwar nur geringfügig ausgeprägt, in einem Waschprozess jedoch sehr einfach umsetzbar. In dieser Hinsicht sollte Waschflüssigkeit im industriellen Umfeld bevorzugt mit an den Kuchen angelegter Druckdifferenz aufgegeben werden, um den negativen Einfluss einer partiellen Resuspendierung möglichst gering zu halten.

Einfluss der Kuchensättigung (Vorentfeuchtung)

Abschließend wird der Einfluss einer Vorentfeuchtung auf die partielle Resuspendierung und das Waschergebnis untersucht. Durch eine Vorentfeuchtung des Filterkuchens wird ein Teil der Porenflüssigkeit bereits direkt nach der Kuchenbildung aus dem Filterkuchen entfernt. Dadurch sind auch weniger Verunreinigungen im Kuchen enthalten, die durch partielle Resuspendierung in den Überstand gelangen.

Ein weiterer positiver Effekt der Vorentfeuchtung ist die mutmaßliche Erhöhung der Zugfestigkeit des Filterkuchens. Schubert beschreibt die Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Kuchensättigung [24]. Er stellt fest, dass entfeuchtete Filterkuchen im Vergleich zu gesättigten Filterkuchen eine höhere mechanische Festigkeit aufweisen. Durch beide genannten Effekte kann das Ausmaß der partiellen Resuspendierung bzw. deren Einfluss auf das Waschergebnis reduziert werden. Eine Trennung der genannten Effekte ist aufgrund des verwendeten Versuchsaufbaus jedoch nicht möglich. Die dargestellten Ergebnisse beschreiben also die Summe beider Effekte. Zur Darstellung des Einflusses einer Vorentfeuchtung auf die partielle Resuspendierung werden weitere Resuspendierungsversuche durchgeführt. Nach Abschluss der Kuchenbildung wird der Filterkuchen dazu zunächst für eine definierte Zeit vorentfeuchtet. Als Vorentfeuchtungszeiten werden $t = 5 \text{ s}$ und $t = 30 \text{ s}$ gewählt. Die entsprechende mittlere Sättigung (Mittelwert einer Versuchsreihe) beträgt $\bar{S}(t = 5 \text{ s}) = 0,85$ und $\bar{S}(t = 30 \text{ s}) = 0,70$. Die Druckdifferenz wird nach der Vorentfeuchtung gebrochen, anschließend erfolgt die Waschflüssigkeitsaufgabe. Die Ergebnisse der Resuspendierungsversuche sind in Abbildung 6.24 dargestellt. Die Ermittlung der Rückvermischungsanteils φ erfolgt nach Gl. 6.6 unter Berücksichtigung der Sättigung S . Die Berechnung erfolgt unter der Annahme, dass die Porenflüssigkeit im vorentfeuchteten Filterkuchen homogen verteilt vorliegt.

An dem Verlauf der Resuspendierungskurven kann erkannt werden, dass das Ausmaß der partiellen Resuspendierung durch eine Vorentfeuchtung des Filterkuchens reduziert werden kann. Abweichungen des Rückvermischungsanteils φ sind bereits bei Waschverhältnissen $W < 2$ erkennbar und im weiteren Verlauf noch deutlicher ausgeprägt. Bei hohen Waschverhältnissen kann der Rückvermischungsanteil φ durch eine Vorentfeuchtung um bis zu 20% reduziert werden. Je länger die Vorentfeuchtungszeit und damit je geringer die Sättigung, desto geringer der Rückvermischungsanteil φ . Bereits eine kurze Vorentfeuchtungszeit von $t = 5 \text{ s}$ ist ausreichend, um das Ausmaß der partiellen Resuspendierung deutlich zu reduzieren.

Der Einfluss auf das Waschergebnis wird durch entsprechende Waschversuche untersucht. Die Kuchenwäsche wird abgebrochen, sobald die Waschflüssigkeit vollständig in den Filterkuchen eingedrungen ist. Die Ergebnisse der Waschversuche sind in Abbildung 6.25 dargestellt.

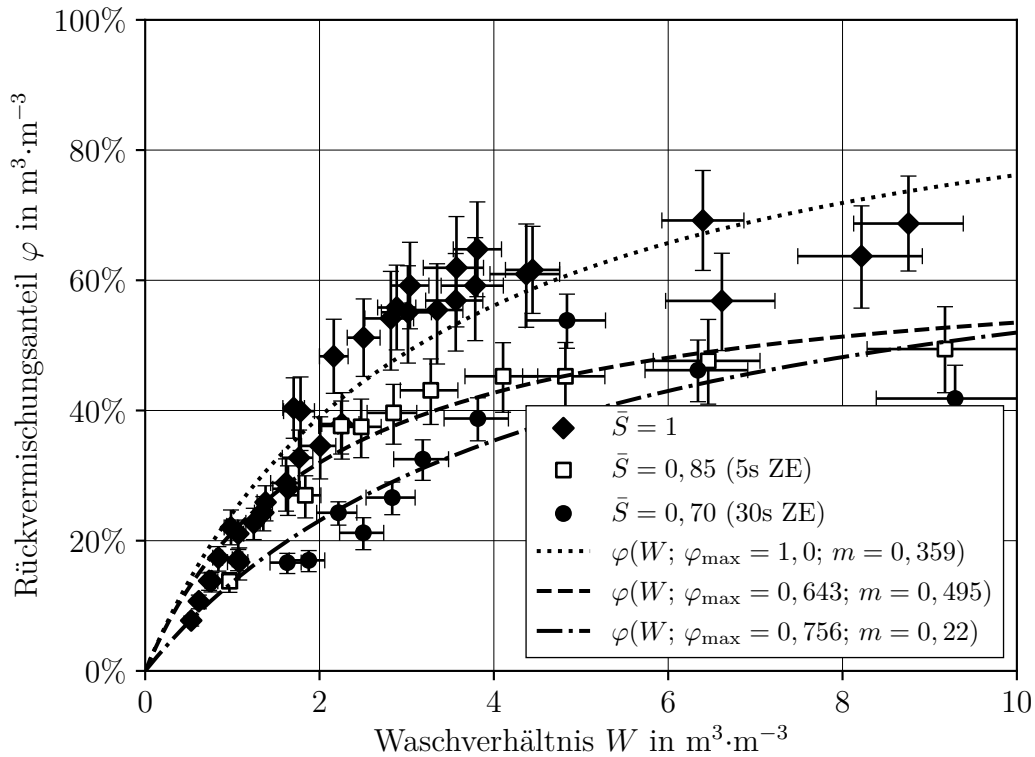


Abb. 6.24.: Resuspendierungskurven für vorentfeuchtete Filterkuchen mit unterschiedlichen Sättigungen S vor der Waschflüssigkeitsaufgabe mit Anpassungskurven nach Gl. 6.8 ($h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $A_c = 56,75$ cm²)

Die Waschkurven für resuspendierte Filterkuchen mit unterschiedlicher Sättigung vor der Waschflüssigkeitsaufgabe zeigen deutliche Abweichungen im Vergleich zum gesättigten Filterkuchen. Die Unterschiede des Restanteils ΔX sind größer als die jeweiligen Unterschiede der Sättigung nach der Vorentfeuchtung ΔS . Die Verbesserung des Waschergebnisses kann somit nicht nur auf die Entfernung der Porenflüssigkeit vor der Wäsche, sondern auch auf die Reduzierung der partiellen Resuspendierung durch die Festigkeitserhöhung zurückgeführt werden. Im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen kann das Waschergebnis bereits durch eine Vorentfeuchtungszeit von $t = 5$ s um bis zu einer Größenordnung verbessert werden. Weiterhin ist auffällig, dass eine längere Vorentfeuchtungszeit das Waschergebnis nicht maßgeblich verbessert.

Die Ergebnisse zeigen, dass der Einfluss der partiellen Resuspendierung durch eine Vorentfeuchtung des Filterkuchens reduziert werden kann. Somit ist die Vorentfeuchtung ein gutes Werkzeug, um einem negativen Einfluss auf das Waschergebnis vorzubeugen. Besonders bei kontinuierlichen und quasi-kontinuierlichen Apparaten sollte daher beachtet werden, dass eine kurze Vorentfeuchtung des Kuchens vor der Waschflüssigkeitsaufgabe stattfindet, um eine

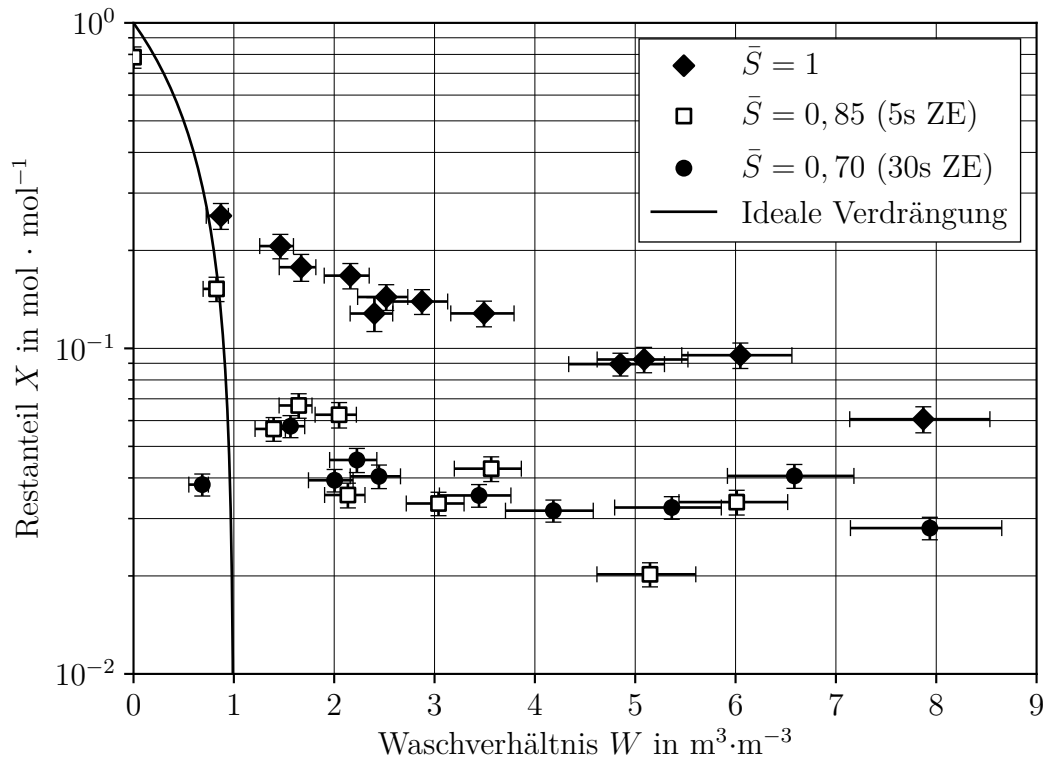


Abb. 6.25.: Waschkurven für vorentfeuchtete Filterkuchen mit unterschiedlichen Sättigungen $\bar{S}$ vor der Waschflüssigkeitsaufgabe ($h_c \approx 15$ mm, Handbrause, $A_c = 56,75$ cm²)

starke Überstandskontamination zu vermeiden.

6.3. Änderung der Kuchengeometrie

Neben der partiellen Kuchenresuspendierung kann die Waschflüssigkeitsaufgabe in industriellen Prozessen mit weiteren Effekten verbunden sein. Sofern eine Aufwirbelung des Filterkuchens stattfindet, ist mit dieser i. d. R. auch eine Änderung der Kuchengeometrie verbunden. Es kann also bereits durch eine optische Beurteilung der Kuchenoberfläche erkannt werden, ob es zu einer Änderung der Kuchengeometrie durch die Waschflüssigkeitsaufgabe kommt. Besonders ausgeprägt ist dieser Effekt besonders dann, wenn Waschflüssigkeit von definierten Tropfstellen eines Flüssigkeitsverteilers an immer den gleichen Stellen auf der Kuchenoberfläche auftrifft.

6.3.1. Methodenentwicklung

Durch Messungen der Kuchentopographie per 2D-Laserlinientriangulation soll überprüft werden, ob das resuspendierte Kuchenvolumen (und somit der Rückvermischungsanteil φ) auch mit optischen Messmethoden ermittelt werden kann. Die Messung der Kuchentopographie sowie der Leerhöhe der Nutsche erfolgt dabei mit dem in Abschnitt 3.3 vorgestellten Messsystem (2D-Laserlinienscanner). Dabei wird die der Abstand zwischen dem Sensor und der Kuchenoberfläche bestimmt. Die Auswertung der Höhenmessung erfolgt per LabView.

Das Prinzip zur Ermittlung des resuspendierten Kuchenvolumens per Triangulationsmessung ist schematisch in Abbildung 6.26 dargestellt. Die Abbildung zeigt die exemplarische Änderung der Kuchengeometrie durch eine mittige, punktuelle Waschflüssigkeitsaufgabe („Strahl“). Nach der Waschflüssigkeitsaufgabe wird der Kuchen gewaschen und anschließend erneut die Kuchenhöhe gemessen. Da die Feststoffpartikel teilweise auch innerhalb der durch die Aufwirbelung entstandenen Senke wieder anfiltriert werden, kann durch dieses Vorgehen lediglich das nach der Waschung optisch erkennbare resuspendierte Kuchenvolumen bestimmt werden – und nicht das tatsächlich während der Aufgabe aufgewirbelte Kuchenvolumen.

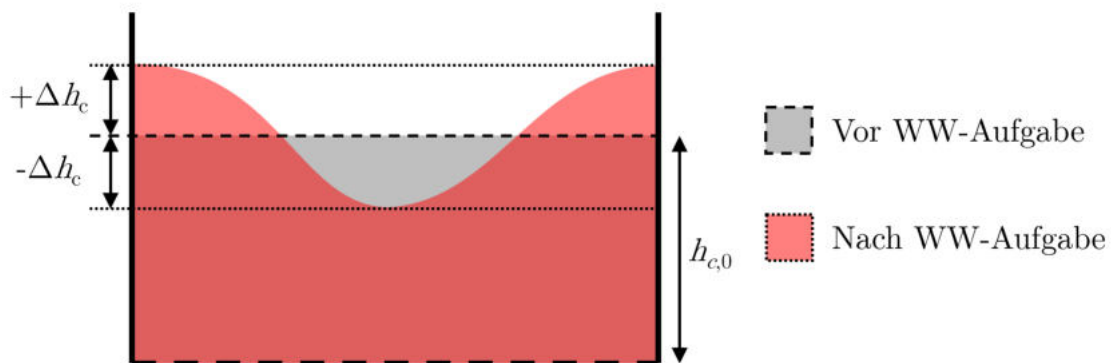


Abb. 6.26.: Schematische Darstellung der lokalen Höhendifferenzen des Filterkuchens durch die Waschflüssigkeitsaufgabe.

Während der partiellen Resuspendierung werden Feststoffpartikel an der Kuchenoberfläche aufgewirbelt und mit der Strömung der Waschflüssigkeit transportiert. Dadurch wird die Kuchenhöhe im aufgewirbelten Bereich des Filterkuchens lokal verringert. Im übrigen Bereich setzen sich diese Feststoffpartikel auf der Kuchenoberfläche absetzen, wird die lokale Kuchenhöhe erhöht. Durch eine Messung der Kuchenhöhe vor und nach der Waschflüssigkeitsdosierung ist es möglich, diese lokalen Höhendifferenzen bedingt durch die Waschflüssigkeitsaufgabe messtechnisch zu erfassen. Das Kuchenvolumen vor der Waschflüssigkeitsdosierung kann durch die

mittlere Kuchenhöhe und der Kuchenfläche nach Gl. 6.13 ermittelt werden.

$$V_c = h_{c,0} \cdot A_c \quad (6.13)$$

Zur Ermittlung des optisch resuspendierten Kuchenvolumens $V_{c,res}$ werden die absoluten Höhendifferenzen aufsummiert und mit der Kuchenoberfläche multipliziert. Die Hälfte dieses Volumens beschreibt das resuspendierte Kuchenvolumen nach Gl. 6.14 (vgl. Abb. 6.26 → grauer Bereich).

$$V_{c,res} = \frac{\int_0^{A_c} |\Delta h_c| \cdot dA}{2} \quad (6.14)$$

Definitionsgemäß beschreibt der Rückvermischungsanteil den Volumenanteil des resuspendierten Filterkuchens. Da alle benötigten Größen aus der Topographiemessung folgen, kann der sog. geometrische Rückvermischungsanteil nach Gl. 6.15 berechnet werden.

$$\varphi_{geom} = \frac{V_{res}}{V_c} = \frac{\int_0^{A_c} |\Delta h_c| \cdot dA}{2 \cdot h_{c,0} \cdot A_c} \quad (6.15)$$

Der geometrische Rückvermischungsanteil φ_{geom} beschreibt den resuspendierten Anteil des Filterkuchens, der durch eine optische Beurteilung der Kuchenoberfläche festgestellt werden kann.

6.3.2. Vergleich mit Überstandsanalytik

Aus der Praxis ist bekannt, dass die Geometrie der Kuchenoberfläche z. B. bei der Verwendung einer Vollkegeldüse für die Waschflüssigkeitsaufgabe nur geringfügig verändert wird oder mit bloßem Auge überhaupt nicht erkennbar ist. Wie bereits in Abschnitt 6.2 gezeigt wurde, tritt auch bei Vollkegeldüsen eine partielle Resuspendierung des Filterkuchens auf. Der tatsächlich resuspendierte Anteil des Filterkuchens kann durch Leitfähigkeitsmessungen der Waschflüssigkeitsüberstands bestimmt werden, wie bereits in Abschnitt 6.2.2 beschrieben wurde.

Zum Vergleich beider Methoden (konduktometrischer „klassischer“ Rückvermischungsanteil vs. geometrischer Rückvermischungsanteil) werden experimentelle Untersuchungen mit unterschiedlichen Flüssigkeitsverteilern durchgeführt. Bedingt durch den Betriebsbereich der Flüssigkeitsverteiler erfolgt der Vergleich zwischen folgenden Verteilern und Volumenströmen:

- Vergleich von Vollstrahl, Rinnenverteiler und Handbrause bei einem flächenspezifischen Volumenstrom von $\dot{V}_W/A_c = 0,37 \text{ cm/s}$
- Vergleich von Vollstrahl, Rinnenverteiler und Vollkegeldüse bei einem flächenspezifischen Volumenstrom von $\dot{V}_W/A_c = 0,11 \text{ cm/s}$

Zum Vergleich der beschriebenen Messmethoden Versuche mit jeweils identischen Versuchsparametern durchgeführt. Der konduktometrische Rückvermischungsanteil wird für jeden Versuch nach Gl. 6.6 aus Daten einer Überstandsanalytik ermittelt, der geometrische Rückvermischungsanteil aus Höhenmessungen nach Gl. 6.15. Zum Vergleich der Messungen wird jeweils das gleiche Flüssigkeitsvolumen $W = 2$ auf den Filterkuchen aufgegeben. Die Flüssigkeitsaufgabe erfolgt ohne angelegte Druckdifferenz.

Zur Messung der Kuchentopographie wird der Filterkuchen zunächst gewaschen, bis die Flüssigkeit vollständig eingedrungen ist und die Kuchenoberfläche freiliegt. Für jeden Flüssigkeitsverteiler werden insgesamt drei Messungen nach identischem Vorgehen durchgeführt.

Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 6.27 als Paritätsdiagramm dargestellt. Die Messpunkte beschreiben die Mittelwerte aus drei Messungen, die Fehlerbalken die entsprechenden Standardabweichungen.

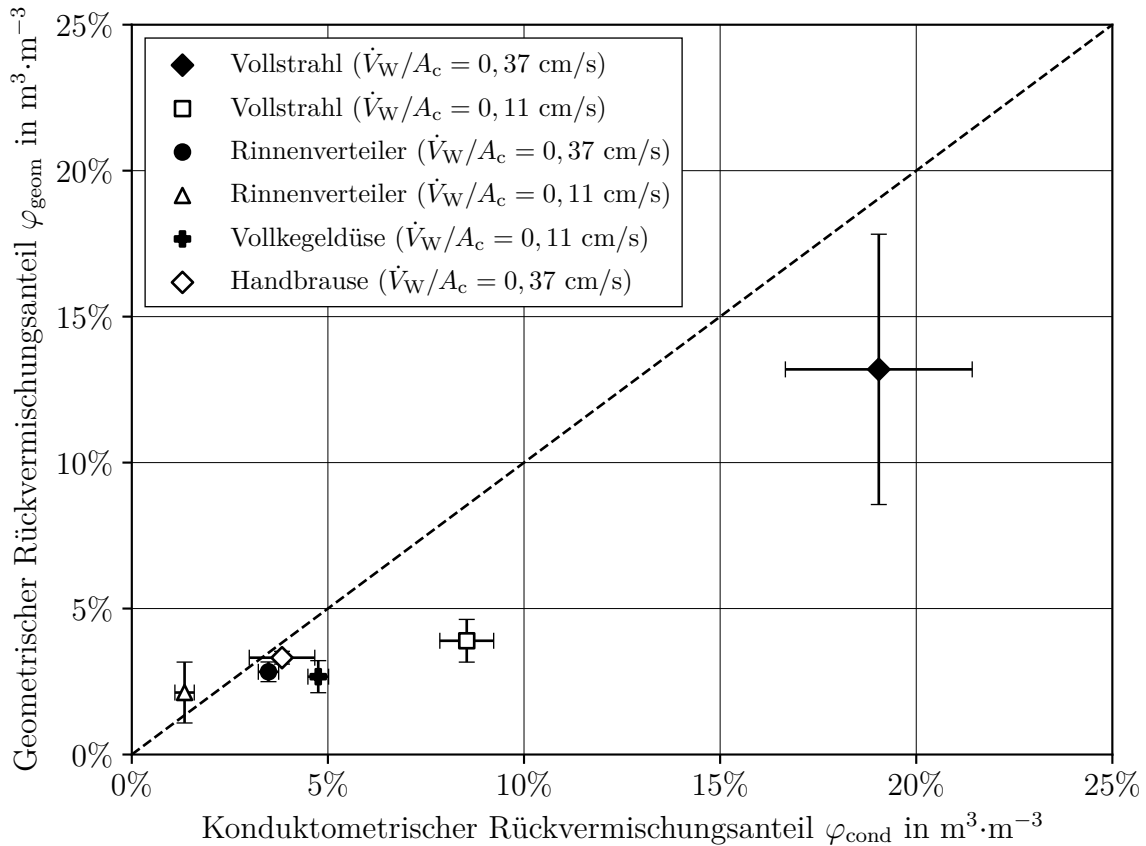


Abb. 6.27.: Vergleich zwischen geometrischem (2D-Linienlaser) und konduktometrischem Rückvermischungsanteil (LF-Messung) für unterschiedliche Aufgabesysteme und flächen-spezifische Volumenströme.

Das Paritätsdiagramm zeigt den Vergleich zwischen dem geometrischen Rückvermischungsan-

teil φ_{geom} und dem konduktometrischen Rückvermischungsanteil φ_{cond} . Der konduktometrische Rückvermischungsanteil basiert auf einer Überstandsanalytik und beschreibt den tatsächlichen resuspendierten Anteil. Aus dem Vergleich mit dem geometrischen Rückvermischungsanteil geht hervor, dass der tatsächliche resuspendierte Anteil für jedes untersuchte Aufgabesystem größer ist, als durch optische Messungen erkennbar. Die Messpunkte befinden sich deutlich unterhalb der halbierenden Mittellinie. Besonders ausgeprägt ist diese Abweichung des Vollstrahls. Das kann dadurch erklärt werden, dass der Vollstrahl während der Waschflüssigkeitsaufgabe eine „Tiefenwirkung“ besitzt und tief in den Filterkuchen eindringt. Am Ende der Dosierung wird der dadurch entstandene Krater vom umgebenden Feststoff verschlossen, sodass er optisch nicht mehr sichtbar ist.

Die Ergebnisse zeigen, dass bei den untersuchten Fällen stets ein größerer Anteil des Filterkuchens resuspendiert wurde als mit dem bloßen Auge erkennbar. Das gilt z. B. auch für Flüssigkeitsverteiler, bei denen keine offensichtliche Änderung der Kuchengeometrie auftritt. Dieses Erkenntnis bestärkt die Empfehlung, den Rückvermischungsanteil φ im industriellen Umfeld bevorzugt durch eine Überstandsanalyse zu bestimmen und sich nicht auf ein visuelles Empfinden oder eine visuelle Messtechnik zu verlassen.

6.4. Bewertung weiterer Kontaminationsquellen

Anhand der bisherigen Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass das Waschergebnis durch eine unvorhergesehene Kontamination des Waschflüssigkeitsüberstands limitiert werden kann. Neben der partiellen Kuchenresuspendierung bedingt durch die Waschflüssigkeitsaufgabe können Waschflüssigkeitskontamination auch durch andere Effekte auftreten.

So ist es bei einer Kuchenwäsche mit Flüssigkeitsüberstand möglich, dass Verunreinigungen aus den Poren des Kuchens in den Überstand diffundieren und diesen verunreinigen, bevor dieser in den Filterkuchen eindringt.

Weiterhin können bedingt durch die Suspensionsaufgabe oder die Prozessführung Verunreinigungen von der Apparatewand, Rohrleitungen o. Ä. in den Waschflüssigkeitsüberstand eingetragen werden. Der Einfluss der genannten Effekte wird in den folgenden Abschnitten experimentell untersucht und der Verunreinigung durch partielle Kuchenresuspendierung gegenübergestellt.

6.4.1. Rückdiffusion von Verunreinigungen

In industriellen Prozessen ist der Filterkuchen meist von einer Waschflüssigkeitsschicht bedeckt, um eine optimale Verteilung während der Wäsche zu gewährleisten. Da diese Schicht im direk-

ten Kontakt zur Kuchenoberfläche steht, ist es möglich, dass Verunreinigungen während der Wäsche aus dem Kuchen in den Überstand diffundieren. Diese Form des Stofftransports wird nachfolgend als „diffusive Rückvermischung“ bezeichnet. Die partielle Resuspendierung ist vorwiegend durch die Anströmung der Kuchenoberfläche bedingt, weshalb zur Beschreibung der Begriff „konvektive Rückvermischung“ zutreffend ist. Die beiden genannten Mechanismen sind schematisch in Abbildung 6.28 dargestellt.

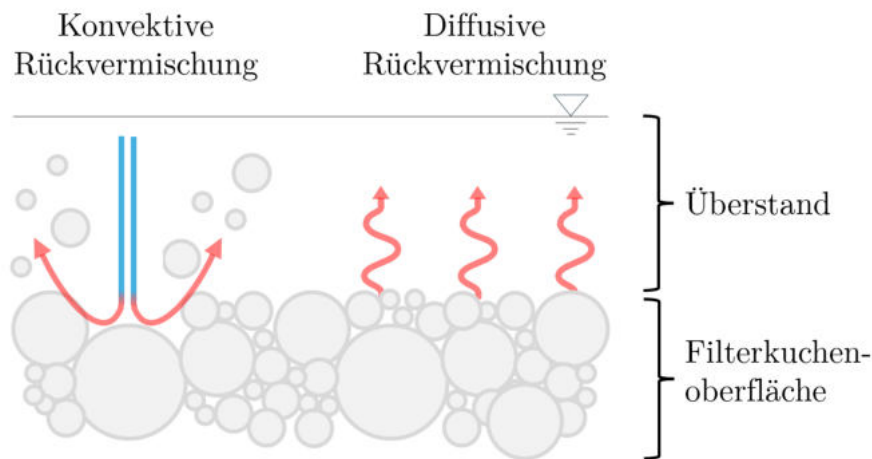


Abb. 6.28.: Schematische Darstellung von konvektiver Rückvermischung und Rückdiffusion von Verunreinigungen in den Überstand.

Der Einfluss der diffusiven Rückvermischung auf das Waschergebn soll durch experimentelle Untersuchungen überprüft werden. Dabei soll festgestellt werden, ob ein solcher Effekt während der Wäsche auftritt und wie stark sich dieser im Vergleich zur partiellen Resuspendierung durch konvektive Rückvermischung auf das Waschergebn auswirkt. Zur Untersuchung werden Filterkuchen mit Waschflüssigkeit beaufschlagt, anschließend wird die Überstandskonzentration kontinuierlich gemessen. Dadurch kann festgestellt werden, ob sich Verunreinigung im Überstand anreichern.

Zu diesem Zweck wird zunächst ein Filterkuchen gebildet und mit Waschflüssigkeit beaufschlagt. Die Waschflüssigkeit wird dabei möglichst schonend aufgegeben, um den Einfluss einer konvektiven Rückvermischung zu vermeiden. Der Nutschenrand wird zuvor gereinigt. Der verwendete Versuchsaufbau ist in Abbildung 6.29 dargestellt.

Zur Durchführung des Versuchs wird nach Abschluss der Kuchenbildung ein grobmaschiges Filtertuch (Porendurchmesser von etwa 500 µm) auf die Kuchenoberfläche aufgelegt, um eine partielle Resuspendierung während der Waschflüssigkeitsaufgabe zu reduzieren. Die Waschflüs-

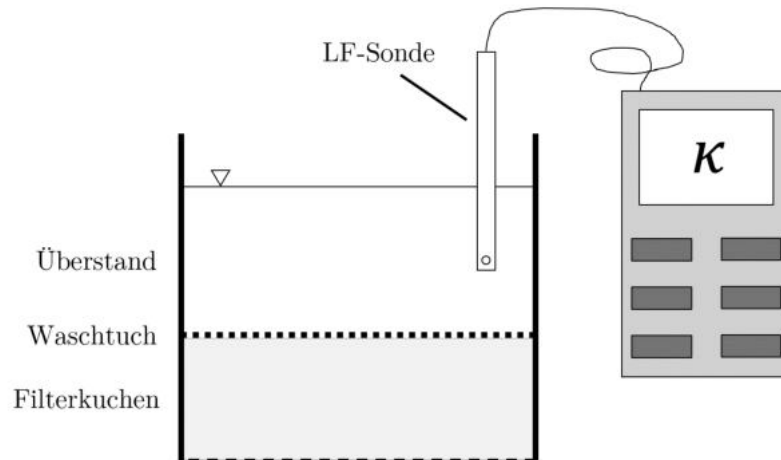


Abb. 6.29.: Versuchsaufbau zur Untersuchung der diffusiven Rückvermischung von Verunreinigungen aus dem Filterkuchen in den Waschflüssigkeitsüberstand.

sigkeit wird anschließend behutsam mit einem Aufgabestab aufgegeben. Um einen ausreichend hohen Überstand für eine Leitfähigkeitsmessung zu gewährleisten, wird ein Waschverhältnis $W = 6$ verwendet. Nach der Waschflüssigkeitsaufgabe wird die Leitfähigkeitssonde möglichst tief in den Überstand eingetaucht und die Leitfähigkeit kontinuierlich über einen Zeitraum mehrerer Stunden gemessen.

Zur Auswertung des Versuchs wird zunächst die Überstandskonzentration c_{sup} aus den gemessenen Leitfähigkeiten berechnet. Zur Darstellung der Ergebnisse wird daraus der Rückvermischungsanteil φ nach Gl. 6.6 berechnet. Dadurch kann beurteilt werden, wie groß das Ausmaß der diffusiven Rückvermischung gegenüber der konvektiven Rückvermischung während der Wäsche ist. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 6.30 dargestellt.

Wie aus den Daten hervorgeht, werden während der Messdauer kontinuierlich Verunreinigungen in den Überstand eingetragen, wodurch sich dessen Leitfähigkeit erhöht. Folglich steigt auch der ermittelte Rückvermischungsanteil kontinuierlich an. Nach einer Messdauer von $t = 6$ h steigt der Rückvermischungsanteil um $\Delta\varphi \approx 1,1\%$ an. Der Überstand wird zunehmend durch diffusive Rückvermischung verunreinigt.

Im Bereich der im Rahmen dieses Projekts auftretenden Waschzeiten < 300 s steigt der Rückvermischungsanteil jedoch nur um $\Delta\varphi \approx 0,02\%$ an. Gegenüber den in Abschnitt 6.2 ermittelten Rückvermischungsanteilen ($> 3\%$) sind die Änderungen durch diffusive Rückvermischung in der Zeitskala der Wäsche vernachlässigbar. Gerade in industriellen Anwendungen ist i. d. R.

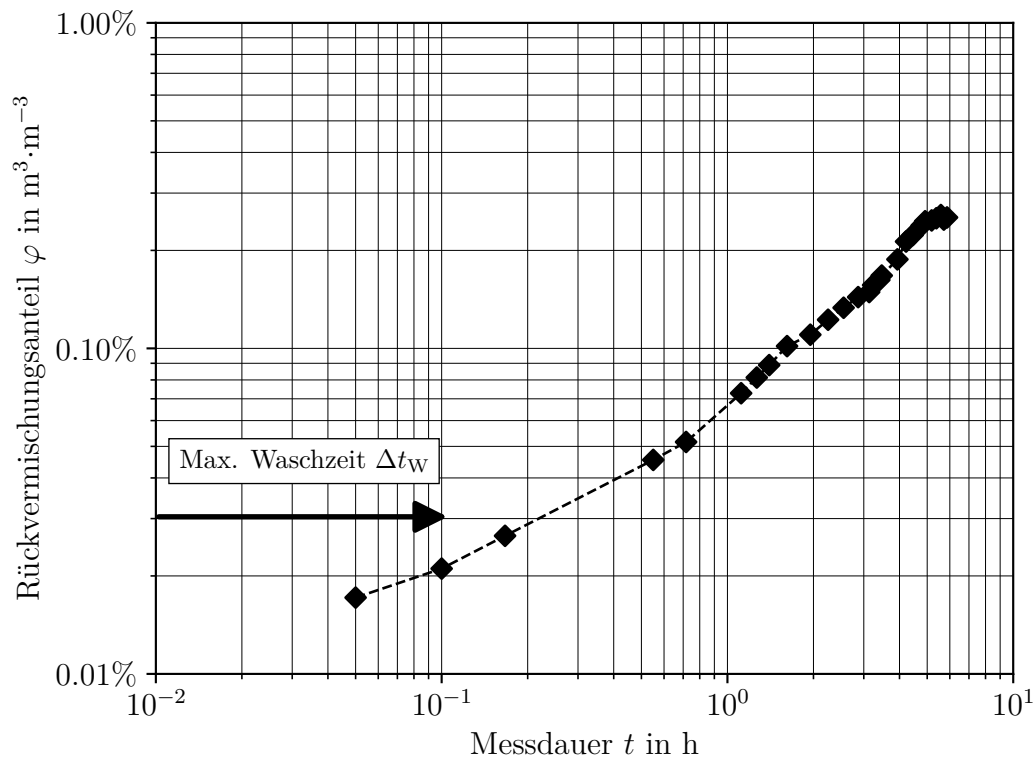


Abb. 6.30.: Zeitlicher Verlauf des Rückvermischungsanteils φ bedingt durch die Rückdiffusion von Verunreinigungen aus dem Filterkuchen in den Waschflüssigkeitsüberstand ($h_c \approx 15$ mm, $W \approx 6$).

von wenigen 10 s auszugehen, sodass hier der diffusive Stofftransport aus dem Filterkuchen in den Überstand noch geringer sein dürften.

Die experimentellen Untersuchungen der diffusiven Rückvermischung zeigen, dass ein solcher Effekt zwar während der Kuchenwäsche auftritt, jedoch gegenüber der partiellen Resuspendierung des Filterkuchens vernachlässigbar ist.

6.4.2. Apparateverunreinigungen

Neben dem Stofftransport aus dem Filterkuchen in den Überstand kann eine Kontamination der Waschflüssigkeit auch durch Verunreinigungen des Apparates erfolgen. Dazu zählen z. B. verunreinigte Waschwasserleitungen, nachtropfende Suspensionszuläufe oder verschmutzte Apparatewände. Während der Kuchenwäsche können diese Verunreinigungen in die Waschflüssigkeit gelangen und diese kontaminieren. Die genannten Verunreinigungen treten auch bei Waschversuchen auf Nutschen im Labormaßstab auf. Abb. 6.31 zeigt schematisch eine verunreinigte Nutsche vor der Aufgabe der Waschflüssigkeit.

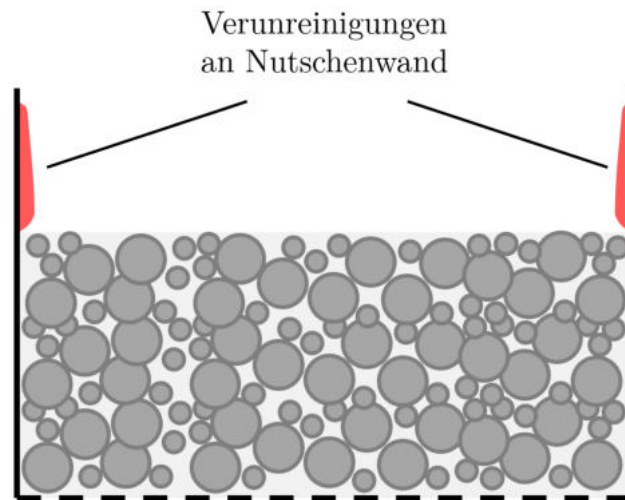


Abb. 6.31.: Schematische Darstellung von Verunreinigungen der Nutschenwand vor der Waschflüssigkeitsaufgabe.

Zur Untersuchung des Einflusses einer Wandverunreinigung vergleichbar mit Abb. 6.31 werden experimentelle Untersuchungen auf Nutschen durchgeführt. Zu diesem Zweck werden insgesamt 10 Filterkuchen gebildet. Im Vergleich zu den bisherigen Untersuchungen wird der Nutschenrand, der zuvor mit Suspensionsflüssigkeit in Berührung kam und somit vor der Waschwasseraufgabe noch verunreinigt ist, nicht gereinigt.

Im nächsten Schritt wird der gebildete Filterkuchen ungewaschen aus der Nutsche entnommen. Der untere Nutschenrand wird bis zur Obergrenze des Filterkuchens gereinigt, sodass nur noch die Verunreinigungen durch Spritzer der Suspension am Nutschenrand verbleiben. Die verbleibenden Verunreinigungen werden anschließend mit einer definierten Menge VE-Wasser abgespült, welches zur Analyse aufgefangen wird.

Durch anschließende Leitfähigkeitsmessungen im Reinigungswasser kann die Stoffmenge der anhaftenden Verunreinigungen ermittelt werden. Aus der Analyse von Randverunreinigungen aus 10 Messungen folgt, dass sich bei den gewählten Versuchsbedingungen bezogen auf die im Kuchen enthaltene Stoffmenge der Modellverunreinigung ein Stoffmengenanteil von $n_{\text{Rand}}/n_c \approx 0,8\%$ als Verunreinigung an der Nutschenwand befindet.

Für die Bewertung des Einflusses auf das Waschergebnis wird angenommen, dass die gemessene Stoffmenge jeweils vollständig in die Waschflüssigkeit eingetragen wird und dieses kontaminiert. Die entsprechende Überstandskonzentration kann demnach nach Gl. 6.16 ermittelt werden.

$$c_{\text{sup}} = \frac{n_{\text{Rand}}}{V_{\text{W}}} = \frac{n_{\text{Rand}}}{W \cdot V_{\varepsilon}} \quad (6.16)$$

Die Überstandskonzentration an Verunreinigung ist somit abhängig vom verwendeten Waschverhältnis. Je mehr Waschflüssigkeit verwendet wird, desto geringer ist die Überstandskonzentration bedingt durch die Verdünnung. Mit der Überstandskonzentration kann mit dem Kolbenmodell der Rückvermischungsanteil nach Gl. 6.11 ein Waschlimit für die Kuchenwäsche berechnet werden. Abbildung 6.32 zeigt das berechnete Waschlimit im Vergleich zur Referenzwaschkurve.

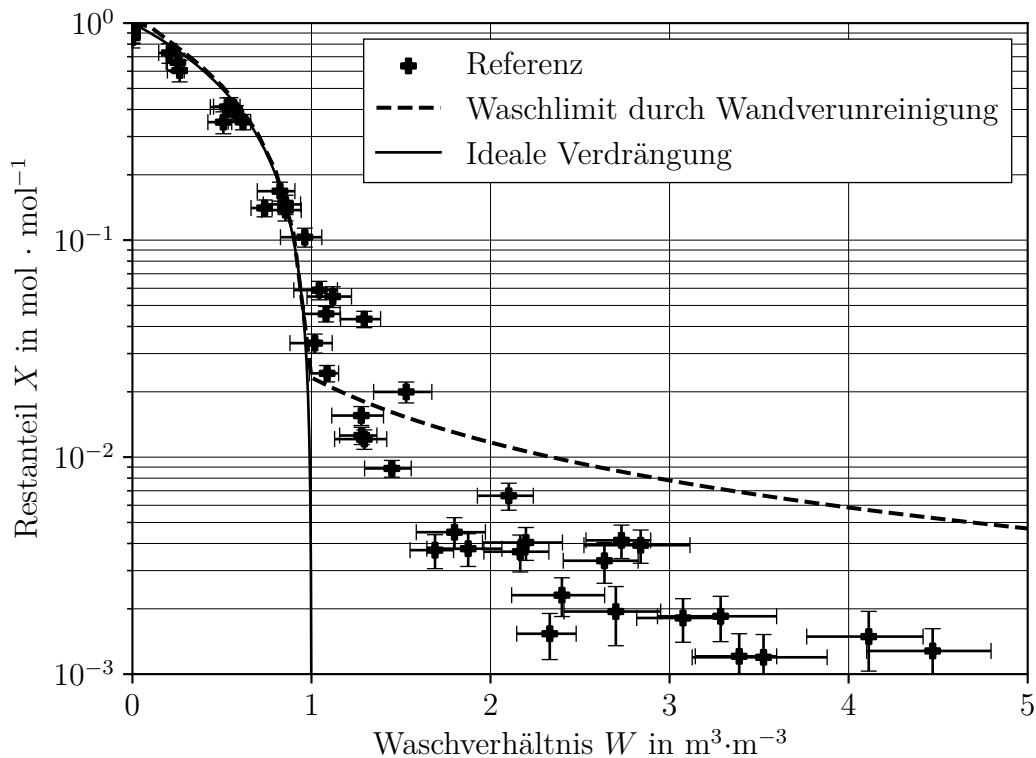


Abb. 6.32.: Waschlimit durch Verunreinigungen der Nutschenwand nach Gl. 6.11 im Vergleich zur Referenzwaschkurve ohne Wandverunreinigungen.

Die ermittelte Modellkurve beschreibt den Einfluss der Wandverunreinigungen auf das Waschergebnis. Die Referenzwaschkurve (ohne Wandverunreinigungen) ist zum Vergleich dargestellt. Die Modellkurve löst sich bei einem Waschverhältnis $W \approx 0,9$ von der idealen Verdrängung ab und schneidet kurz darauf den Verlauf der Referenzwaschkurve. Für Waschverhältnisse $W > 1,5$ würde die Wäsche somit durch die Waschflüssigkeitsverunreinigung durch Wandverunreinigungen limitiert werden.

Die Ergebnisse zeigen, dass auch Verunreinigungen des Apparates einen negativen Einfluss auf das Waschergebnis besitzen und dieses limitieren können. Besonders wenn Kuchenreinheiten im ppm-Bereich gefordert werden, sollte daher ein besonderes Augenmerk auf die Sauberkeit des

Apparates und dessen Peripherie gelegt werden. Auch in diesem Fall ist es empfehlenswert, den Einfluss potentieller Verunreinigungsquellen und einer Waschflüssigkeitskontamination durch Überstandsmessungen zu überprüfen.

7. Untersuchungen zum Filtratablauf im Labormaßstab

Während das Waschfiltrat unter den angestrebten idealen Bedingungen in Labornutschen meist ungehindert aus dem Filterkuchen abströmt, kann dies in größeren Maßstäben nicht immer gewährleistet werden. In Filterpressen wird das Filtermedium an seiner Unterseite häufig durch eine Stützstruktur mit Noppen gestützt [12]. Diese Noppen stellen Strömungsblockaden dar, welche das Ausströmen des Filtrats beeinflussen.

Eine unzureichende Tuchwäsche auf Bandfiltern u. ä. kann zu Feststoffrückständen auf dem Filtermedium führen. Diese können dessen Oberseite oder sogar die innere Gewebestruktur des Filtermediums verstopfen.

Bei Verwendung von Filtermedien mit zu feinen Maschenweiten kann sich dieses ebenfalls mit Feststoff zusetzen („clogging“) [15]. Dies führt zu einer zu stark inhomogenen Kuchengeometrien (s. Abschnitt 5.1). Zum anderen ist der Filtermediumwiderstand lokal unterschiedlich, was bei Durchführung einer Durchströmungswaschung zu einer Beeinflussung des Strömungsfelds und damit des Waschergebnisses führt.

7.1. Methodenentwicklung

Um eine Tuchverstopfung nachzuahmen und gleichzeitig ein reproduzierbares Versuchsvorgehen zu gewährleisten, wird das Filtertuch vor der Versuchsdurchführung präpariert. Dazu wird ein definierter Flächenanteil von $A_{\text{blind}}/A = 50\%$ der Filterfläche mit handelsüblichem Panzertape bzw. Silikon (SI 5926 Loctite) abgeklebt. Es werden drei Fälle betrachtet:

- a) Tuchunterseite
- b) Tuchoberseite
- c) Inneres Tuchgewebe

Die präparierten Filtertücher sind in Abb. 7.1 dargestellt. Die Filtertuchober- bzw. -unterseite wird mithilfe des Panzertapes abgeklebt. Dabei ist eine Querdrenage durch das Filtertuch ober- bzw. unterhalb des abgeklebten Bereichs prinzipiell möglich. Um das innere Tuchgewebe zu verstopfen, wird von der Ober- und Unterseite aus Silikon in dessen Gewebestruktur eingebracht.

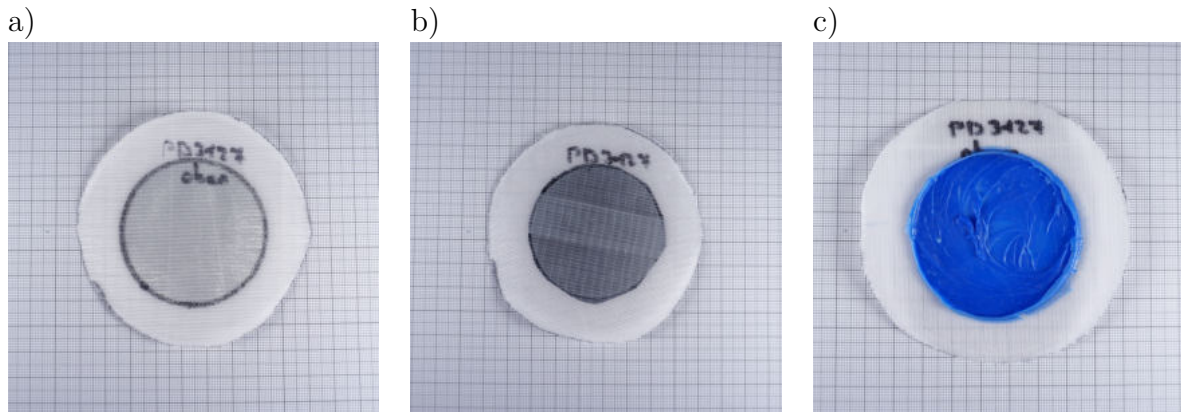


Abb. 7.1.: Filtertücher mit Verstopfung von dessen a) Unterseite, b) Oberseite und c) innerer Gewebestruktur.

Um zu prüfen, ob die innere Gewebestruktur in diesem Fall tatsächlich verstopft ist, werden Bilder der Ober- und Unterseite des mit Silikon präparierten Filtertuchs unter dem Lichtmikroskop aufgenommen. Diese sind in Abb. 7.2 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Poren an der Ober- und Unterseite vollständig mit Silikon gefüllt sind.

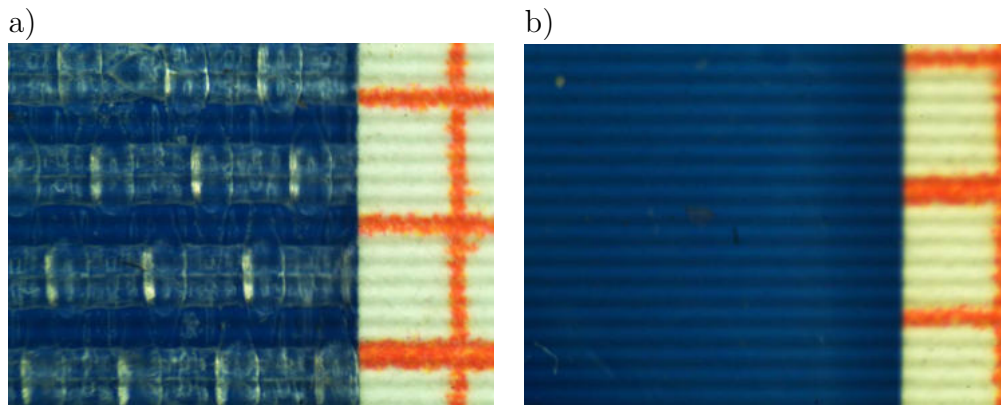


Abb. 7.2.: Lichtmikroskopische Aufnahme der Gewebestruktur an der Unter- und Oberseite des mit Silikon verstopften Filtertuchs.

Die Filterkuchenbildung und -wäsche erfolgt wie in Abschnitt 3.4 beschrieben, wobei die präparierten anstelle eines unpräparierten Filtermediums verwendet werden. Während der Filterkuchenbildung treten aufgrund der Tuchverstopfung lokal unterschiedliche Filtrationswiderstände auf. Die verstopften Bereiche des Filtermediums sind nicht durchströmbar und verhalten sich wie eine weitere Apparatewand. Die effektive Filterfläche ist also reduziert und die Suspension wird zunächst nur oberhalb der nicht-verstopften Fläche des Filtermediums filtriert. Nachdem Feststoff oberhalb des nicht-verstopften Bereichs anfiltriert wurde und sich dort ein Filterku-

chen gebildet hat, tritt aufgrund von Querströmungen innerhalb der Nutsche auch oberhalb des abgeklebten Bereichs eine Filterkuchenbildung auf. Der Feststoff wird dabei nicht an dem verstopften Filtertuch, sondern an dem Bereits bestehenden Filterkuchen anfiltriert.

Es herrscht zu jedem Zeitpunkt der Kuchenbildung ein Gleichgewicht zwischen dem Druckverlust aufgrund der Fluidströmung durch das poröse Haufwerk und der anliegenden Druckdifferenz. Oberhalb des abgeklebten Bereichs des Filtertuchs sind die Stromlinien der Fluidströmung gekrümmt. Das heißt die Fließlänge der Strömung ist länger und der Druckverlust wird über einen längeren Weg abgebaut als oberhalb des nicht-abgeklebten Bereichs des Filtertuchs. Da die Druckgradienten entlang der gekrümmten Stromlinien geringer sind, resultiert eine geringere Filtrationsgeschwindigkeit oberhalb des verstopften Filtermediums. Durch die geringere Filtrationsgeschwindigkeit wird weniger Feststoff anfiltriert und es ergibt sich eine geringere Kuchenhöhe. Letztlich resultiert ein Filterkuchen mit einer ungleichmäßigen Filterkuchenhöhe. Diese ungleichmäßige Filterkuchenhöhe folgt dabei direkt aus dem Impuls- und Massenerhaltungssatz der Fluidströmung während der Kuchenbildung.

Die mittlere Kuchenhöhe wird während jedes Experiments mithilfe des in Abschnitt 3.3 erklärten Höhenmesssystems mit Linienlaser gemessen. In Abb. 7.3 ist beispielhaft eine Kuchentopografie dargestellt. Aus der kreisförmig abgeklebten Filterfläche resultiert eine kraterförmigen Vertiefung innerhalb der Kuchenoberfläche. Der Filterkuchen weist damit zwar einen leichten Krater auf, weicht aber ansonsten nur wenig von einer zylindrischen Form ab.

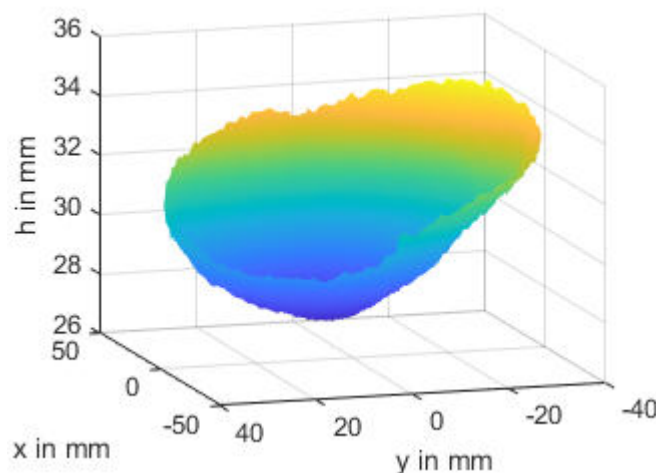


Abb. 7.3.: Beispiel der Kuchentopografie eines Filterkuchens mit mittig abgeklebter Unterseite des Filtermittels. Druckdifferenz: $\Delta p = 500$ mbar, Kuchenhöhe: $\bar{h}_c = 3$ cm.

7.2. Strömungssimulation

In Abb. 7.4 ist das Druck- und Geschwindigkeitsfeld des Filterkuchens im Querschnitt dargestellt. Die Fluidodynamik wird auf Basis von Gl. 5.7 in Abschnitt 5.3 berechnet. Als zusätzliche Randbedingung gilt an der Abströmseite des Filterkuchens im Bereich des verstopften Filtermediums:

$$\frac{\partial p}{\partial z} = 0 \quad (7.1)$$

Diese Randbedingung besagt, dass keine Strömung durch den verstopften Bereich des Filtermediums möglich ist. Für die Berechnung der Fluidodynamik wird ein isotroper Durchströmungswiderstand des Filtermediums angenommen. In der Realität sind Filtermedien aufgrund ihrer Gewebestruktur stark anisotrop. Bisher ist jedoch kein experimentelles Vorgehen etabliert, um die richtungsabhängigen Unterschiede des Tuchwiderstands zu messen.

In Abb. 7.4a ist erkennbar, dass die Druckdifferenz oberhalb des abgeklebten Bereichs des Filtermediums fast ausschließlich in lateraler Richtung abgebaut wird. Da das Filtrat nur an den Rändern des Filterkuchens ausströmen kann, herrscht dort aufgrund der Querschnittsverengung die größte Durchströmungsgeschwindigkeit. Dies verdeutlicht die Kuchenfiltration aufgrund der Querströmung sowie die Unterschiede der Filtrationsgeschwindigkeit während der Kuchenbildung.

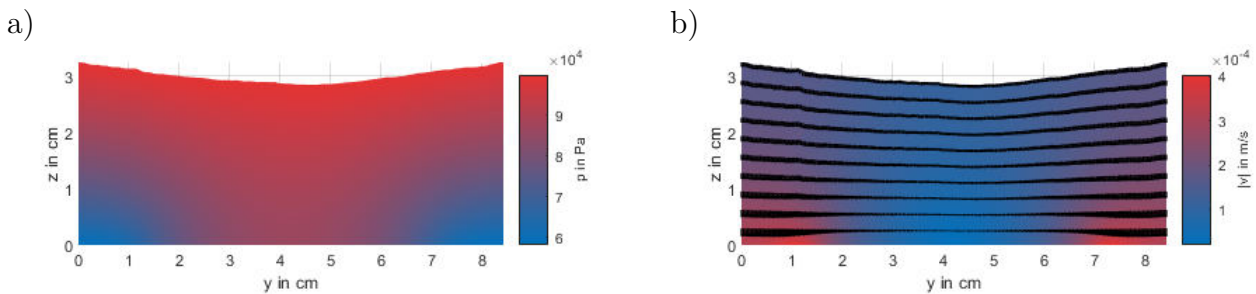


Abb. 7.4.: Druck- und Geschwindigkeitsfeld während der Wäsche innerhalb eines Filterkuchens mit mittig abgeklebter Unterseite des Filtermittels.

Auf Basis des Geschwindigkeitsfeld ist eine Verschlechterung des Waschergebnisses zu erwarten, da innerhalb des Filterkuchens unterschiedliche Strömungsgeschwindigkeiten auftreten. Im Bereich hoher Durchströmungsgeschwindigkeiten fließt während der Waschung mehr Waschflüssigkeit als durch den Bereich niedriger Geschwindigkeiten. Nach dem Durchbruch der Waschflüssigkeit an der Unterseite des Filterkuchens strömt diese größtenteils ungenutzt durch den Bereich hoher Strömungsgeschwindigkeit, während die Waschflüssigkeit noch nicht alle Bereiche

niedriger Geschwindigkeit erreicht hat.

Es ist zu erwarten, dass sich demnach oberhalb des verstopften Filtertuchs bei kleinen Waschverhältnissen zunächst eine “Drecklinse“ bildet. Da die Strömungsgeschwindigkeit an keiner Stelle des Filterkuchens null ist, verschwindet diese Drecklinse bei größeren Waschverhältnissen. Es ist lediglich eine Verschiebung der Waschkurve $X(W)$ zu größeren Waschverhältnissen zu erwarten. Die erreichbare Kuchenreinheit sollte unbeeinflusst von einer Verstopfung des Filtertuchs sein.

7.3. Waschergebnisse

Die experimentellen Waschergebnisse für die Filterkuchenwaschung von Filterkuchen mit verstopftem Filtertuch sind in Abb. 7.5 dargestellt. Sie sind der Referenzwaschkurve aus Abschnitt 4.3 gegenübergestellt.

Im Fall des Filtertuchs mit abgeklebter Tuchunterseite ist im Rahmen der Messgenauigkeit kein Einfluss auf das Waschergebnis zu erkennen. Die Waschkurve stimmt mit der Referenzwaschkurve überein. Eine mögliche Erklärung für die fehlende Abweichung liefert die Querdrainagefähigkeit des Filtertuchs. Diese führt zu einer Vergleichmäßigung des Druck- und Geschwindigkeitsfelds, da sie eine Fluidströmung im Inneren des Filtertuchs in lateraler Richtung ermöglicht.

Für die beiden anderen Fälle der abgeklebten Tuchoberseite sowie der verstopften inneren Gewebestruktur ist eine negative Auswirkung auf das Waschergebnis erkennbar. Der Dispersionsbereich beider Waschkurven ist im Vergleich zur Referenzwaschkurve etwas breiter. Die Waschkurve löst sich bereits bei etwas kleineren Waschverhältnissen von der idealen Verdrängung ab. Die Ursache hierfür liegt in der makroskopischen Verteilungsinhomogenität der Durchströmungsgeschwindigkeit im Inneren des Filterkuchens (s. Abb. 7.4b). Durch den Bereich des abgeklebten Bereichs des Filtermediums strömt aufgrund der geringsten Strömungsgeschwindigkeit in der gleichen Zeit weniger Waschflüssigkeit durch den Filterkuchen als durch den nicht-abgeklebten Bereich. Diese Bereiche werden deshalb erst bei höheren Waschverhältnissen aufgereigt. Die Querdrainagefähigkeit des Filtermediums führt in diesen Fällen nicht zu einer Vergleichmäßigung des Strömungsfelds, da die Oberseite des Filtermediums bzw. das innere Gewebe verstopft ist.

Aufgrund der Abnahme der effektiven Filterfläche durch die Querschnittsverengung an der

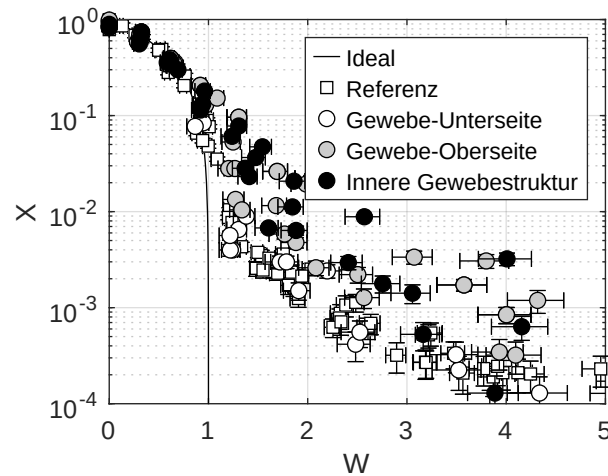


Abb. 7.5.: Waschdiagramm mit Waschkurve eines Filterkuchens mit verstopftem Filtermedium ($c_V = 33\%$, $\Delta p = 500$ mbar, $\bar{h}_c = 3$ cm). Drei Varianten, s. Abb. 7.2.

Filtratablaufseite nehmen die Waschzeiten in allen Fällen zu. Die mittleren Verweilzeiten sind in Tabelle 7.1 dargestellt. Die Zunahme der Waschzeit beträgt bei einer Abnahme der effektiven Filterfläche von 50 % unabhängig von der Art der Tuchverstopfung etwa 90 %.

Tabelle 7.1.: Mittlere Verweilzeit der Referenzwaschkurve und der Durchströmungswäsche von Filterkuchen mit abgeklebtem Filtertuch.

	A_{blind}/A	$\bar{\tau}_w$ (s)	$\Delta\bar{\tau}_w/\bar{\tau}_w$
Referenz	0 %	57	—
Unterseite	50 %	110	+93 %
Oberseite	50 %	107	+87 %
Inneres Gewebe	50 %	112	+96 %

8. Untersuchungen im Pilotmaßstab

8.1. Bestmögliche Versuchsdurchführung auf dem Taktbandfilter

Genau wie bei Untersuchungen im Labormaßstab erfordert die Beurteilung von Imperfektionen im Pilotmaßstab den Vergleich mit einer Referenzwaschkurve. Zu diesem Zweck wird zunächst eine Referenzwaschkurve mit der bestmöglichen Versuchsdurchführung im Pilotmaßstab ermittelt. Die Versuchsdurchführung orientiert sich dabei an den Nutschenversuchen, um eine möglichst gute Vergleichbarkeit der Waschergebnisse sicherzustellen. Zum Vergleich zwischen Taktbandfilter und Vakuumnutsche werden zusätzlich weitere Nutschenversuche bei identischer Kuchenhöhe durchgeführt.

Selbst im Pilotmaßstab treten auf einem Taktbandfilter Effekte auf, die das Waschergebnis unvorhersehbar beeinflussen können. Ursache dafür ist zum Beispiel die Bildung von Rissen am Rand des Filtertuchs, die durch den Bandtransport entstehen. Die Bildung einer Deckschicht ist ein weiterer Effekt, der durch die Verschleppung von Suspensionsflüssigkeit auf der Kuchenoberfläche begünstigt wird. Der Einfluss der genannten Effekte auf das Waschergebnis ist nicht vorhersehbar. Zur Vermeidung dieser Effekte wird eine 3D-gedruckte Form verwendet, die bereits während der Kuchenbildung in die Suspensionsaufgabezone des Taktbandfilters eingestochen wird. Die verwendete Probennahmeform besitzt eine quadratische Fläche von $A_c = 56,25 \text{ cm}^2$, was der Fläche der verwendeten Vakuumnutsche und der Hälfte einer Zone ($10 \times 10 \text{ cm}^2$) entspricht. Abbildung 8.1 zeigt die Probennahmeform.

Zu Beginn eines Versuchstages wird zunächst Suspension in einem Rührbehälter angesetzt. Die Suspensionseigenschaften entsprechen dabei den in Abschnitt 3.1 beschriebenen Parametern. Die verwendete Taktzeit beträgt $t = 12 \text{ s}$. Die Suspension wird kontinuierlich über eine Peristaltikpumpe über eine Bypassleitung gefördert. Die Suspensionsentnahme erfolgt über ein manuell einstellbares Niederschraubventil, mit welchem der Suspensionsvolumenstrom eingestellt wird. Der Suspensionsvolumenstrom für eine Kuchenhöhe h_c eingestellt.

Es wird eine mittlere Druckdifferenz von 500 mbar angestrebt, welche während der Versuche zwischen 400-600 mbar schwankt. Die Druckdifferenz wird von einer Wasserringpumpe erzeugt und durch die an den Filtratabscheidebehältern angebrachten Manometern abgelesen.

Die Suspension wird über einen oszillierenden Aufgabeschuh in die erste Zone des Taktbandfilters aufgegeben. Die Suspension breitet sich bis in die zweite Zone aus. Die Probennahmeform wird in die zweite Zone eingestochen, sobald der Bandvorschub beendet ist. Die Kuchenbildung erfolgt somit innerhalb der Probennahmeform und ist in Zone 3 abgeschlossen.



Abb. 8.1.: In den Filterkuchen eingestochene Probennahmeform (Innenkanten: $L \times B = 75 \times 75$ mm) während der Kuchenbildung.

Die Kuchenwäsche erfolgt anschließend in Zone 4. Dazu wird das Filterband gestoppt und an Zone 4 angebrachte Vakuumventil manuell über die SPS geöffnet. Bei angelegter Druckdifferenz wird kontinuierlich Waschflüssigkeit aus einem Becherglas mit Hilfe des Aufgabestabs auf die Kuchenoberfläche gegeben. Die Aufgabe erfolgt in mehreren kleinen Portionen („schluckweise“). Die Druckdifferenz wird durch Öffnen der Ventile an den Filtratauffangbehältern gebrochen, sobald die Waschflüssigkeit vollständig in die Kuchenoberfläche eingedrungen ist und dieser gesättigt vorliegt.

Anschließend erfolgt die Messung der Kuchenhöhe vom Rand der Probennahmeform bis zur Kuchenoberfläche an fünf unterschiedlichen Punkten. Nach der Höhenmessung wird der feuchte Filterkuchen zur Analyse entnommen und in einer Probenschale getrocknet. Nach der Probenahme erfolgt die Messung der Leerhöhe in der leeren Probennahmeform. Die Auswertung der Waschversuche erfolgt nach der in 3.4 beschriebenen Prozedur.

Die Waschversuche werden bis zu einem Waschverhältnis $W \leq 5$ durchgeführt. Die Ergebnisse der Untersuchung sind im Vergleich zu Nutschenversuchen in Abbildung 8.2 dargestellt.

Die Referenzwaschkurve des Taktbandfilters zeigt eine gute Übereinstimmung mit den Nutschenversuchen. Der Verlauf der Waschkurven ist im Rahmen der Messgenauigkeit identisch. In vorhergehenden Untersuchungen [4, 5] war keine Übereinstimmung erzielt worden, da u.a. auch die Rand- und Überlappungsbereiche in und quer zur Bandvorschubsrichtung analysiert wurden. Diese weisen undefinierte und nicht reproduzierbare Imperfektionen auf („Randeffekte“,

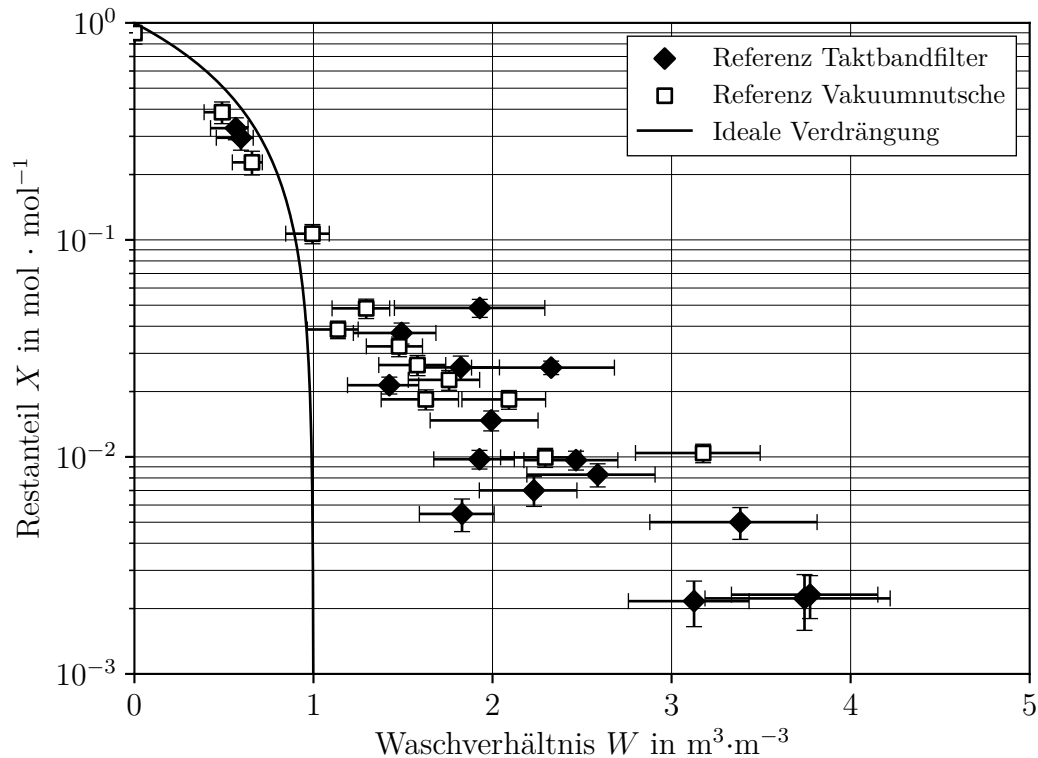


Abb. 8.2.: Referenzwaschkurve des Taktbandfilters im Vergleich zur Vakuumnutsche (JP130-2022, $c_V = 33\%$, $h_c = 1\text{ cm}$, $\Delta p \approx 500\text{ mbar}$).

s.o.). Für den Taktbandfilter können im Dispersions- und Diffusionsbereich größere Schwankungen der Messwerte im Vergleich zur Vakuumnutsche festgestellt werden. Die Abweichungen können aus Schwankungen der Kuchenhöhe sowie weiteren, messtechnisch nicht erfassbaren Umwelteinflüssen auf dem Taktbandfilter resultieren. Für einen Vergleich mit den untersuchten Imperfektionen sind die bleibenden Abweichungen jedoch unerheblich.

Die ermittelte Referenzwaschkurve liefert somit eine gute Grundlage zur Bewertung des Einflusses von Imperfektionen auf das Waschergebnis im Labormaßstab. Nachfolgend wird daher die auf dem Taktbandfilter ermittelte Referenzwaschkurve zur Bewertung der experimentellen Untersuchungen verwendet.

Auffällig ist die hohe Verweilzeit der Waschflüssigkeit im Rahmen der Versuche auf dem Taktbandfilter. Der experimentelle Wert ist in Tabelle 8.1 gemeinsam mit dem experimentellen Wert der Vorversuche auf der Labornutsche sowie der Abschätzung auf Basis des spezifischen Kuchenwiderstands und der Darcy-Gleichung dargestellt. Dies ist ein Hinweis auf...

- eine Entmischung der Suspension im Vorlagebehälter, innerhalb der Förderleitungen und

auf dem Bandfilter,

- einen Druckverlust innerhalb der Vakuumleitung zwischen dem an den Vakuumabscheidern angebrachten Manometer und den Vakuumschalen unterhalb des Filterkuchens oder
- einen Druckabfall der effektiven Druckdifferenz aufgrund eines Falschlufstroms zwischen der wannenförmigen Vakuumschale und dem Filtermedium.

Voruntersuchungen der Kuchenstruktur auf dem Taktbandfilter zeigen, dass lediglich geringfügige Entmischungseffekte in Vorlagenbehälter und Rohrleitungen auftreten. Eine effektive Druckdifferenz von etwa 200 mbar statt 500 mbar würde allerdings eine plausible Erklärung für die Abweichungen zwischen Labornutsche und Bandfilter liefern.

Tabelle 8.1.: Mittlere Verweilzeit während der Durchströmungswäsche. Feststoff: JP130-2022, Feststoffvolumenanteil: $c_v = 33\%$, Druckdifferenz: $\Delta p \approx 500$ mbar, Kuchenhöhe: $\bar{h}_c = 1$ cm.

	$\bar{\tau}_w$ (s)	$\Delta\bar{\tau}_w/\bar{\tau}_w$
Darcy-Gl. 2.4	23	0 %
Nutsche	39	+70 %
Bandfilter	97	+320 %

8.2. Kucheninhomogenitäten

Im folgenden Abschnitt wird der Einfluss imperfekter Kuchengeometrien auf das Waschergebnis im Pilotmaßstab untersucht. Zusätzlich erfolgt eine Validierung des in 5.3 beschriebenen Dispersionsmodells auf dem Taktbandfilter. Anschließend werden in einer Variantenstudie verschiedene reale Kuchengeometrien anhand ihrer Waschkurven bewertet.

8.2.1. Prüfung der Übertragbarkeit

Um die generelle Übertragbarkeit der Erkenntnisse bzgl. einer imperfekten Kuchengeometrie aus dem Labormaßstab in den Pilotmaßstab zu überprüfen, wird zunächst die Durchströmungswäsche einer definiert-imperfekten Kuchengeometrie („Trapezvertiefung“) untersucht. Dazu wird analog zu der Methodenentwicklung in Abschnitt 5.1.1 eine Negativform in die Kuchenbildungszone eingesetzt und darin fixiert. Die Kuchenbildung erfolgt um die Form herum und am Ende des Takts wird der Filterkuchen durch den Bandvorschub von der Kuchenbildungsform

abgeschert. Anschließend erfolgt das Einstechen der Probennahmeform. Die weitere Versuchsdurchführung erfolgt wie in Abschnitt 8.1 beschrieben. Der Versuchsaufbau sowie die resultierende Kuchengeometrie ist in Abb. 8.3 dargestellt.

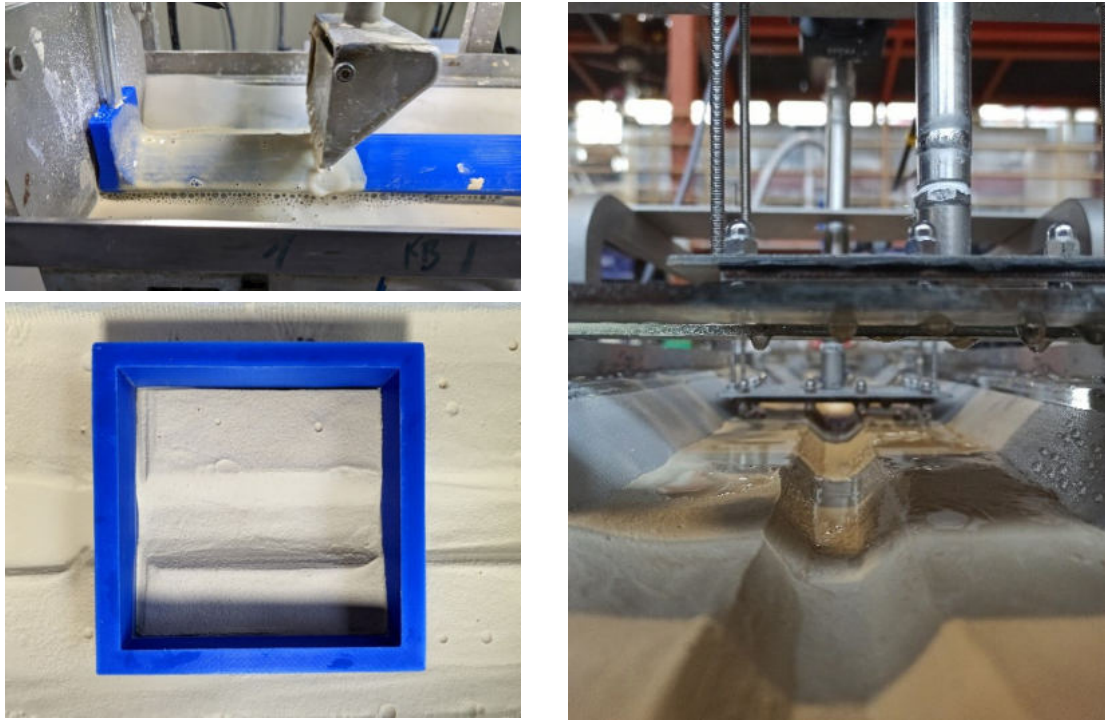


Abb. 8.3.: Versuchsaufbau und resultierende Kuchengeometrie unter Verwendung der Negativform zur Bildung einer definierten und reproduzierbaren, imperfekten Kuchengeometrie („Trapezvertiefung“) auf dem Taktbandfilter. Seitenansicht der Kuchenbildungszone, Draufsicht innerhalb der Waschzone und Ansicht entlang des Bandvorschubs.

Die Waschergebnisse sind in Abb. 8.4 gezeigt. Die trapezförmige Vertiefung führt zu einem verfrühten Durchbruch der Waschflüssigkeit, welcher sich in einem früheren Erreichen des Dispersionsbereichs äußert. Der Dispersionsbereich ist im Vergleich zur Referenzwaschkurve deutlich breiter und es wird ein höheres Waschverhältnis benötigt, um den gleichen Restanteil zu erreichen. Die auf dem Labormaßstab (Abschnitt 5.1.4) gewonnenen Erkenntnisse werden durch die Untersuchung auf dem Pilotmaßstab bestätigt und sind damit übertragbar.

Zusätzlich ist in Abb. 8.4 eine Modellvorhersage auf Basis des Dispersionsmodells (Abschnitt 5.3) aufgetragen. Der Vergleich zwischen Modellvorhersage und Experiment zeigt eine gute Übereinstimmung. Die Modellbeschreibung inhomogener Filterkuchen ist also auch auf die Durchströmungswaschung auf dem Taktbandfilter anwendbar.

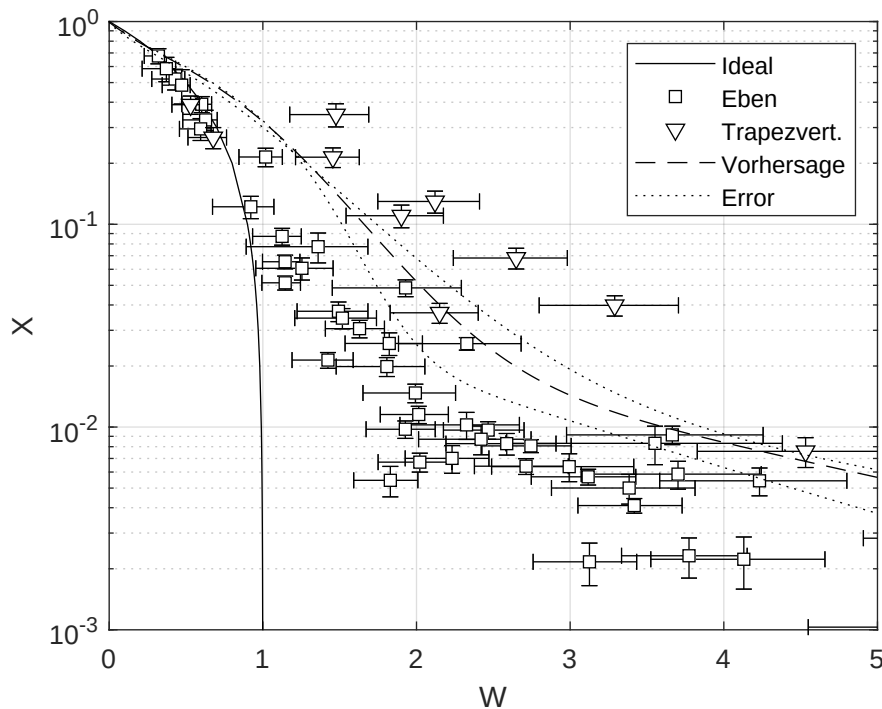


Abb. 8.4.: Vergleich der Waschkurven eines ebenen Filterkuchens (Referenzwaschkurve) und eines Filterkuchens mit Trapezvertiefung. Modellvorhersage gemäß Abschnitt 5.3. Feststoff: JP130-2022, Feststoffvolumenanteil: $c_V = 33\%$, mittlere Kuchenhöhe: $\bar{h}_c = 1$ cm, Druckdifferenz: $\Delta p \approx 500$ mbar.

8.2.2. Praxisnahe Kucheninhomogenitäten

Im Folgenden wird im Pilotmaßstab der Einfluss praxisnäherer Kucheninhomogenitäten auf die Durchströmungswaschung untersucht. Dabei wird analog zu Abschnitt 5 eine imperfekte Kuchengeometrie (Zufallsgeometrie) und imperfekte Kuchenstruktur (Deckschicht) unterschieden.

Zufallsgeometrie

Die im industriellen Umfeld zur Fest-Flüssig-Trennung eingesetzten Filtrationsapparate weisen Filterflächen in der Größenordnung von einigen 1 m^2 bis 10 m^2 auf. Eine gleichmäßige Verteilung der Suspension innerhalb der Kuchenbildungszone ist aufgrund der großen Filterfläche äußerst wichtig und gleichzeitig sehr anspruchsvoll. Vor allem bei schnell filtrierenden bzw. stark sedimentierenden Feststoffprodukten können sich bei ungleichmäßiger Suspensionsverteilung ungleichmäßige Filterkuchengeometrien bilden. Im Folgenden soll der Einfluss einer solchen Kuchengeometrie untersucht werden.

Da die Filterfläche der Kuchenbildungszone des verwendeten Pilot-Taktbandfilters in der Größenordnung weniger 10 cm^2 liegt, ist eine ungleichmäßige Verteilung der Suspension unter Verwendung des vergleichsweise langsam filtrierenden Feststoffprodukts JP130-2022 experimentell nicht umsetzbar. Die Zeitskala, auf der sich die Suspension über der Filterfläche ausbreitet, ist deutlich kürzer als die Zeitskala der Kuchenfiltration. Aus diesem Grund wird eine Methode entwickelt, um eine zufällige Kuchengeometrie nachzuahmen. Dazu wird die Kuchenbildung durch mechanisches, händisches Rühren gestört.

Das von der in Abschnitt 8.1 beschriebenen Versuchsdurchführung etwas abweichende Vorgehen wird im Folgenden erläutert. Nach der Suspensionsaufgabe wird die Probennahmeform in einen definierten Bereich für die anschließende Kuchenbildung und Durchströmungswaschung eingestochen. Während der Kuchenbildung wird die Suspension mithilfe eines Löffels gerührt. Dabei wird der gebildete Filterkuchen teilweise aufgewirbelt und der Feststoff setzt sich an anderer Stelle wieder ab. Es resultiert eine sehr ungleichmäßige und im Detail nicht reproduzierbare Kuchengeometrie. Jeder der so gebildeten Filterkuchen ist ein Unikat und weist ein einzigartiges Höhenprofil auf (vgl. Abb. 8.5). Die mittlere Kuchenhöhe und Topografien eines jeden Filterkuchens wird mithilfe der Messung mit Laserscanner aus Abschnitt 3.3 bestimmt. Anschließend wird der Filterkuchen gewaschen, beprobt und analysiert.

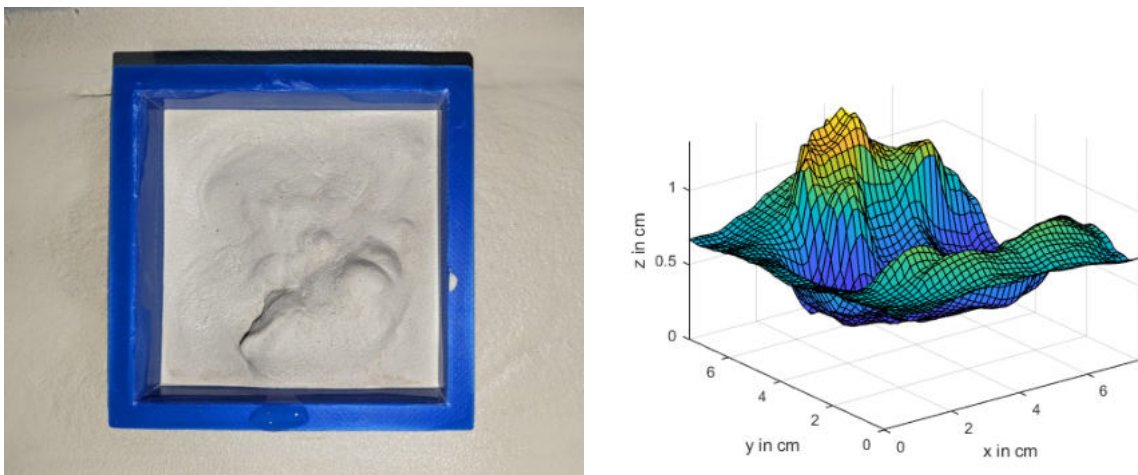


Abb. 8.5.: Filterkuchen mit zufälliger Kuchengeometrie und Topografie der Kuchenoberfläche.

In Abb. 8.5 ist ein Beispiel eines Filterkuchens mit zufälliger Filterkuchengeometrie innerhalb der Probennahmeform sowie dessen Topografie dargestellt. Da jeder Filterkuchen eine einzigartige Kuchengeometrie aufweist, ist auch das Waschverhalten für jeden Filterkuchen un-

terschiedlich. Dies steht im Gegensatz zu der bisherigen Vorgehensweise einer definierten und reproduzierbaren Erzeugung von Imperfektionen. Es ist dennoch möglich, den tendenziellen Einfluss der zufälligen Kuchengeometrien bei einer ausreichenden Versuchsanzahl im Mittel korrekt zu erfassen, wenngleich die Varianz der Messungen im Vergleich zu definierten und reproduzierbaren Imperfektionen erhöht ist.

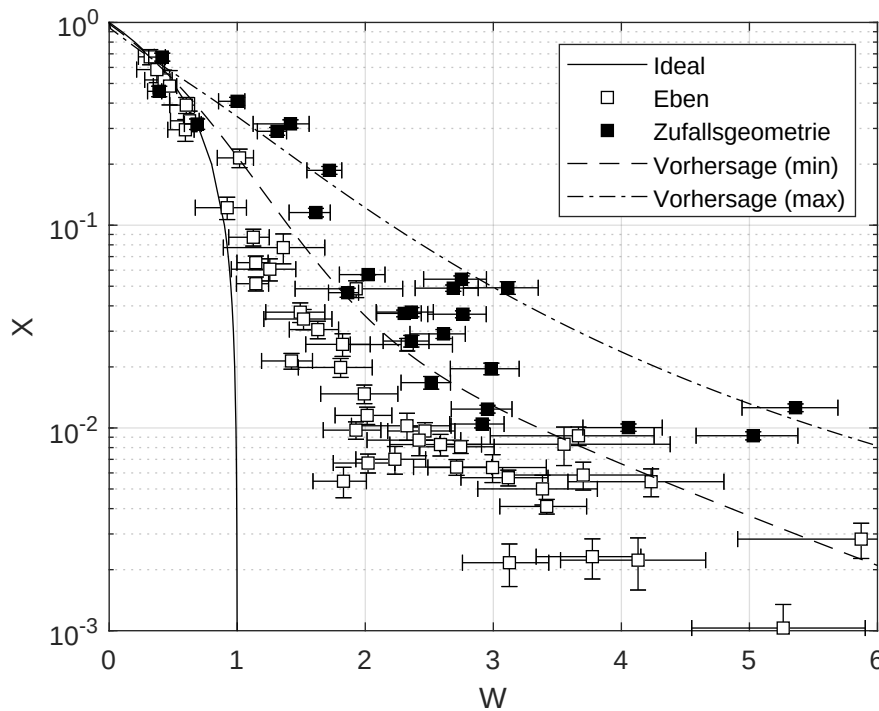


Abb. 8.6.: Vergleich der Waschkurven eines ebenen Filterkuchens (Referenzwaschkurve) und der Filterkuchen mit zufälliger Kuchengeometrie. Modellvorhersage gemäß Abschnitt 5.3. Feststoff: JP130-2022, Feststoffvolumenanteil: $c_V = 33\%$, mittlere Kuchenhöhe: $\bar{h}_c = 1$ cm, Druckdifferenz: $\Delta p \approx 500$ mbar.

Abb. 8.6 zeigt die Waschergebnisse der Filterkuchen mit Zufallsgeometrie und stellt sie der Waschkurve eines ebenen Filterkuchens (Referenzwaschkurve) gegenüber. Die Streuung der Messwerte der Zufallsgeometrie ist – wie zu erwarten – etwas größer als die Streuung der Referenzwaschkurve. Die Messwerte geben jedoch im Mittel einen sinnvollen Waschverlauf mit Einteilung in Verdrängungs-, Dispersions- und Diffusionsbereich wieder.

Die Messwerte der Filterkuchen mit imperfekter Kuchengeometrie lösen sich im Vergleich zur Referenzwaschkurve früher von der idealen Verdrängung ab. Dies weist auf einen verfrühten

Durchbruch der Waschflüssigkeit an der Unterseite des Filterkuchens hin, welcher durch die Unterschiede der Durchströmungsgeschwindigkeit im Inneren der Filterkuchen aufgrund der unterschiedlichen Kuchenhöhen zu erklären ist. Der Dispersionsbereich ist deutlich breiter und es ist ein höheres Waschverhältnis notwendig, um die gleiche Kuchenreinheit zu erreichen. Der erreichbare Restanteil im Diffusionsbereich wird nicht von der Kuchengeometrie beeinflusst. Jedoch führt die zufällige Kuchengeometrie zu einem Erreichen des Diffusionsbereichs bei höheren Waschverhältnissen. Insgesamt ist eine deutliche Verschlechterung des Waschergebnisses aufgrund der zufälligen Kuchengeometrie erkennbar.

Zusätzlich zu den experimentellen Daten ist in Abb. 8.5 die Modellvorhersage gemäß Abschnitt 5.3 eingezeichnet. Da jeder Filterkuchen eine einzigartige Kuchengeometrie aufweist, wird für jedes Experiment eine eigene Simulation unter Vorgabe der individuellen, gemessenen Kuchengeometrie durchgeführt. Um die Abb. 8.5 übersichtlicher zu gestalten, sind nicht alle aus der Simulation resultierenden Vorhersagen der Waschkurven dargestellt. Stattdessen werden die Modellvorhersagen mit der geringsten (min) und größten (max) Abweichung von der Referenzwaschkurve eingezeichnet. Diese beiden Modellvorhersagen stellen die Einhüllenden aller anderen Modellvorhersagen dar. Im Rahmen der Modellvalidierung sollten sie bei einer Übereinstimmung zwischen Modellvorhersage und Experiment darüber hinaus auch die Einhüllende aller experimentellen Messpunkte darstellen. Die Abweichung zwischen beiden Modellvorhersagen veranschaulicht darüber hinaus die Varianz des Waschverhaltens auf Basis der unterschiedlichen Kuchentopografien der zufälligen Kuchengeometrien.

Der Vergleich zwischen Modellvorhersage und Experiment zeigt eine gute Übereinstimmung. Die Modellvorhersagen stellen tatsächlich die Einhüllenden der Messpunkte dar. Die tendenzielle Auswirkung über den Einfluss einer zufälligen Kuchengeometrie auf die Durchströmungswaschung wird korrekt vorhergesagt. Damit sind auf Basis des Dispersionsmodells aus Abschnitt 5.3 physikalische sinnvolle Vorhersagen für die Durchströmungswaschung beliebiger (praxisnaher) Kuchengeometrien möglich.

Deckschicht

Um den Einfluss einer Deckschicht aus feinen Partikeln auf der Kuchenoberfläche im Pilotmaßstab zu untersuchen, wird der Feststoffvolumenanteil der Ausgangssuspension von $c_V = 33\%$ auf $c_V = 20\%$ gesenkt. Die restliche Versuchsdurchführung ist identisch zu Abschnitt 8.1. Durch die Senkung des Feststoffvolumenanteils kommt es aufgrund der Zunahme des mittleren Teilchenabstands zu einer Abnahme der Partikel-Partikel-Wechselwirkungen. Deshalb treten während

der Kuchenbildung Klassiereffekte innerhalb des Suspensionsüberstands auf. Die feinen, langsam sedimentierenden Partikel werden nicht von den schnell sedimentierenden Partikeln auf ihrer Bahnlinie mitgerissen und setzen sich erst am Ende der Filtration an der Kuchenoberseite ab.

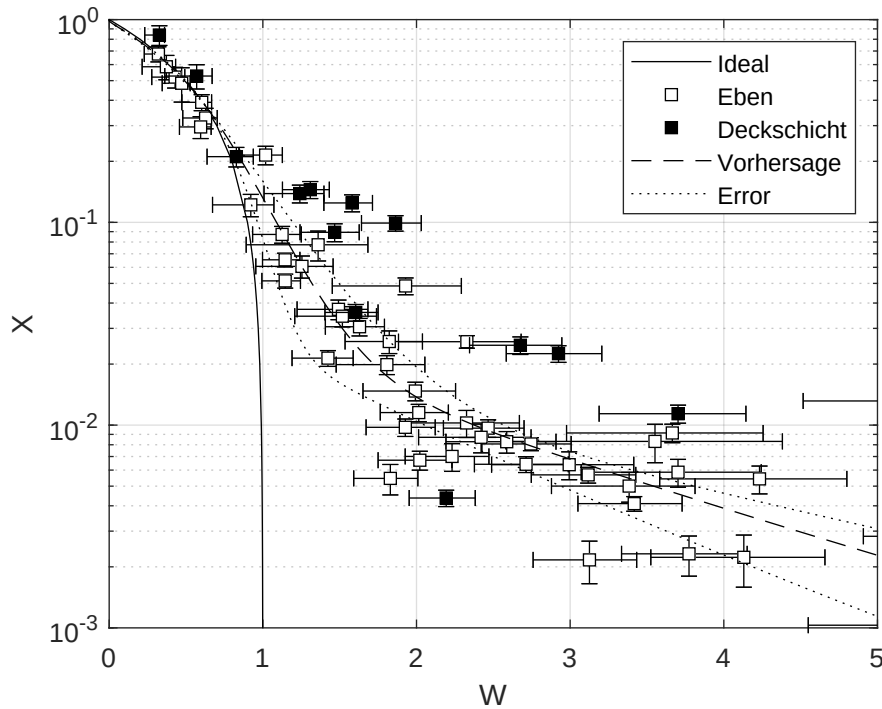


Abb. 8.7.: Vergleich der Referenzwaschkurve ($c_V = 33\%$) mit der Waschkurve eines Filterkuchens mit Deckschicht ($c_V = 20\%$). Modellvorhersage gemäß Abschnitt 5.3. Feststoff: JP130-2022, mittlere Kuchenhöhe: $\bar{h}_c = 1$ cm, Druckdifferenz: $\Delta p \approx 500$ mbar.

Das Ergebnis der Waschung von Filterkuchen mit der aus $c_V = 20\%$ resultierenden Deckschicht ist in Abb. 8.7 dargestellt. Die Waschergebnisse sind den Waschergebnissen eines Filterkuchens ohne Deckschicht (Referenzwaschkurve) gegenübergestellt.

Im Labormaßstab (Abschnitt 5.2) sind die Waschkurven der Filterkuchen mit und ohne Deckschicht identisch. Im Pilotmaßstab sind die Waschergebnisse der Filterkuchen mit Deckschicht im Dispersionsbereich geringfügig, aber dennoch systematisch schlechter als die Ergebnisse der Referenzwaschkurve. Die Reinheit im Diffusionsbereich ist vergleichbar und wird nicht durch die Deckschicht beeinflusst.

Die Abweichung zwischen beiden Waschkurven ist vermutlich auf die auftretenden Schwankun-

gen zwischen einzelnen Versuchstagen oder andere Umwelteinflüsse zurückzuführen, welche auf dem Taktbandfilter auftreten können. Im Rahmen der Versuche mit $c_V = 20\%$ wird manchmal ein Einschluss kleiner Luftbläschen im Filterkuchen beobachtet, welche nach Abschluss der Kuchenbildung platzen und zu kleinen Kratern in der Kuchenoberfläche führen. Darüber hinaus wird durch optische Nachverfolgung des Waschprozesses festgestellt, dass die Waschflüssigkeit im Fall $c_V = 20\%$ auf einer Seite des Filterkuchens schneller in den Kuchen eindringt, als auf der anderen Seite. Das bedeutet, dass innerhalb der Probennahmeform eine graduelle Änderung des Durchströmungswiderstands in lateraler Richtung auftritt. Der Kuchenwiderstand nimmt innerhalb der Probennahmeform in Bandvorschubrichtung (= Ausbreitungsrichtung der Suspension) zu. Dies weist zusätzlich zu der axialen Entmischung (= Deckschicht) auf eine weitere Entmischung in lateraler Richtung hin. Nach Aufgabe der Suspension auf die Filterfläche wird ein Teil der Suspension am Ort der Aufgabe anfiltrierte. Die Suspension breitet sich gleichzeitig aufgrund ihres Fließverhaltens in Bandvorschubrichtung aus. Dabei wird der Feinanteil innerhalb der Suspension mittransportiert, was zu einer lateralen Entmischung führen kann. Diese lokalen Unterschiede der Strömungsgeschwindigkeit in lateraler Richtung liefern eine Erklärung des breiteren Dispersionsbereichs für $c_V = 20\%$ in Abb. 8.7, wie unten im Detail diskutiert wird.

Ein weiterer Aspekt der Waschung ist die Waschzeit, welche durch die Deckschicht stark beeinflusst wird. Die mittleren Verweilzeiten der Durchströmungswaschung mit und ohne Deckschicht sind in Tabelle 8.2 dargestellt. Die mittlere Verweilzeit und damit die Waschzeit wird aufgrund der Deckschicht um ca. 134 % erhöht.

Tabelle 8.2.: Mittlere Verweilzeit während der Durchströmungswäsche der Filterkuchen ohne ($c_V = 33\%$) und mit ($c_V = 20\%$) Deckschicht auf dem Taktbandfilter. Feststoff: JP130-2022, Druckdifferenz: $\Delta p \approx 500$ mbar, Kuchenhöhe: $h_c = 1$ cm.

	$\bar{\tau}_w$ (s)	$\Delta\bar{\tau}_w/\bar{\tau}_w$
$c_V = 33\%$	97	0 %
$c_V = 20\%$	227	+134 %

Auf Basis der Zunahme der Waschverweilzeit ist gemäß der empirischen Gleichung 5.3 unter Annahme einer konstanten Porosität eine Abschätzung des Verlaufs des Sauterdurchmessers über der Kuchenhöhe möglich. Das zugrundeliegende Vorgehen ist in Abschnitt 5.2.2 beschrieben und resultiert in $x_{12,0} = 67\ \mu\text{m}$ und $\Delta x_{12} = 61\ \mu\text{m}$. Unter Vorgabe des Verlaufs $x_{12}(z)$ ist eine Vorhersage der Waschkurve auf Basis des Modells in Abschnitt 5.3 möglich. Diese Modellvorhersage ist ebenfalls in Abb. 8.2 dargestellt. Die in den Experimenten beobachtete Entmischung

in lateraler Richtung wird dabei nicht in der in Abb. 8.7 dargestellten Modellvorhersage berücksichtigt. Auf Grundlage des Dispersionsmodells ist im Rahmen der Messgenauigkeit kein Einfluss der Deckschicht auf die Waschkurve $X(W)$ zu erwarten.

Um den Einfluss einer zusätzlichen lateralen Entmischung der Partikel in Bandvorschubrichtung zu diskutieren, wird im Folgenden beispielhaft eine lineare Schwankung der Partikelgröße um $\pm 20\%$ sowie $\pm 50\%$ angenommen. Der Sauterdurchmesser wird über folgende Funktion beschrieben:

$$x_{12}(y, z) = x_{12,0} - \Delta x_{12,z} \xi_z + (2 \xi_y - 1) \Delta x_{12,y} \quad (8.1)$$

$\xi_z = z/h_c$ und $\xi_y = y/d_c$ ist die normierten Kuchenhöhe und -breite. $x_{12,0} = 67 \mu\text{m}$ gibt den Mittelwert des Sauterdurchmessers an der Kuchenunterseite ($\xi_z = 0$) an. $\Delta x_{12,z} = 61 \mu\text{m}$ beschreibt die Schwankung des Sauterdurchmessers in z -Richtung, $\Delta x_{12,y}$ die Schwankung in y -Richtung. Es wird $\Delta x_{12,y} = 1,2 \mu\text{m}$ ($\pm 20\%$) bzw. $\Delta x_{12,y} = 3 \mu\text{m}$ ($\pm 50\%$) angenommen. Der Sauterdurchmesser an der Kuchenoberfläche ($\xi_z = 1$) liegt also zwischen $4,8 \mu\text{m}$ und $7,2 \mu\text{m}$ ($\pm 20\%$) bzw. zwischen $3 \mu\text{m}$ und $9 \mu\text{m}$ ($\pm 50\%$). Abb. 8.8 zeigt den angenommenen Verlauf des Sauterdurchmessers entlang der Kuchenhöhe und -breite für eine Schwankung um $\pm 0\%$ und $\pm 50\%$.

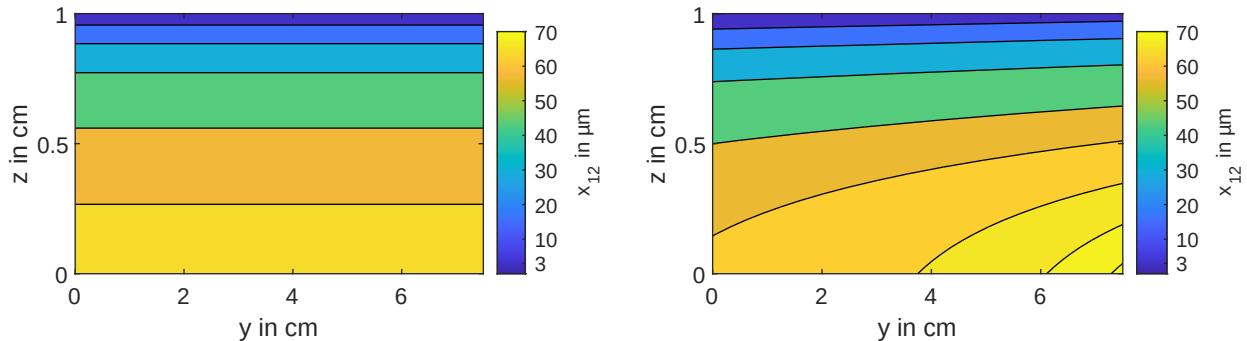


Abb. 8.8.: Angenommener Verlauf des Sauterdurchmessers für einen Filterkuchen mit Deckschicht und zusätzlich lateraler Entmischung um $\pm 0\%$ (links) und $\pm 50\%$ (rechts).

In Abb. 8.9 ist die Modellvorhersagen für den Filterkuchen mit Deckschicht den Modellvorhersagen mit zusätzlicher lateraler Entmischung der Feststoffpartikel gegenübergestellt. Eine laterale Entmischung der Partikel führt zu einer Verschlechterung des Waschergebnisses. Der spezifische Kuchenwiderstand verhält sich reziprok zum Quadrat des Sauterdurchmessers, weshalb im Filterkuchen lokal unterschiedliche Durchströmungswiderstände auftreten. Diese führen zu Unterschieden in der Durchströmungsgeschwindigkeit innerhalb des Filterkuchens und

zu unterschiedlichen Zeitpunkten des Waschflüssigkeitsdurchbruchs an der Kuchenunterseite.

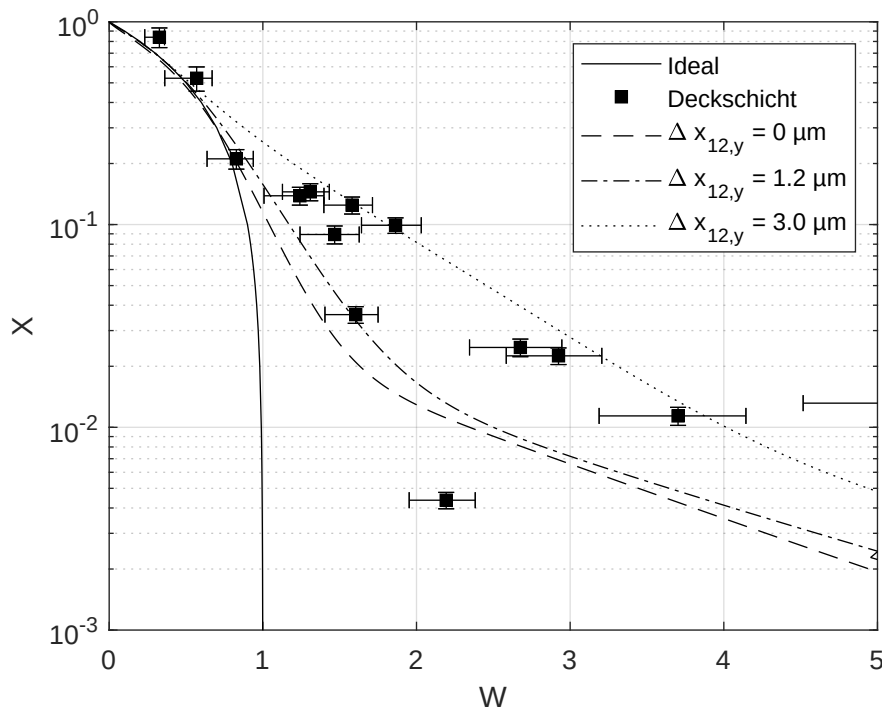


Abb. 8.9.: Waschkurve eines ebenen Filterkuchens mit Deckschicht (Experiment, Simulation) und dem Einfluss einer zusätzlichen lateralen Entmischung der Feststoffpartikel (Simulation).

Zusätzlich sind in die experimentellen Daten der Filterkuchenwaschung mit Deckschicht in Abb. 8.9 aufgetragen. Der Vergleich zwischen den Modellvorhersagen und dem Experiment zeigt, dass eine laterale Entmischung der Partikel durch die Ausbreitung der Suspension in Bandvorschubrichtung eine plausible Erklärung für die Abweichung von der Referenzwaschkurve liefert. Weitere, vertiefte Messungen werden nicht durchgeführt, sind für ein Folgeprojekt jedoch empfehlenswert. Die Beherrschung einer Deckschicht stellt ein großes Potenzial in Bezug auf Prozesszeit und Waschgüte dar.

8.2.3. Theoretische Variantenstudie

Im Folgenden wird auf Basis des Dispersionsmodells aus Abschnitt 5.3 eine theoretische Variantenstudie zur Abschätzung des Einflusses unterschiedlicher, praxisnaher Kucheninhomogenitäten durchgeführt.

Dazu werden die Prozessparameter aus Tabelle 8.3 verwendet, wenn nicht anders gekennzeichnet. Diese entsprechen den von Sprott et al. [26] verwendeten Parametern, für deren Studie zur

mehrstufigen Filterkuchenwäsche im Gegenstrom.

Tabelle 8.3.: Prozessparameter der Variantenstudie (sofern nicht anders gekennzeichnet).

A m ²	Δp mbar	η_l mPa s	c_0 mol L ⁻¹	c_w mol L ⁻¹	R_m m ⁻¹			
0,01	550	1	1	0	$1 \cdot 10^{10}$			
		r_c m ⁻²	$\bar{\varepsilon}$ %	$\bar{x}_{12}$ μm	$\bar{h}_c$ cm	Pe _L 1	ka/v m ⁻¹	f %
		$2,34 \cdot 10^{13}$	45	40	1	0,20	66,5	0,25

Unebener Filterkuchen durch Suspensionsverteilung

Bedingt durch eine ungleichmäßige Verteilung der Suspension innerhalb der Kuchenbildungszone treten auf Bandfiltern sehr häufig Filterkuchen mit unebener Kuchenoberfläche auf. Aufgrund der Apparateabmessungen in großtechnischen Prozessen besteht dabei die Gefahr, dass diese unentdeckt bleiben, da die Höhengradienten aufgrund großer Filterflächen mit bloßem Auge kaum wahrnehmbar sind. Die Auswirkung solcher Geometrieimperfectionen wird gerade bei geringen mittleren Kuchenhöhen sehr häufig unterschätzt. Ein Beispiel hierfür ist in Abb. 8.10a dargestellt. Hier ist eine näherungsweise harmonisch-oszillierende Zu- und Abnahme der Kuchenhöhe in sowie quer zur Bandvorschubrichtung aufgrund einer ungleichmäßigen Suspensionsverteilung gezeigt. Das Höhenprofil in Abb. 8.10b wird beispielhaft für ein Experiment mit der Laserhöhenmessung aus Abschnitt 3.3 bestimmt und zeigt, dass die Kuchenhöhe etwa zwischen 0,42-1,36 cm schwankt.

Die topografische Karte des Filterkuchens ist in Abb. 8.11a gezeigt. Um die Nachvollziehbarkeit der Berechnung zu gewährleisten, wird die Kuchentopografie zusätzlich durch eine harmonische Funktion angenähert:

$$h_c(x, y) = \left(\sqrt{h_{\min}} + \left(\sqrt{h_{\max}} - \sqrt{h_{\min}} \right) |\cos(\lambda_x \xi_x)| \right) \cdot \left(\sqrt{h_{\min}} + \left(\sqrt{h_{\max}} - \sqrt{h_{\min}} \right) |\sin(\lambda_y (\xi_y + 0,2))| \right) \quad (8.2)$$

$\xi_x = x/d_c$ und $\xi_y = y/d_c$ sind die normierten Kuchenbreiten. Die Kuchenhöhen $h_{\max} = 1,36 \text{ cm}$ und $h_{\min} = 0,42 \text{ cm}$ geben die maximale und minimale Kuchenhöhe an. Für die Amplituden der harmonischen Funktionen gilt näherungsweise $\lambda_x = \pi$ und $\lambda_y = \sqrt{2}\pi$. Die Kuchentopografie

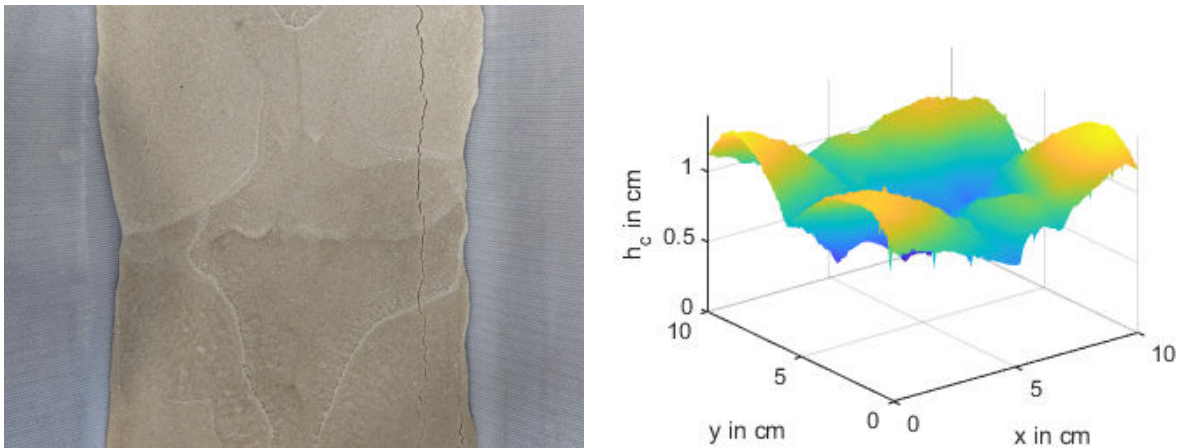


Abb. 8.10.: Beispiel eines Filterkuchens mit unebener Kuchenoberfläche aufgrund einer ungleichmäßigen Suspensionsaufgabe auf dem Bandfilter.

auf Basis von Gl. 8.2 ist in Abb. 8.11b aufgetragen.

Nachfolgend wird eine Simulation auf Basis der tatsächlichen und angenäherten Topografie verglichen und der Waschkurve eines ebenen Filterkuchens gegenübergestellt. Dadurch kann zum einen der Einfluss einer unebenen Kuchenoberfläche gezeigt werden. Zum anderen wird überprüft, ob eine näherungsweise Beschreibung der Kuchengeometrie ausreicht, um ihren Einfluss auf die Waschung in der Praxis abzuschätzen.

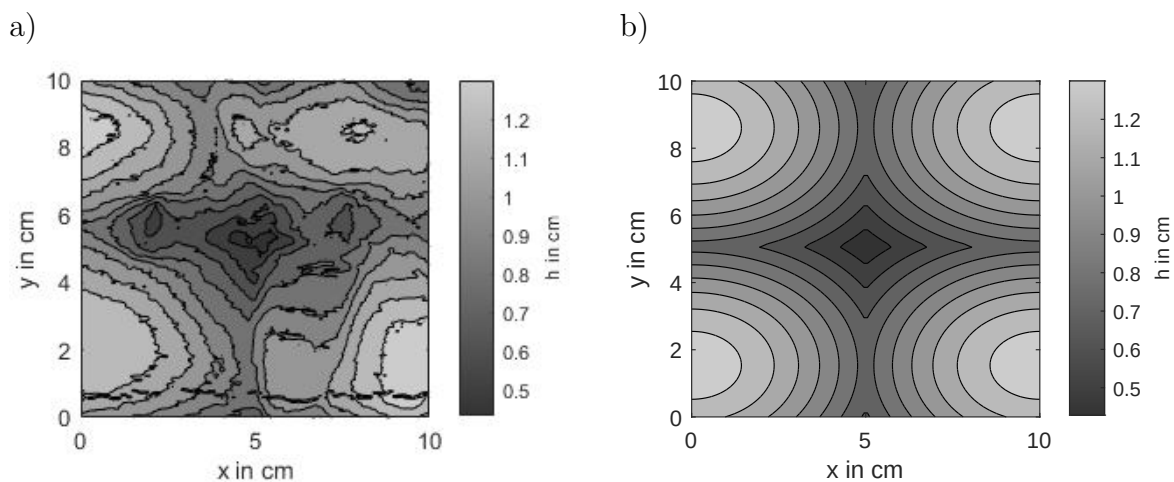


Abb. 8.11.: Gemessene (a) und mit Gl. 8.2 angenäherte (b) Topografie eines Filterkuchens mit unebener Kuchenoberfläche aufgrund einer ungleichmäßigen Suspensionsaufgabe.

Das Ergebnis der Simulation ist in Abb. 8.12 gezeigt. Die Waschkurve des unebenen Filterkuchens löst sich deutlich früher von der idealen Verdrängung ab und weist einen breiteren Dispersionsbereich auf als die Waschkurve eines ebenen Filterkuchens. Um einen spezifizierten Restanteil von $X = 1\%$ zu erreichen, ist ein um $\Delta W/W = 50\%$ erhöhter Waschflüssigkeitsbedarf nötig. Der Vergleich der Simulationen mit tatsächlich gemessener und angenäherter Topografie zeigt, dass es i. d. R. ausreicht, das Höhenprofil $h_c(x, y)$ eines Filterkuchens grob abzuschätzen, um eine Information über die tendenzielle Auswirkung auf das Waschergebnis zu erhalten. Beide Waschkurven weichen nur geringfügig voneinander ab ($\Delta W/W = 6\%$ bei $X = 1\%$).

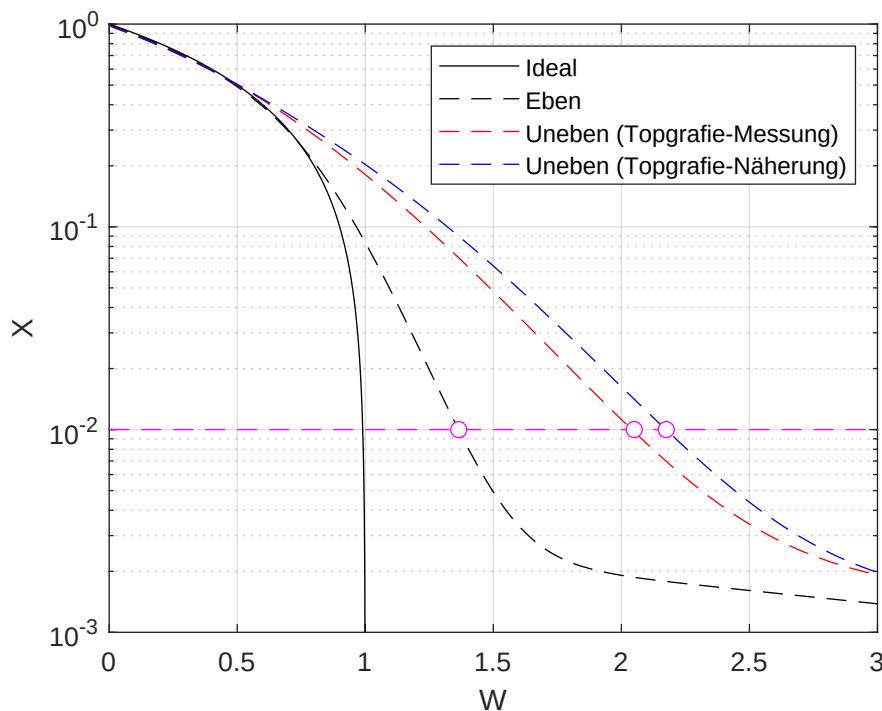


Abb. 8.12.: Waschkurve eines ebenen Filterkuchens und eines Filterkuchens mit unebener Kuchenoberfläche aufgrund einer ungleichmäßigen Suspensionsaufgabe (gemessene und angenäherte Kuchengeometrie aus Abb. 8.11).

Es muss festgehalten werden, dass eine gleichmäßige Verteilung der Suspension ein äußerst wichtiger Prozessbestandteil ist und maßgeblich zu dem Gelingen der Filterkuchenwaschung und damit der Fest-Flüssig-Trennaufgabe beiträgt. Eine häufige Gegenmaßnahme gegen eine ungleichmäßige Suspensionsverteilung besteht in der Ergänzung einer blinden Aufgabebzone (kein anliegendes Vakuum), um eine gleichmäßige Verteilung der Suspension zu gewährleisten. In die-

sem Fall hat die Suspension Zeit, sich auszubreiten, bevor der Feststoff in der Kuchenbildungszone anfiltriert wird und sich ein Kuchen aufbaut. Zwar kann diese Gegenmaßnahme zweckmäßig sein, es werden jedoch Klassiereffekte durch Sedimentation im Suspensionsüberstand sowie eine Senkung der für die Fest-Flüssig-Trennung genutzten Filterfläche in Kauf genommen. Eine adäquatere Gegenmaßnahme besteht in der Entwicklung produktspezifischer Suspensionsverteiler, wobei jedoch hohe Entwicklungskosten auftreten können und ein Erfolg der Bemühungen im Vorhinein nicht absehbar ist. Aufbauend auf diesen Ergebnissen und Erkenntnissen wird ein Folgeprojekt zur Quantifizierung und Charakterisierung der Entmischungsneigung von Suspensionen im Anwendungsbereich der Fest-Flüssig-Trennung empfohlen.

Wellige Kuchenoberfläche

Wie im vorherigen Abschnitt beleuchtet, treten auf Taktbandfiltern – aber auch auf anderen Filterapparaten, wie bspw. auf Trommel- oder Scheibenfiltern – häufig Filterkuchen mit unebener Kuchenoberfläche auf.

Nachfolgend wird für tiefgreifendere Untersuchungen eine wellige Kuchenoberfläche auf Basis einer zweidimensionalen Betrachtung herangezogen ($dh_c/dx = 0$). Die Kuchengeometrie wird beispielhaft mit einer harmonischen Funktion beschrieben:

$$h_c(y) = \bar{h}_c + \frac{\Delta h}{2} \cos(2\pi \xi_y) \quad (8.3)$$

Um den Einfluss der Höhendifferenz $\Delta h = h_{\max} - h_{\min}$ zu bewerten, werden zwei verschiedene Amplituden bei konstanter mittlerer Filterkuchenhöhe $\bar{h}_c$ betrachtet: $\Delta h = 0,33$ cm und $\Delta h = 0,67$ cm. Diese werden einem ebenen Filterkuchen ($\Delta h = 0$) gegenübergestellt. Durch diesen Vergleich wird gezeigt, dass mithilfe des Dispersionsmodells das Potenzial der Einsparung an Waschflüssigkeit oder eine Kapazitätserhöhung abgeschätzt werden kann.

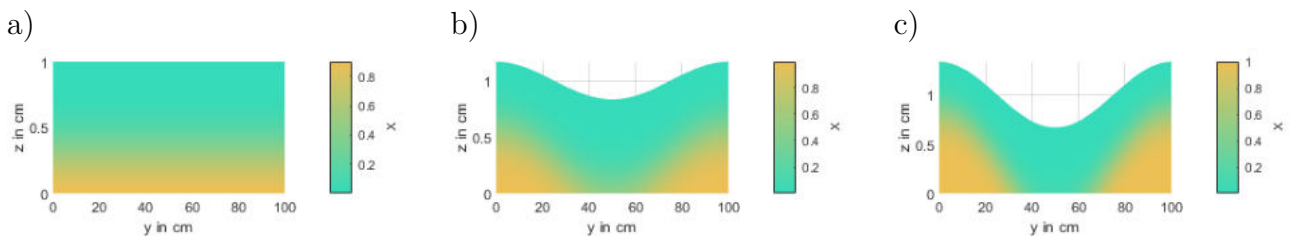


Abb. 8.13.: Konzentrationsfelder eines ebenen Filterkuchens (a) sowie Filterkuchen mit welliger Kuchenoberfläche und $\Delta h = 0,33$ cm (b) bzw. $\Delta h = 0,67$ cm (c) mit Faktor 100 zwischen Kuchenbreite und mittlerer Kuchenhöhe.

Abb. 8.13 zeigt die drei untersuchten Kuchengeometrien sowie deren Konzentrationsfelder für ein Waschverhältnis von $W = 0,67$. Es wird eine Filterfläche von $A = 1 \text{ m}^2$ verwendet. Aufgrund der großen Kuchenbreite von $d_c = 1 \text{ m}$ ist der Höhengradienten sehr gering. Deshalb wären die inhomogenen Kuchengeometrien mit dem Auge nur schwer zu erfassen und würde in einem laufenden Prozess ggf. sogar unentdeckt bleiben. Die inhomogene Kuchengeometrie führt zu unterschiedlichen Durchströmungsgeschwindigkeiten und einem verfrühten Waschflüssigkeitsdurchbruch an der Kuchenunterseite.

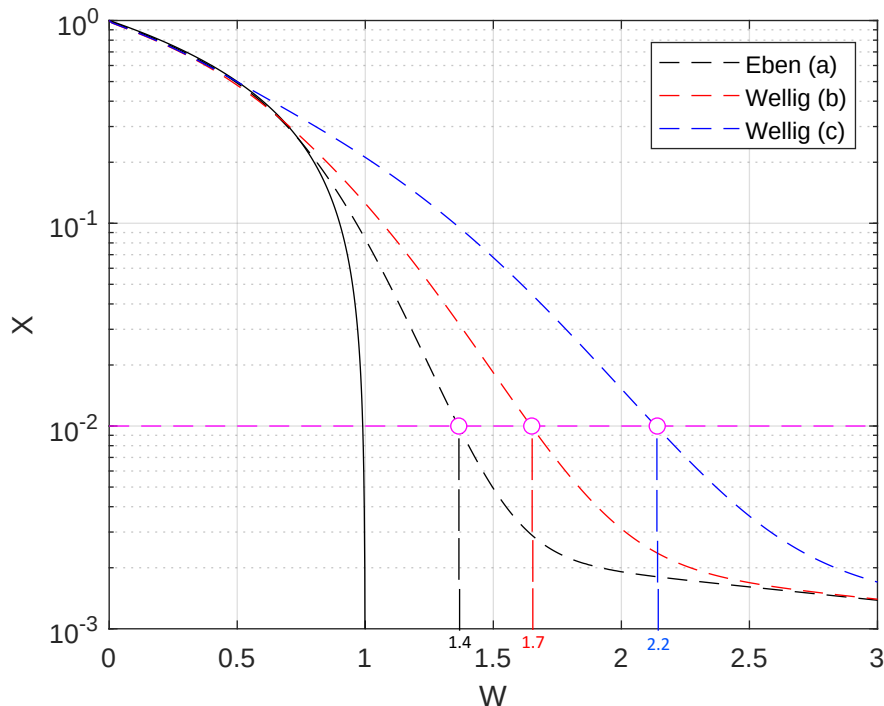


Abb. 8.14.: Waschkurven zur Variantenstudie eines ebenen Filterkuchens und der Filterkuchen mit welliger Kuchenoberfläche.

In Abb. 8.14 sind die Waschkurven der drei Fälle gegenübergestellt. Verglichen mit dem ebenen Filterkuchen führt die wellige Kuchenoberfläche mit $\Delta h = 0,67 \text{ cm}$ zu einer Erhöhung des Waschverhältnisses um $\Delta W/W = 56 \%$, um einen Restanteil von $X = 1 \%$ zu erreichen. I. d. R. ist es nicht möglich Inhomogenitäten der Kuchengeometrie in einem bestehenden Prozess völlig zu vermeiden. Die Gegenüberstellung mit der Waschkurve der welligen Kuchenoberfläche mit $\Delta h = 0,33 \text{ cm}$ zeigt jedoch, dass eine Reduzierung der Inhomogenität bereits zu einer deutlichen Verbesserung des Prozesses führen kann (Fall c $\rightarrow$ Fall b). In diesem Fall beträgt die Erhöhung des Waschverhältnisses lediglich $\Delta W/W = 20 \%$ gegenüber dem ebenen Filterkuchen (Fall a, s. Abb. 8.13).

Krater durch Waschflüssigkeitsaufgabe

Trifft Waschflüssigkeit mit einem hohen Impuls auf die Filterkuchenoberfläche, so wird ein Teil des Filterkuchens aufgewirbelt [11]. Dies führt einerseits zu einer Vorverunreinigung der Waschflüssigkeit, wie in den Abschnitten 6.2 und 8.3 behandelt: Die Stoffmenge, welche sich in den Poren des aufgewirbelten Filterkuchens befindet, gelangt in den Waschflüssigkeitsüberstand. Andererseits wird die Kuchenoberfläche deformiert, wie in Abschnitt 6.3 gezeigt. Dabei entstehen häufig Filterkuchen mit Impaktkratern oder auch weitaus komplexeren Kuchengeometrien. Kraterartige Tropfenabdrücke wie in Abb. 8.15a sind sehr typisch wenn Tropfplatten für die Waschflüssigkeitsaufgabe verwendet werden. Im Folgenden soll der Einfluss dieser Krater auf das Waschergebn an einem Beispiel untersucht werden.

Für die theoretische Beschreibung der Kuchengeometrie wird ein charakteristisches Längenverhältnis zwischen Kratertiefe und Kraterdurchmesser von 0,2 angenommen. Dies stimmt sowohl mit der experimentellen Beobachtung in Abb. 8.15a überein, wie auch mit den tiefergreifenden Untersuchungen von Zhao et al. [33], die das Längenverhältnis über einen weiten Bereich des Impaktor-Energieeintrags analysieren. Es wird vereinfachend von einem konstanten Abstand zwischen allen Kratern ausgegangen. In Abb. 8.15b ist die topografische Karte der im Rahmen der Simulation verwendeten Kuchengeometrie dargestellt.

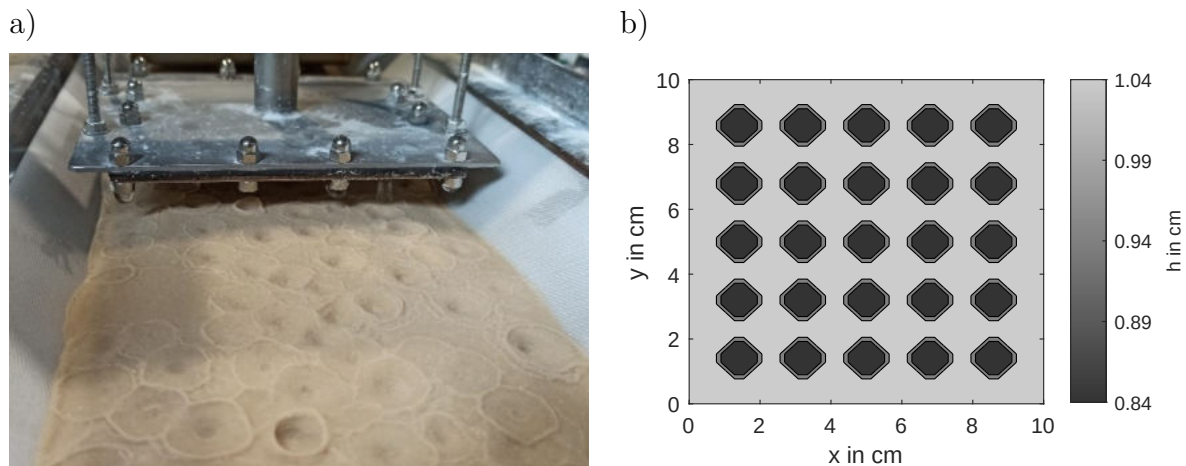


Abb. 8.15.: Beispiel eines Filterkuchens mit Krater in der Kuchenoberfläche (a) und topografische Karte der für die Simulation verwendeten, vereinfachten Kuchengeometrie mit Isohypsen (b).

Das Ergebnis der Simulation ist in Abb. 8.16 aufgetragen. Die Waschkurve des Filterkuchens

mit Kratern wird der Waschkurve eines ebenen Filterkuchens gegenübergestellt, um den Einfluss der Kuchen geometrie zu erkennen. Die Krater in der Kuchenoberfläche beeinflussen das Strömungsfeld innerhalb des Filterkuchens und Verschlechtern dadurch das Waschergebn. Wird ein Restanteil von $X = 1\%$ spezifiziert, so nimmt die notwendige Menge an Waschflüssigkeit um $\Delta W/W = 10\%$ zu. Dies erhöht die notwendige Filterfläche sowie Prozesszeit und führt zu einer erhöhten Filtratverdünnung, was zusätzliche Aufbereitungskosten mit sich bringt.

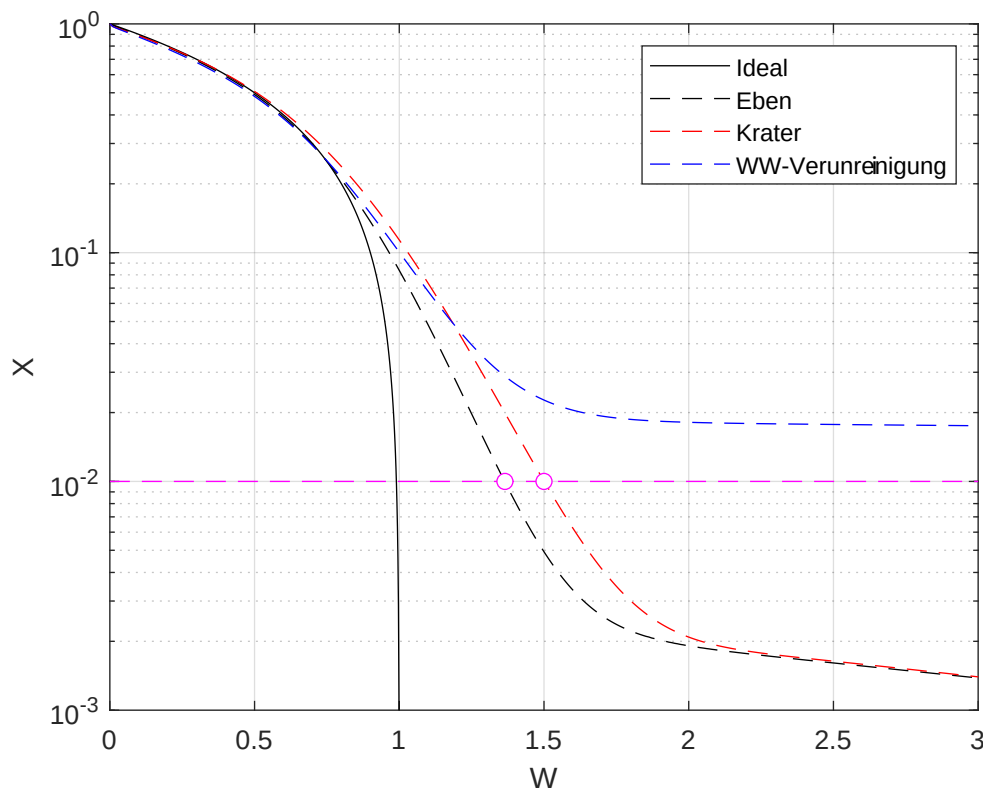


Abb. 8.16.: Waschkurve eines ebenen Filterkuchens, eines Filterkuchens mit Kratern sowie einer partiellen Resuspendierung von $\varphi = 5\%$.

Wie eingangs erwähnt, führt die Aufwirbelung des Filterkuchens – aus welcher die Krater entstehen – gleichzeitig auch zu einer Vorverunreinigung der Waschflüssigkeit. Die in den Kratern resultierende Geometrieänderung der in Abb. 8.15 dargestellten Kuchen geometrie entspricht einem Anteil von etwa 5% des Kuchen volumens. Es kann also bestenfalls von einem Rückvermischungsanteil von mindestens $\varphi = 5\%$ ausgegangen werden. Es wird angenommen, dass die Waschflüssigkeit mit einer Intervallanzahl von $n = 1$ aufgegeben wird (s. Abschnitt 6.2.5). Für ein Waschverhältnis von $W = 3$ resultiert gemäß Gl. 6.6 eine Waschflüssigkeitskonzentration

von:

$$c_{\text{sup}} = \frac{\varphi}{W + \varphi} c_0 = 0,0164 \text{ mol L}^{-1}$$

Die Waschflüssigkeit verdünnt die Konzentration der aufgewirbelten Kuchenschicht. Die mittlere Anfangskonzentration im Kuchen berechnet sich nach:

$$\bar{c}(W = 0) = (1 - \varphi) c_0 + \varphi c_{\text{sup}} = 0,9508 \text{ mol L}^{-1}$$

Die Waschkurve unter Berücksichtigung der Vorverunreinigung der Waschflüssigkeit ist ebenfalls in Abb. 8.16 eingezeichnet. Die Vorverunreinigung führt zu einer Limitierung des Restanteils im Diffusionsbereich und der spezifizierte Restanteil kann nicht mehr eingehalten werden. Es wird deutlich, dass Strategien zur Reduzierung der Auswirkung einer Aufwirbelung des Filterkuchens (s. Abschnitt 9) von großer Bedeutung sind. In dem untersuchten Beispiel dominiert die Aufwirbelung des Filterkuchens bei weitem gegenüber dem Einfluss der Kuchengeometrie auf das Strömungsfeld.

Bewertungsgrundlage für unterschiedliche Kuchengeometrien

Die Entwicklung einer allgemeinen Bewertungsgrundlage über den Einfluss unterschiedlicher Kuchengeometrien auf die Durchströmungswaschung würde die Übertragung der gesammelten Erkenntnisse in die Praxis stark erleichtern. So würde z. B. ein Diagramm, aus welchem die Verschlechterung des Waschergebnisses aufgrund einer imperfekten Kuchengeometrie aus einer Kurvenschar abgelesen werden kann, direkt im Betriebsalltag eine Prozessbewertung ermöglichen.

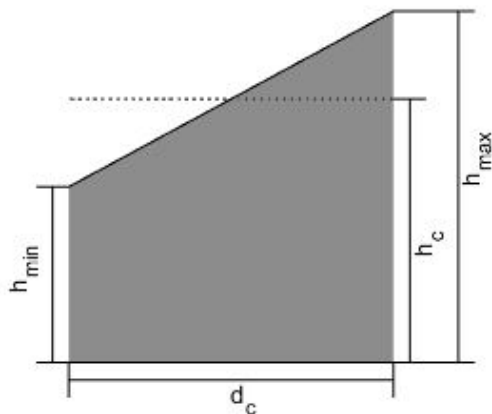
Mit der in Abb. 8.17a skizzierten keilförmigen Kuchengeometrie wird dazu ein sehr einfacher Fall betrachtet. Die Charakterisierung der Kuchengeometrie ist durch vier Abmessungen möglich. Die maximale und minimale Kuchenhöhen h_{max} und h_{min} sind ein Maß für die Ausprägung der Imperfektionen, $\bar{h}_c$ ist die mittlere Kuchenhöhe und d_c gibt die Breite des Filterkuchens an. Der durch die Kuchengeometrie verursachte Mehrbedarf an Waschflüssigkeit $\Delta W/W$ hängt außerdem von dem spezifizierten Restanteil X ab. Insgesamt ergibt sich damit der folgende Funktionszusammenhang:

$$\frac{\Delta W}{W} = f(X, \bar{h}_c, h_{\text{max}}, h_{\text{min}}, d_c)$$

Anstelle der maximalen und minimalen Kuchenhöhe wird das Verhältnis $(h_{\text{max}} - h_{\text{min}})/(2\bar{h}_c)$ betrachtet. Dieses Verhältnis liegt zwischen 0 (Rechteck) und 1 (Vollkeil). Zusätzlich wird angenommen, dass für den Höhengradienten gilt: $\Delta h/d_c \rightarrow 0$. Dies ist eine zulässige Näherung für

sehr breite Filterkuchen. Damit entfällt die Abhängigkeit $\Delta W/W$ von der Breite des Kuchens d_c .

a)



b)

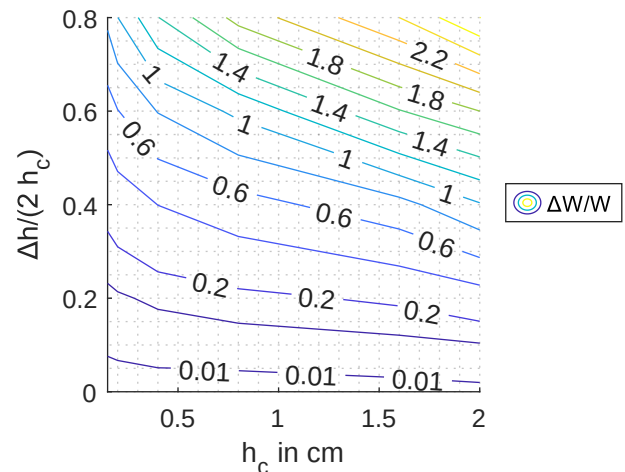


Abb. 8.17.: Schematische Darstellung der charakteristischen Abmessungen (a) und Zunahme des Waschaufwands als Kurvenschar (b).

Unter Variation der Höhendifferenz Δh und der mittleren Kuchenhöhe $\bar{h}_c$ wird der Mehrbedarfs $\Delta W/W$ mithilfe des Dispersionsmodells bestimmt und als Kurvenschar in Abb. 8.17b aufgetragen. $\Delta W/W$ gibt dabei die maximale Abweichung zwischen den Waschkurven der keilförmigen Kuchengeometrie und einem ebenen Filterkuchen bei gleicher mittlerer Filterkuchenhöhe an.

Aus Abb. 8.17b kann damit unter Vorgabe der mittleren Kuchenhöhe $\bar{h}_c$ sowie der Höhendifferenz Δh näherungsweise der Mehrbedarf an Waschflüssigkeit aufgrund einer imperfekten Kuchengeometrie abgelesen werden. Generell sollte eine individuelle Betrachtung des Prozesses mit der individuell vorliegenden Kuchengeometrie immer gegenüber der Verwendung von Abb. 8.17 vorgezogen werden, um deren Einfluss auf das Waschergebnis zu bewerten.

8.3. Waschflüssigkeitsaufgabe

Im folgenden Abschnitt wird der Einfluss der Waschflüssigkeitsaufgabe im Pilotmaßstab untersucht. Zunächst erfolgt dazu die Validierung des in 6.2.4 beschriebenen Kolbenmodells zur Beschreibung der partiellen Resuspendierung auf dem Taktbandfilter. Nach erfolgreicher Validierung wird dieses Kolbenmodell im nächsten Schritt zur Bewertung verschiedener Flüssig-

keitsverteiler angewendet. Der Vergleich verschiedener Verteiler wird für die partielle Resuspendierung, das Waschergebnis sowie Flüssigkeitsverteilung durchgeführt.

8.3.1. Kolbenmodell: Validierung im Pilotmaßstab

Für die Validierung des Modells wird der Rückvermischungsanteil φ ermittelt. Die erzeugte Modellvorhersage wird anschließend mit experimentellen Waschergebnissen verglichen.

Zur Validierung des Kolbenmodells zur Beschreibung der partiellen Resuspendierung werden Filterkuchen auf dem Taktbandfilter mit Hilfe der Handbrause gewaschen. Zu diesem Zweck wird zunächst ein Filterkuchen nach der in Abschnitt 8.1 beschriebenen Prozedur gebildet. Die Druckdifferenz wird im Anschluss an die Kuchenbildung durch Öffnung der Ventile an den Filtratabscheidebehältern gebrochen. Die Prozedur entspricht somit dem Versuchsvorgehen auf der Vakuumnutsche.

Zur Ermittlung des Rückvermischungsanteils wird eine definierte Waschflüssigkeitsmenge über die Handbrause auf die Kuchenoberfläche in der Probennahmeform dosiert. Um ein Überlaufen der Form zu vermeiden, wird im Vergleich zu den Nutschenversuchen ein verringerter flächenspezifischer Volumenstrom von $\dot{V}_W/A_c \approx 1,59 \text{ cm/s}$ verwendet. Nach der vollständigen Aufgabe der Waschflüssigkeit wird der gebildete Überstand mit Pasteurpipetten in ein Zentrifugenröhrchen überführt. Dabei wird beachtet, dass die Kuchenoberfläche während der Flüssigkeitsentnahme nicht beschädigt wird. Der Rückvermischungsanteil φ wird im Anschluss mit der gemessenen Überstandskonzentration nach Gl. 6.6 berechnet. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 8.18 dargestellt.

Der Verlauf der experimentellen Daten entspricht dem auf der Vakuumnutsche beobachteten Verlauf. Der Rückvermischungsanteil steigt zunächst an und nähert sich bei hohen Waschverhältnissen einem Grenzwert an. Aufgrund der schwankenden Kuchenhöhe auf dem Taktbandfilter zeigen auch die Messdaten eine größere statistische Schwankung als im Labormaßstab. Die Fehlerbalken werden bedingt durch die im Vergleich zur Nutsche geringeren Kuchenhöhe vergrößert.

Im nächsten Schritt werden die Parameter der Anpassungsfunktion nach 6.8 ermittelt. Die Anpassung mit den entsprechenden Fehlerbändern ist ebenfalls in Abbildung 8.18 dargestellt. Aus der Anpassungsfunktion wird eine Modellvorhersage nach Gl. 6.11 ermittelt.

Zur Validierung der Modellvorhersage werden entsprechende Waschversuche durchgeführt. Im Vergleich zu den Resuspendierungsversuchen wird der Filterkuchen im Anschluss an die Waschflüssigkeitsaufgabe mit dem kontaminierten Überstand gewaschen. Die Wäsche wird beendet, sobald die Waschflüssigkeit vollständig in den Filterkuchen eingedrungen ist. Die Waschergeb-

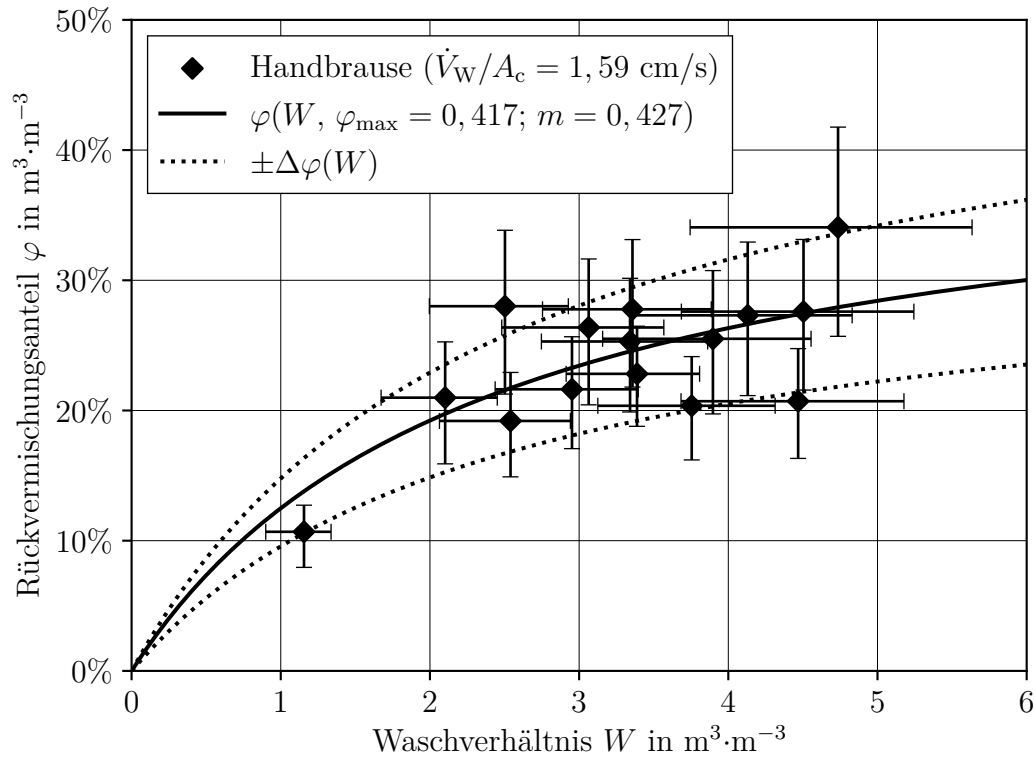


Abb. 8.18.: Resuspendierungskurve der Handbrause auf dem Taktbandfilter mit Anpassungskurven und Fehlerband ($h_c \approx 10$ mm, Handbrause, $\dot{V}_W/A_c \approx 1,59$ cm/s, $A_c = 56,25$ cm²).

nisse sind im Vergleich zur Modellvorhersage in Abbildung 8.19 dargestellt. Zum Vergleich ist die Referenzwaschkurve des Taktbandfilters dargestellt.

Die Waschkurve des mit der Handbrause partiell resuspendierten Filterkuchens weicht deutlich von der Referenzwaschkurve ab. Beide Kurven lösen sich bei einem Waschverhältnis $W \approx 0,8$ von der idealen Verdrängung ab. Im weiteren Verlauf weichen die Waschergebnisse im Vergleich zur Referenz um bis zu einer Größenordnung hin zu größeren Restanteilen ab. Der Verlauf entspricht dem auf der Vakuumnutsche festgestellten Verlauf. Die Modellvorhersage beschreibt die Ablösung von der idealen Verdrängung sowie den weiteren Verlauf der Messdaten sehr gut.

Aus dem Vergleich der Messungen mit der Modellvorhersage geht hervor, dass das Kolbenmodell auch zur Beschreibung von Vorhersage eines Waschlimits im Pilotmaßstab verwendet werden kann. Die Anwendung des Modells ermöglicht die Bewertung verschiedener Aufgabesysteme bzw. Prozessführungen. Im folgenden Abschnitt wird exemplarisch eine Bewertung realitätsnaher Aufgabesysteme unter Verwendung der erarbeiteten Methoden durchgeführt.

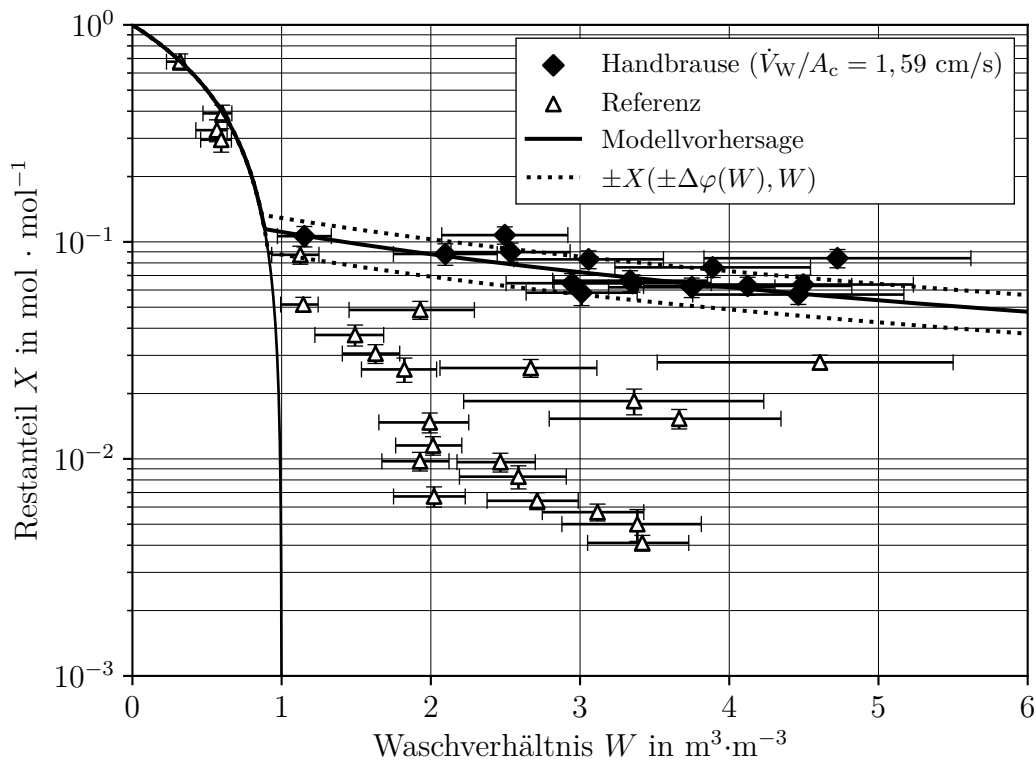


Abb. 8.19.: Waschkurve der Handbrause auf dem Taktbandfilter mit Modellvorhersage und Fehlerband im Vergleich zur Referenz ($h_c \approx 10$ mm, Handbrause, $\dot{V}_W/A_c \approx 1,59$ cm/s, $A_c = 56,25$ cm²).

8.3.2. Bewertung von Aufgabesystemen

Auf Grundlage der erarbeiteten Methoden und validierten Modelle wird eine Bewertung verschiedener Systeme zur Waschflüssigkeitsaufgabe auf dem Taktbandfilter durchgeführt. Die Bewertung beschreibt exemplarisch die empfohlene Vorgehensweise zur Bewertung industrieller Waschprozesse. Zur Beschreibung werden realitätsnahe Flüssigkeitsverteiler mit entsprechenden Versuchsparametern gewählt, um die auf dem Taktbandfilter ablaufenden Vorgänge möglichst realistisch zu Beschreiben. Die Untersuchungen auf dem Taktbandfilter werden für folgende Aufgabesysteme und Versuchsparameter durchgeführt:

- Vollkegeldüse ($\dot{V}_c/A_W \approx 0,15$ cm/s; $\Delta p = 3$ bar; Abstand zur Kuchenoberfläche $d \approx 150$ mm)
- Flachstrahldüse ($\dot{V}_c/A_W \approx 0,15$ cm/s; $\Delta p = 5$ bar; Abstand zur Kuchenoberfläche $d \approx 150$ mm)

- Tropfplatte (Abb. 3.3) ($\dot{V}_W/A_c \approx 0,042 - 0,097$ cm/s (abhängig von W); Abstand zur Kuchenoberfläche $d \approx 10$ mm)

Für die Untersuchung werden jeweils identische Versuchsparameter während der Kuchenbildung verwendet. Auf Grundlage der in Abschnitt 6.1 und 6.2 entwickelten Methoden wird schrittweise einer Bewertung der Flüssigkeitsverteiler nach folgenden Punkten durchgeführt:

- Ermittlung und Bewertung des Maldistributionsfaktors M_f
- Ermittlung einer Rückvermischungskurve
- Modellbasierte Beurteilung der Auswirkung auf das Waschergebnis und Vergleich mit experimentellen Daten

Die genannten Teilschritte werden in den folgenden Abschnitten genauer erläutert.

Flüssigkeitsverteilung

Die Charakterisierung der Flüssigkeitsverteiler für unterschiedliche Aufgabesysteme auf dem Taktbandfilter erfolgt über den Maldistributionsfaktor M_f nach der in Abschnitt 6.1 beschriebenen Methode.

Zur Sammlung der Waschflüssigkeit wird dazu zunächst ein Charakterisierungstool konstruiert und mittels 3D-Druck hergestellt. Das Raster sowie die Dimensionen des verwendeten Charakterisierungstools (6x6) sind schematisch in Abbildung 8.20 dargestellt. Die mittlere 4x4-Matrix des Charakterisierungstools (rot umrandet) entspricht der Fläche der Probennahmeform, die für die Probenahme auf dem Taktbandfilter verwendet wird. Somit kann mit dem verwendeten Tool die Verteilung der Waschflüssigkeit innerhalb einer Zone (inkl. Randbereiche) des Taktbandfilters beschrieben werden.

Wie bereits in Abschnitt 6.1 erwähnt, ist die Untersuchung der Verteilung besonders für Waschprozesse wichtig, bei denen prozessbedingt kein Überstand auf dem Filterkuchen während der Wäsche gebildet werden kann. Zur Bestimmung des Maldistributionsfaktors werden die jeweiligen Flüssigkeitsverteiler über dem Charakterisierungstool angebracht. Abstand und Ausrichtung des Flüssigkeitsvertellers entspricht der Orientierung zum Filterkuchen während der Wäsche. Anschließend wird Waschflüssigkeit für eine definierte Zeit in das Charakterisierungstool dosiert. Die Zeit wird so lange wie möglich gewählt, ohne jedoch ein Überlaufen einer einzelnen Zelle zu erreichen. Der Maldistributionsfaktor M_f wird anschließend nach Gleichung 6.3 bestimmt. Insgesamt werden drei Versuche pro Flüssigkeitsverteiler durchgeführt. Zur Auswertung wird die mittlere Flächenbeladung der jeweiligen Zellen gebildet. Die Verteilungsspektren

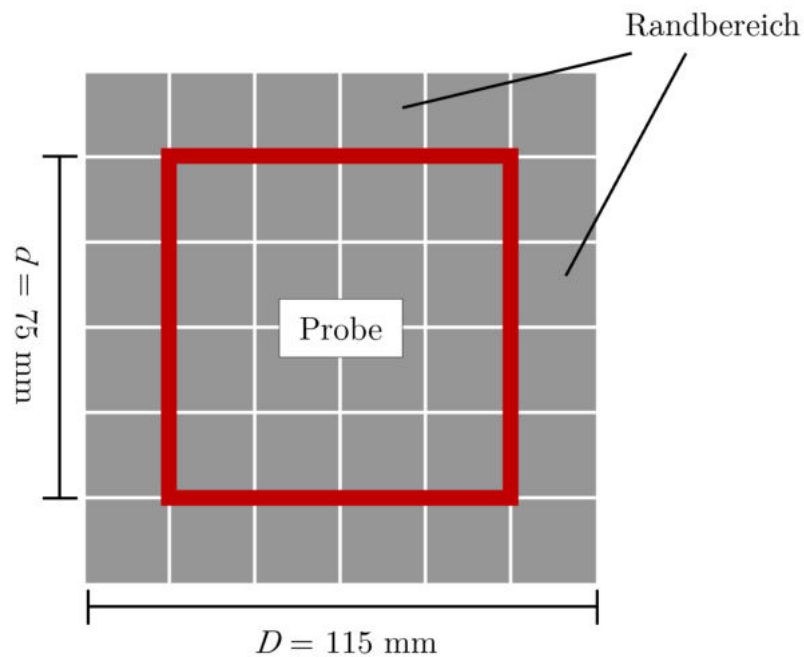
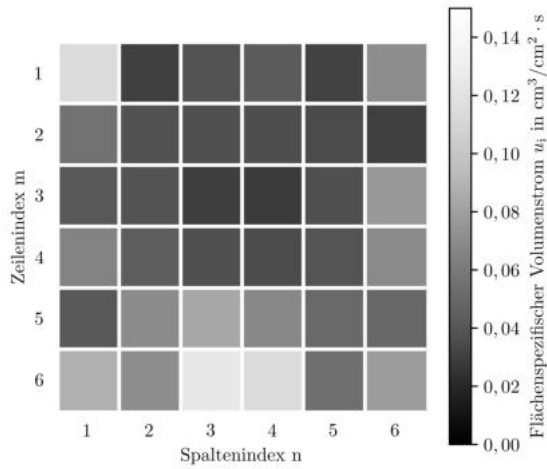


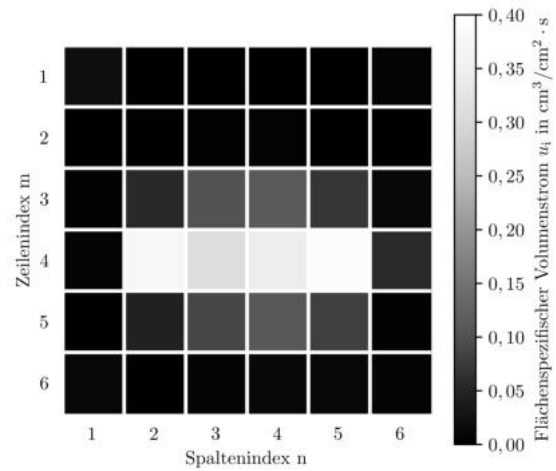
Abb. 8.20.: Verwendetes Raster zur Untersuchung der Verteilung der Waschflüssigkeit auf dem Taktbandfilter mit dem Maldistributionsfaktor M_f .

für unterschiedliche Flüssigkeitsverteiler sind in Abbildung 8.21 dargestellt. Die ermittelten Maldistributionsfaktoren folgen aus der Abbildungsbeschriftung.

a) Vollkegeldüse



b) Flachstrahldüse



c) Tropfplatte

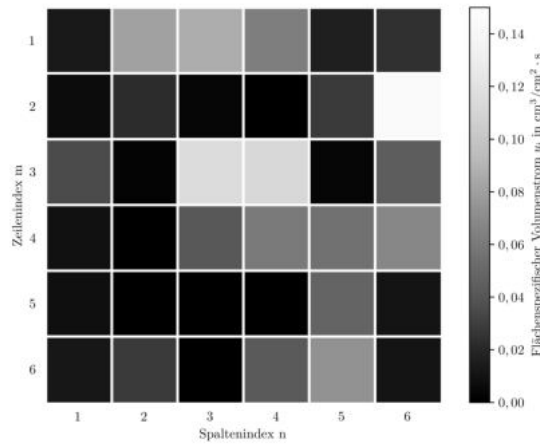


Abb. 8.21.: Sprühbilder bzw. Verteilungsspektren der auf dem Taktbandfilter untersuchten Flüssigkeitsverteiler (Maldistributionsfaktoren a): Vollkegeldüse $M_f = 0,374$, b): Flachstrahldüse $M_f = 1,189$, c): Tropfplatte $M_f = 0,853$).

Wie aus der Abbildung hervorgeht, weisen die untersuchten Flüssigkeitsverteiler unterschiedliche Verteilungsmuster auf. Der Maldistributionsfaktor unterscheidet sich dadurch ebenfalls. Das Sprühbild der Vollkegeldüse wirkt dabei im Vergleich zu den sonstigen Verteilern sehr homogen, was sich auch im niedrigen Maldistributionsfaktor $M_f = 0,374$ ausdrückt.

Die Flachstrahldüse sprüht die Waschflüssigkeit bauartbedingt linienförmig auf das Charakterisierungstool. Die Flüssigkeit wird dadurch vorwiegend in Zeile $m = 4$ gesammelt. Da im untersuchten Fall die Gesamtfläche einer Waschzone untersucht wird, ist der Maldistributionsfaktor mit einem Wert von $M_f = 1,189$ entsprechend hoch. Zur flächigen Bedeckung der Waschzone müssten somit mehrere Flachstrahldüsen verwendet werden. Die Bewertung der

Flachstrahldüse verdeutlicht, dass die Wahl der Bezugsfläche ausschlaggebend für die Ermittlung des Maldistributionsfaktors ist. Zum Vergleich unterschiedlicher Aufgabesysteme sollten daher eine konstante Gesamtfläche mit identischen Flächenanteilen gewählt werden.

Die Tropfplatte weist im Vergleich zur Vollkegeldüse eine inhomogenere Verteilung auf. Der ermittelte Maldistributionsfaktor beträgt $M_f = 0,853$. Ein Grund dafür ist, dass besonders bei geringen Volumenströmen ein Teil der Waschflüssigkeit an den Befestigungsschrauben der Tropfplatte abtropft und sich somit im Randbereich sammelt (z. B. in Zelle $m = 2$, $n = 6$). Im Rahmen der Untersuchungen wurde festgestellt, dass die Verteilung der Tropfplatte besonders vom verwendeten Volumenstrom abhängt. Der Maldistributionsfaktor bietet in diesem Fall die Möglichkeit, den optimalen Betriebspunkt bzw. einen sinnvollen Betriebsbereich hinsichtlich des verwendeten Dosiervolumenstroms zu quantifizieren.

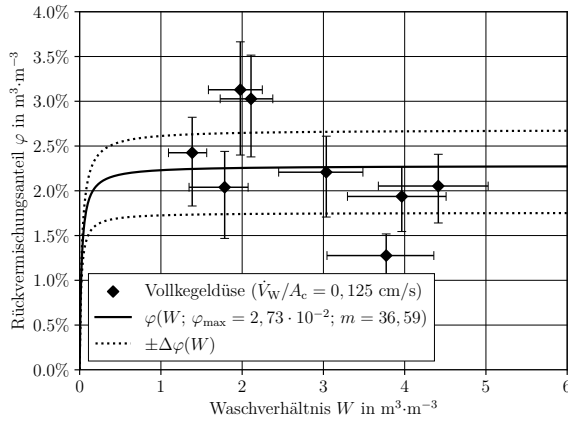
Die Bewertung der Flüssigkeitsverteiler mit Hilfe des Maldistributionsfaktors M_f ermöglicht einen quantitativen Vergleich verschiedener Aufgabesysteme. Sofern die Flüssigkeitsverteilung das Waschergebnis limitieren kann (z. B. auf Drehtrommelfiltern), bildet diese Methode ein einfaches Werkzeug zur Bewertung von Waschprozessen. Im untersuchten Fall sollte bevorzugt eine Vollkegeldüse verwendet werden, um eine möglichst homogene Verteilung zu gewährleisten.

Rückvermischungsanteil

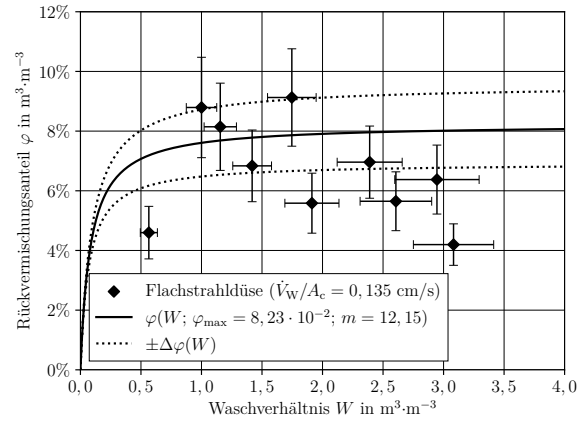
Bildet sich während der Wäsche ein Flüssigkeitsüberstand auf dem Filterkuchen, kann dadurch eine homogene Waschflüssigkeitsverteilung gewährleistet werden. Wie bereits in Abschnitt 6.2 beschrieben, kann in diesem Fall eine partielle Resuspendierung des Filterkuchens durch die damit verbundenen Kontamination der Waschflüssigkeit zur Limitierung des Waschergebnisses führen.

Zur Beurteilung des Ausmaßes der partiellen Resuspendierung wird der Rückvermischungsanteil $\varphi(W)$ für unterschiedliche Aufgabesysteme ermittelt. Das Versuchsvorgehen entspricht dabei jeweils der in Abschnitt 8.3.1 beschriebenen Prozedur. Die Waschflüssigkeit wird für verschiedene Flüssigkeitsverteiler und Waschverhältnisse W jeweils vollständig auf die Kuchenoberfläche dosiert. Zuvor wird durch Auslitern überprüft, welche Flüssigkeitsmenge im Bereich der Probennahmeform landet. Um einen möglichst realitätsnahen Fall abzubilden, dringt die Waschflüssigkeit im Vergleich zu den bisherigen Untersuchungen während der Wäsche in den Filterkuchen ein. Da die Waschzeit wesentlich länger als die Dosierzeit ist, kann der gebildete Flüssigkeitsüberstand direkt im Anschluss an die Dosierung problemlos zur Überstandsanalytik entnommen werden. Abbildung 8.22 zeigt die Rückvermischungskurven für die untersuchten Flüssigkeitsverteiler.

a) Vollkegeldüse



b) Flachstrahldüse



c) Tropfplatte

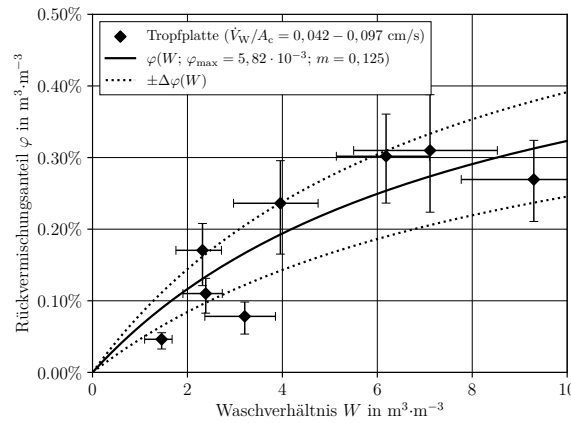


Abb. 8.22.: Resuspendierungskurven $\varphi(W)$ der auf dem Taktbandfilter untersuchten Flüssigkeitsverteiler (a): Vollkegeldüse, b): Flachstrahldüse, c): Tropfplatte).

Aus dem Vergleich der Resuspendierungskurven geht hervor, dass die untersuchten Flüssigkeitsverteiler den Filterkuchen unterschiedlich stark resuspendieren. Im Vergleich zu den Nutzenversuchen ist die Ermittlung des Rückvermischungsanteils φ mit größeren Abweichungen verbunden, was auf die schwankende Kuchenhöhe auf dem Taktbandfilter zurückzuführen ist. Die Anpassungskurven können den Verlauf der experimentellen Daten in jedem Fall gut beschreiben. Im Fall der untersuchten Düsen wäre es zur Vereinfachung zulässig, einen konstanten Rückvermischungsanteil von ca. 2,7% (Vollkegeldüse) bzw. 8,2% (Flachstrahldüse) anzunehmen.

Wie aus den Messdaten hervorgeht, führt die Tropfplatte zur geringsten Aufwirbelung des Filterkuchens mit Werten des Rückvermischungsanteils zwischen $\varphi \approx 0,1 - 0,3\%$. Durch die Vollkegeldüse wird bereits ein 10-faches Volumen des Filterkuchens aufgewirbelt. Mit der Flachstrahldüse werden die höchsten Rückvermischungsanteile erreicht ($\varphi \approx 4 - 9\%$).

Basierend auf den Ergebnissen kann ausgesagt werden, dass die Tropfplatte zur geringsten partiellen Resuspendierung und somit zur niedrigsten Kontamination der Waschflüssigkeit während der Aufgabe führt. Aus dem Vergleich mit dem Maldistributionsfaktor geht hervor, dass die Eignung eines Aufgabesystems besonders von den Prozessbedingungen abhängt.

Aus dem Vergleich der Flüssigkeitsverteiler kann also folgende Erkenntnis gewonnen werden: Sofern während der Wäsche ein Flüssigkeitsüberstand auf dem Filterkuchen vorliegt, sollte die Tropfplatte zur Dosierung ausgewählt werden (geringste Kuchenaufwirbelung). Falls kein Überstand vorliegt, empfiehlt sich die Verwendung einer Vollkegeldüse (homogenste Verteilung).

Waschkurven

Im folgenden Abschnitt soll der Einfluss der partiellen Resuspendierung mit Hilfe des Kolbenmodells nach Gl. 6.11 auf Basis der ermittelten Rückvermischungskurven überprüft werden. Die ermittelten Modell-Grenzkurven beschreiben dabei ein Waschlimit, das bedingt durch die Überstandskontamination nicht unterschritten werden kann.

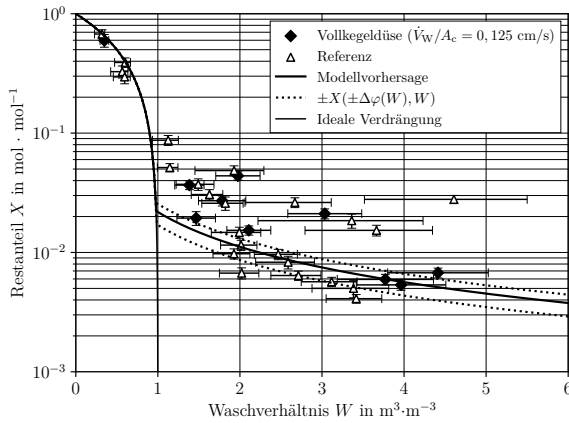
Zum Vergleich mit der Modellvorhersage werden experimentelle Untersuchungen auf dem Taktbandfilter durchgeführt. Die Versuchsdurchführung erfolgt identisch zur Ermittlung der entsprechenden Resuspendierungskurven. Der Kuchen wird mit dem verunreinigten Überstand gewaschen und anschließend analysiert. Die Ergebnisse der Waschversuche im Vergleich zur Modellvorhersage sind in Abbildung 8.23 dargestellt.

Die Modellkurven sagen für die untersuchten Flüssigkeitsverteiler unterschiedliche Waschlimits vorher. Wie unter Berücksichtigung der Resuspendierungsversuche zu erwarten, wird das Waschergebnis durch die Tropfplatte am wenigsten beeinflusst. Das Waschlimit liegt dabei im Bereich $X \approx 10^{-3}$. Aus dem Vergleich mit den experimentellen Daten geht hervor, dass die Messergebnisse im Rahmen der Messgenauigkeit der Referenzkurve entsprechen und deutlich über der durch die partielle Resuspendierung verursachten Grenzkurve liegen. Das Waschergebnis wird im Fall der Tropfplatte also nicht durch partielle Resuspendierung dominiert, sondern durch Dispersions- und Diffusionseffekte innerhalb des Filterkuchens. Die Tropfplatte ist somit gut zur gefluteten Wäsche geeignet.

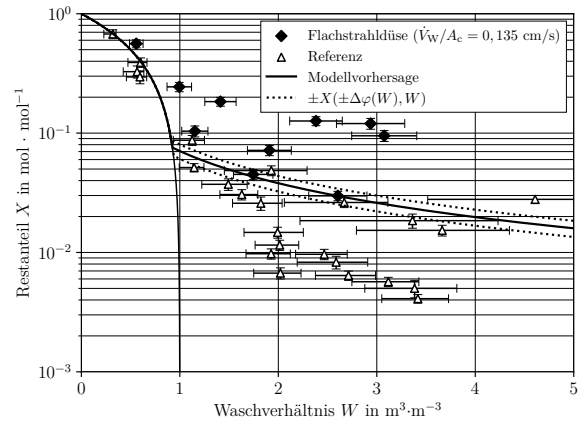
Im Fall der Vollkegeldüse liegt die Modellvorhersage im Rahmen der Messgenauigkeit auf der Referenzkurve. Die experimentellen Daten stimmen ebenfalls mit der Referenzkurve überein. Für die Vollkegeldüse kann im untersuchten Bereich daher kein negativer Einfluss durch partielle Resuspendierung festgestellt werden. In diesem Fall wird die Wäsche stattdessen durch die Stofftransportmechanismen (Konvektion, Dispersion, Diffusion) innerhalb des Filterkuchens limitiert.

Im Fall der Flachstrahldüse verläuft die Modellvorhersage oberhalb der Referenz, es wird also

a) Vollkegeldüse



b) Flachstrahldüse



c) Tropfplatte

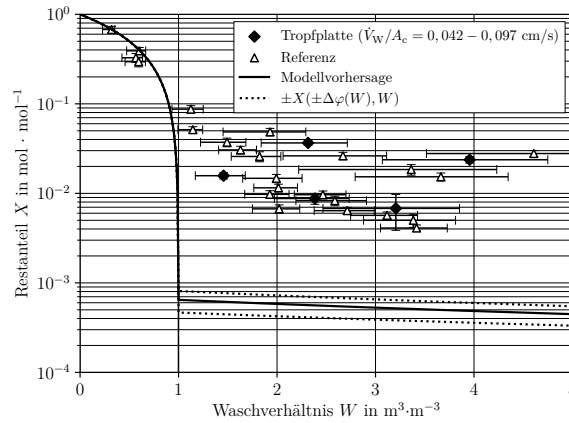


Abb. 8.23.: Resuspendierungskurven $\varphi(W)$ der auf dem Taktbandfilter untersuchten Flüssigkeitsverteiler (a): Vollkegeldüse, b): Flachstrahldüse, c): Tropfplatte).

eine Verschlechterung des Waschergebnisses durch eine dominierende partielle Resuspendierung vorhergesagt. Der Vergleich mit den experimentellen Daten zeigt, dass die Messdaten bis diesem Kurvenverlauf folgen bzw. die Modellvorhersage nicht unterschritten wird. Ausreißer zu schlechteren Waschergebnissen können auf Schwankungen der Versuchsparameter auf dem Taktbandfilter zurückgeführt werden.

Durch die Bewertung verschiedener Flüssigkeitsverteiler auf dem Taktbandfilter konnte gezeigt werden, dass die erarbeiteten Methoden und Modelle auch zur Anwendung auf industriellen Apparaten geeignet sind. Die Methoden bilden somit einfache Werkzeuge, um einen Waschflüssigkeitsprozess in besonderer Hinsicht der Waschflüssigkeitsaufgabe durch einen quantitativen Vergleich zu beurteilen.

9. Handlungsempfehlungen für die Praxis

Aus den erzielten Ergebnissen der Kapitel 4 bis 9 können Handlungsempfehlungen zum Umgang mit Imperfektionen bei Waschprozessen – auch im industriellen Maßstab – abgeleitet werden. Die erarbeiteten Punkte werden im folgenden Abschnitt stichpunktartig erläutert.

Es ist wichtig zu bemerken, dass diese größtenteils auf den Untersuchungen eines einzelnen Stoffsystems sowie eines einzelnen Apparatetyps basieren. Die Anwendbarkeit und Übertragbarkeit auf industrielle Waschprozesse muss individuell geprüft werden.

Waschflüssigkeitsaufgabe

- Filterkuchen liegt nicht geflutet vor (kein Waschflüssigkeitsüberstand): Eine möglichst homogene Verteilungscharakteristik des Aufgabesystems sollte sichergestellt werden. Eine Quantifizierung kann z. B. mit Hilfe des Maldistributionsfaktors M_f erfolgen.
- Filterkuchen liegt geflutet vor (mit Waschflüssigkeitsüberstand): Eine minimale partielle Kuchenresuspendierung sollte angestrebt werden. Die Quantifizierung erfolgt mit dem Rückvermischungsanteil φ .
- Eine (zumindest kurze) Vorentfeuchtung des Filterkuchens vor der Wäsche ist empfehlenswert, da diese die Waschflüssigkeitskontamination bedingt durch partielle Kuchenresuspendierung reduziert. Dies dient außerdem der Abgrenzung von Suspensions- und Waschflüssigkeit auf der Filterkuchenoberfläche.
- Um die Waschflüssigkeitskontamination bedingt durch partielle Kuchenresuspendierung zu reduzieren, sollte die Waschflüssigkeit in mehreren einzelnen Portionen aufgegeben werden, die den Filterkuchen nacheinander durchströmen.
- Das Anlegen einer Druckdifferenz während der Kuchenwäsche (gespannter Filterkuchen) reduziert die Auswirkungen partieller Kuchenresuspendierung auf das Waschergebnis.
- Die Waschflüssigkeitsaufgabe sollte mit möglichst niedrigem lokalem Volumenstrom erfolgen. Hohe Geschwindigkeiten beim Aufprall der Flüssigkeit auf den Filterkuchen begünstigen die partielle Kuchenresuspendierung.
- Dicke Filterkuchen sind weniger anfällig für die negativen Auswirkungen der partiellen Kuchenresuspendierung ($\varphi \propto 1/h_c$).

- Verunreinigungen an der Apparateperipherie (Suspensionszuleitung, Apparatewand, Flüssigkeitsverteiler...) können die Waschflüssigkeit kontaminieren und das Waschergebnis limitieren. Die Sauberkeit der Oberflächen, mit denen die Waschflüssigkeit in Kontakt kommt, sollte vor der Wäsche sichergestellt werden.

Kuchengeometrie und -struktur

- Die Entstehung unebener Kuchenoberflächen während der Kuchenbildung sollte durch eine gleichmäßige Verteilung der Suspension über der Filterfläche vermieden werden.
- Dicke Filterkuchen führen zu einer Vergleichmäßigung des Strömungsfelds, sodass die Auswirkung einer unebenen Kuchenoberfläche auf das Waschergebnis reduziert wird.
- Bei Auftreten unebener Kuchenoberflächen ist eine gleichmäßige Verteilung der Waschflüssigkeit sicherzustellen. Andernfalls sammelt sich Flüssigkeit an Orten geringer Kuchenhöhen an („Tal“) und Orte mit größerer Kuchenhöhe („Berg“) werden nicht von Waschflüssigkeit durchströmt.
- Eine nicht-geflutete Waschung mit einem Waschflüssigkeitsvolumenstrom unterhalb des geringsten lokalen Schluckvermögens kann bei ungleichmäßigen Kuchenhöhen zu einer Verbesserung des Waschergebnisses führen.
- Eine lokale partielle Kuchenresuspendierung sollte auch vermieden werden, um die Entstehung unebener Kuchenoberflächen auch während der Waschflüssigkeitsaufgabe zu vermeiden.
- Eine Vermessung der Kuchenoberfläche (z. B. mittels Laserscanner) ist insbesondere bei dünnen Kuchen sinnvoll, da bereits kleine, mit dem Auge kaum erkennbare Höhenunterschiede eine große Auswirkung auf das Waschergebnis haben können.
- Der Feststoffvolumenanteil c_v in der Suspension ist möglichst hoch zu wählen, um eine Entmischung der Partikel im Suspensionsüberstand und die daraus resultierende Deckschichtbildung während der Kuchenbildung zu vermeiden.
- Eine partielle Kuchenresuspendierung sollte vermieden werden, um die Entstehung einer Deckschicht auch nach der Waschflüssigkeitsaufgabe zu vermeiden.
- Um die Verschleppung von Feingut durch eine Ausbreitung der Suspension auf der Filterfläche zu vermeiden, ist eine gleichmäßige Suspensionsverteilung mit zügiger Kuchenbildung anzustreben.

Teil III.

Zusammenfassung der Forschungsergebnisse

10. Wissenschaftliche Zusammenfassung

Ziel des Forschungsprojekts „Systematisierung, Beschreibung und Bewertung von Imperfektionen bei der Durchströmungswäsche von Filterkuchen“ (01IF21688N, ehemals IGF-Nr. 21688 N) ist die qualitative und quantitative Beschreibung des Einflusses von Imperfektionen, die während Waschprozessen auftreten. Die Einflüsse dieser Effekte auf das Waschergebnis sind meist unbekannt, der Umgang mit Imperfektionen basiert meist auf Erfahrungen oder semi-quantitativen Untersuchungen.

In Vereinbarung mit dem projektbegleitenden Ausschuss werden die Einflüsse von Inhomogenitäten der Kuchengeometrie und -struktur, einem gehinderten Filtratablauf sowie Interaktionen der Waschflüssigkeit mit der Kuchenoberfläche systematisch untersucht. Die Untersuchung der Imperfektionen umfasst eine jeweilige Methodenentwicklung zur reproduzierbaren Erzeugung im Labormaßstab auf Vakuumnutschen, gefolgt von experimentellen Untersuchungen und einer entsprechenden Modellbildung. Die Forschungsergebnisse werden im Pilotmaßstab auf einem Labortaktbandfilter validiert.

Es werden experimentelle Methoden zur reproduzierbaren Bildung von Filterkuchen mit inhomogenen Kucheneigenschaften entwickelt. Dadurch kann der Einfluss einer inhomogenen Kuchengeometrie und -struktur voneinander getrennt werden. Es werden Filterkuchen mit unebener Kuchenoberfläche und Filterkuchen mit einer Deckschicht aus feinen Partikeln untersucht. Die Durchströmungswäsche wird durch unebene Kuchenoberflächen negativ beeinflusst. Farbversuche veranschaulichen, dass es im Fall unebener Kuchenoberflächen zu einem verfrühten Durchbruch der Waschflüssigkeit an der Kuchenunterseite kommt. Die Auswirkung auf das Waschergebnis wird durch Waschexperimente im Labor- und Pilotmaßstab gezeigt. Um die gleiche Kuchenreinheit zu erreichen, sind im Dispersions- und Diffusionsbereich z. T. deutlich höhere Waschverhältnisse notwendig.

Eine Deckschicht aus feinen Partikeln an der Kuchenoberseite führt zu einer starken Erhöhung der Waschzeit; das Waschergebnis bleibt im Rahmen der Messgenauigkeit unbeeinflusst.

Eine Beschreibung und Vorhersage der Waschergebnisse inhomogener Filterkuchen ist mithilfe eines dreidimensionalen Dispersionsmodells möglich. Durch eine Modellbildung, exemplarische Simulationen zum Einfluss inhomogener Kuchengeometrien und die Gegenüberstellung mit experimentellen Daten wird eine Validierung des physikalischen Beschreibungsansatzes durchgeführt. Der Vergleich mit experimentellen Daten zeigt eine gute Übereinstimmung.

Durch Aufstellung einer Szenarienanalyse wird der Einfluss verschiedener typischer Kuchenim-

perfektionen auf die Durchströmungswäsche bewertet.

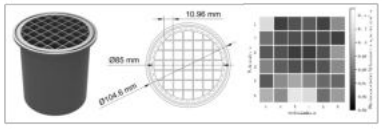
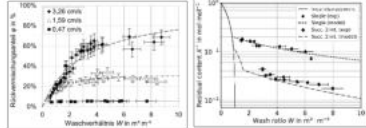
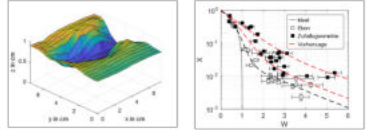
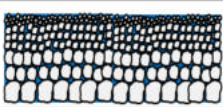
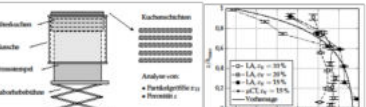
Effekt		Werkzeug / Methode	
Ungleichmäßige Verteilung der Waschflüssigkeit		Maldistributionsfaktor	
Aufwirbelung des Kuchens		Überstandsanalytik, Rückvermischungsanteil, Kolbenmodell	
Löcher/Berge in/auf dem Filterkuchen		Laserhöhenmessung, Dispersionsmodell	
Deckschicht auf dem Kuchen		Schichtanalyse, µCT-Messung, Dispersionsmodell	

Abb. 10.1.: Werkzeugkasten mit der Methodenentwicklung zur Beschreibung von Imperfektionen während der Durchströmungswäsche von Filterkuchen.

Die Untersuchung von Interaktionen der Waschflüssigkeit mit der Kuchenoberfläche zeigt, dass das Waschergebnis durch unterschiedliche Effekte dominiert bzw. limitiert werden kann. Liegt während der Wäsche kein Waschflüssigkeitsüberstand auf der Kuchenoberfläche vor, dominiert v.a. die Verteilungscharakteristik des verwendeten Aufgabesystems das Waschergebnis. Für diesen Fall wird gezeigt, dass die Flüssigkeitsverteilung quantitativ mit dem Maldistributionsfaktor M_f beschrieben werden kann, welcher eine dimensionslose Kennzahl zur quantitativen Beschreibung der Flüssigkeitsverteilung liefert.

Wird während der Wäsche ein Waschflüssigkeitsüberstand gebildet, kann das Waschergebnis durch die Auswirkung einer partiellen Kuchenresuspendierung limitiert werden. Zur quantitativen Beschreibung des Ausmaßes der partiellen Resuspendierung dient der Rückvermischungsanteil φ . Durch quantitative experimentelle Untersuchungen wird gezeigt, dass der Rückvermischungsanteil durch die Variation verschiedener Prozessparameter beeinflusst werden kann (Intervallanzahl, Auftreffgeschwindigkeit, Kuchensättigung, Druckdifferenz). Es wird gezeigt, dass die Waschflüssigkeitskontamination v.a. durch partielle Resuspendierung hervorgerufen wird und Diffusionseffekte aus dem Kuchen in den Flüssigkeitsüberstand eine vernachlässigbare Rolle spielen.

Der Einfluss der partiellen Resuspendierung auf das Waschergebnis wird anhand experimenteller Waschkurven im Labormaßstab gezeigt. Die Anwendung eines entwickelten Kolbenmodells

ermöglicht die Vorhersage von Grenzwerten für die Durchströmungswäsche basierend auf dem Rückvermischungsanteil φ und wird erfolgreich mit Experimenten validiert. Das vorgestellte Modell ermöglicht auch die Berücksichtigungen von Apparateverunreinigungen, die zur Kontamination der Waschflüssigkeit führen.

Abb. 10.1 fasst die während des Projekts entwickelten Methoden zusammen. Diese machen die untersuchten Imperfektionen beschreibbar und damit (in ihren Auswirkungen) beherrschbar. Dies fördert die Beurteilungs- und Bewertungskompetenz für den Einfluss von Imperfektionen auf die Durchströmungswäsche.

Die erarbeiteten Forschungsergebnisse ermöglichen die Bewertung von Realeffekten im Labor und im industriellen Umfeld und liefern Handreichungen zum Umgang mit diesen. Die quantitative Beschreibung von Imperfektionen ermöglicht eine frühzeitige Abschätzung des jeweiligen Einflusses auf das Waschergebnis. Dadurch können unerwünschte Abweichungen vom angestrebten Betrieb frühzeitig erkannt und minimiert werden. Die Forschungsergebnisse tragen somit zu einer verbesserten Prozessauslegung und -optimierung bei. Dadurch können unvorhergesehene Kosten durch Abweichungen des Waschflüssigkeitsbedarfs, der Apparate- sowie Filtrataufbereitungskosten reduziert werden.

11. Organisatorische Zusammenfassung

11.1. Ergebnistransfer in die Wirtschaft

Während der Projektlaufzeit werden Transfermaßnahmen der Ergebnisse durchgeführt und nach Abschluss des Projekts sind weitere Transfermaßnahmen geplant. Diese sind in Tabelle 11.1 und 11.2 dargestellt.

Tabelle 11.1.: Während der Projektlaufzeit durchgeführte Transfermaßnahmen.

Maßnahme	Ziel	Ort	Datum
Treffen mit dem projektbegleitenden Ausschluss	Vorstellung, Diskussion und Bewertung der Zwischenergebnisse, Rücksprache zum weiteren Vorgehen	Forschungsstelle	20.07.2021, 14.01.2022, 11.07.2022, 08.03.2023, 17.01.2024
Poster auf Fachtreffen, -tagungen, -messen	Streuung der Ergebnisse	Fachausschuss MFA (4x), Filtech (2x)	21.02.2022, 10.03.2023, 27.02.2024, 09.03.2022, 14.02.2023
Fachvorträge auf Fachtreffen, -tagungen, -messen	Streuung der Ergebnisse	Fachausschuss MFA (2x), Filtech (3x), World Filtration Congress 13 (2x)	21.02.2022, 10.03.2023, 27.02.2024, 09.03.2022, 14.02.2023, 05.10.2022
Austausch mit Mitgliedern des PA	Diskussion der Forschungsergebnisse	TIB Chemicals, BASF, BHS Sonthofen	10.08.2023, 19.04.2023, 27.02.2024

Austausch mit Forschungseinrichtungen	Diskussion der Forschungsergebnisse	TU Bergakademie Freiberg, Karlsruher Institut für Technologie	18.01.2022, 26.05.2022, 07.12.2022, 11.01.2023, 25.09.2023, 30.10.2023, 17.11.2023
Einbindung von Studierenden in Projekt- und Abschlussarbeiten	Schaffung von Multiplikatoren	Forschungsstelle	01.06.2021 bis 31.06.2024
Publikationen in Fachzeitschriften	Streuung der Ergebnisse	Chemie Ingenieur Technik (2x), Separation and Purification Technology (1x), Chemical Engineering Science (1x)	2024

Tabelle 11.2.: Nach der Projektlaufzeit geplante Transfermaßnahmen.

Maßnahme	Ziel	Ort	Datum
Publikationen	Streuung der Ergebnisse	Fachzeitschriften	in Vorbereitung
Fachvorträge auf Fachtreffen, -tagungen, -messen	Streuung der Ergebnisse	Filtech	12.11.2024
Übernahme der Ergebnisse in die akad. Lehre	Schaffung von Multiplikatoren	Forschungsstelle	laufend
Vorhalten der exp. und simulations-techn. Vorgehensweise	Schnelle Umsetzung eines industriellen Klärungsbedarfs	Forschungsstelle	laufend

11.2. Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen für KMU

Die erzielten Ergebnisse dieses Projekts sind in erster Linie für die Hersteller und Betreiber von kontinuierlichen Filtern relevant, die größtenteils kleine und mittlere Unternehmen (KMU) sind. Gerade aufgrund begrenzter Forschungsmöglichkeiten von KMU profitieren sie besonders von den Forschungsergebnissen. Auch Zulieferfirmen wie Filtertuchhersteller, Betriebe des Sondermaschinenbaus und Vakuumpumpenhersteller profitieren indirekt.

In der heutigen Zeit des weiter fortschreitenden Klimawandels gewinnen ressourcenschonende, ökologisch und wirtschaftlich nachhaltige Verfahren zur Rohstoffgewinnung, Herstellung von Produkten oder Recycling zunehmend an Bedeutung. Durch eine verbesserte Methodik der Auslegung und die Möglichkeit der gezielten Prozessoptimierung ergeben sich durch das Forschungsvorhaben verschiedene Vorteile.

Die experimentellen Untersuchungen liefern erstmals ein phänomenologisches Verständnis für das Waschen von inhomogenen Filterkuchen sowie für den Einfluss der Waschflüssigkeitsaufgabe auf das Waschergebnis. Neben der Untersuchung des Wascherfolgs (Restanteil einer gelösten Komponente als Funktion des Waschverhältnisses) ist auch die Betrachtung der Waschzeit für den Betrieb und die Auslegung von Bedeutung. Experimentelle Ergebnisse zeigen, dass unter Kenntnis der Auswirkung verschiedener Imperfektionen die Quantifizierung des Einsparpotentials der verwendeten Waschflüssigkeit möglich ist. Die Einsparung von Waschflüssigkeit führt zu einer Reduzierung des kostspieligen thermischen Energiebedarfs in den Nachfolgeprozessen (z. B. Destillation, Kuchentrocknung, usw.), da weniger Filtrat anfällt. Durch eine verbesserte Wascheffizienz können Deponierungskosten durch die Verringerung von Verunreinigungen im Filterkuchen minimiert werden.

Die erzielten Ergebnisse zeigen, dass die gleiche Zielrestbeladung durch Prozessoptimierung und daraus resultierende Vermeidung von Imperfektionen auf einem kontinuierlichen Filter erreicht werden kann. Diese Szenarien unterscheiden sich jedoch hinsichtlich der benötigten Waschzeit, der Apparategröße, der erforderlichen Menge an Waschflüssigkeit und somit auch der Verdünnung des Mutterfiltrats. I. d. R. gibt es jedoch keinen verfahrenstechnisch optimalen Weg, sondern es stehen verschiedene Verfahrensstrategien zur Auswahl, um den Waschprozess kosteneffizient zu betreiben. Die Auswahl der Prozessführung des Anlagenbauers und des Betreibers ergibt sich somit aus der spezifischen Kostenstruktur und den lokalen Randbedingungen.

11.3. Realisierbarkeit des Transferkonzepts

Bereits während der Projektlaufzeit wurde der Transfer von Ergebnissen erfolgreich umgesetzt. Neben den geplanten Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses fanden auch Vorträge in verschiedenen Unternehmen statt, darunter auch in KMU. Die angestrebten Präsentationen auf Fachmessen wurden erfolgreich durchgeführt. Studierende der Hochschule Mannheim wurden aktiv in das Forschungsprojekt einbezogen, was zu zahlreichen abgeschlossenen studentischen Arbeiten führte, darunter Studien-, Projekt-, Bachelor- und Masterarbeiten.

Es wurde der Kontakt zur TU Bergakademie Freiberg und dem Karlsruher Institut für Technologie gepflegt, und regelmäßige Treffen ermöglichten Diskussionen und Bewertungen der präsentierten Forschungsergebnisse. Die geplanten Transfermaßnahmen nach Abschluss des Projekts gelten als realistisch. Publikationen befinden sich bereits in Vorbereitung, und auch weitere internationale Fachvorträge wurden eingereicht.

Die Ergebnisse des Forschungsprojekts wurden in die Lehre des Instituts für Mechanische Verfahrenstechnik (IMV) integriert. Darüber hinaus werden die Ergebnisse, Methoden und Berechnungsmodelle für interessierte KMUs bereitgehalten, um eine schnelle Umsetzung industriellen Klärungsbedarfs zu ermöglichen.

11.4. Verwendung der Zuwendungen

- Wissenschaftlich-technisches Personal (Angestellte/r mit abgeschlossener wissenschaftlicher Ausbildung HPA-A): Das Projekt wurde von insgesamt zwei Ingenieuren in Teilzeit (50 %) mit dem Abschluss Master of Science bearbeitet. Herr Henn hatte einen Beschäftigungszeitraum von 15 PM und Herr Sauer einen Beschäftigungszeitraum von 15 PM, womit es insgesamt auf einen Beschäftigungszeitraum von 30 PM kommt.
- Wissenschaftlich-technischer Angestellter (Angestellte/r mit staatlicher Ausbildung zum Techniker HPA-C): Als Unterstützung zum wissenschaftlich-technischem Personal wurde ein Ingenieur mit dem Abschluss Bachelor of Science in einem Zeitraum von 9 PM angestellt.
- Hilfskraft: Studentische Hilfskräfte wurden nach Notwendigkeit für Routinearbeiten im Rahmen der beantragten Personenmonate (8,32 PM) eingesetzt.
- Leistungen Dritter: Keine.

Die Projektlaufzeit wurde in Absprache mit dem projektbegleitenden Ausschuss und dem Projektträger kostenneutral bis einschließlich zum 30.06.2024 verlängert.

11.5. Gegenüberstellung der Ergebnisse mit den Zielsetzungen des Forschungsantrags

AP1 Umbau/Anpassung der Messapparatur, Charakterisierung der Versuchsmaterialien	• Variantenstudie zur Auswahl von Imperfektionen wurde durchgeführt • Die Anlage wurde aufgebaut und in Betrieb genommen • Die Messvorgehensweise wurde erarbeitet und angepasst • Versuchsmaterialien wurden beschafft, charakterisiert und hinsichtlich der Eignung für Filtrations- und Waschversuche getestet. • Versuchsbedingungen wurden festgelegt	Abgeschlossen
AP2 Untersuchung von Geometrie- und Strukturimperfektionen im Labormaßstab	• Qualitative und quantitative exp. Untersuchungen durchgeführt • Theoretischer Beschreibungsansatz der Auswirkung auf die Wäsche entwickelt und validiert • Bewertungsgrundlage geschaffen und Empfehlungen abgeleitet	Abgeschlossen
AP3 Untersuchung zur Waschflüssigkeitsaufgabe	• Qualitative und quantitative exp. Untersuchungen durchgeführt • Verschiedene Aufgabesysteme verglichen • Theoretischer Beschreibungsansatz entwickelt und validiert • Parameterstudie durchgeführt	Abgeschlossen
AP4 Untersuchungen zu Imperfektionen am Filtratablauf	• Qualitative und quantitative exp. Untersuchungen durchgeführt	Abgeschlossen
AP5 Inbetriebnahme eines Pilotbandfilters für weiterführende Untersuchungen	• Anlagen an Anforderungen angepasst • Inbetriebnahme des Filters erfolgreich • Quantitative Untersuchungen durchgeführt • Vergleich mit den Erkenntnissen aus dem Labormaßstab	Abgeschlossen
AP6 Ableitung übergreifender Empfehlungen	• Einflüsse von Prozessparameters in Kombination mit versch. Imperfektionen auf das Waschergebnis abgeleitet • Bewertung der Aussagegenauigkeit mittels Größtfehlerrechnung und Fehlerangabe aller Messergebnisse • Variantenstudien durchgeführt	Abgeschlossen

Alle im ursprünglichen Projektantrag angestrebten Meilensteine wurden erreicht.

11.6. Begründung der Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Hiermit bestätigt die Forschungsstelle, dass sämtliche durchgeführten Arbeiten notwendig und angemessen waren. Die Mittel und das Personal wurden zielgerichtet und den jeweiligen Aufgaben entsprechend eingesetzt. Die Bearbeitung der Arbeitspakete orientierte sich an dem im Forschungsantrag festgelegten Zeitplan.

Der experimentelle Aufwand für die Durchführung der Waschversuche erwies sich als hoch. Die komplexe Versuchsdurchführung, insbesondere bei geringen Filterkuchenhöhen, erforderte eine schnelle Abfolge der Versuchsschritte. Um zuverlässige und reproduzierbare Messdaten zu gewährleisten, wurde ein kontinuierlicher Verbesserungsprozess an der Anlage durchgeführt. Dies führte zu längeren Einarbeitungsphasen für studentische Arbeiten.

Für eine Analyse unterschiedlicher Kuchengeometrien wurde nach Rücksprache mit dem Projektausschuss ein neues Messsystem auf Basis einer Lasermessung im Labor- und Pilotmaßstab entwickelt und in Betrieb genommen. Die Modellbildung und die technische Umsetzung im Programm waren äußerst aufwändig und erforderten mehrere Anläufe, bis physikalisch sinnvolle Lösungsansätze gefunden wurden. Insbesondere stellte sich die mehrdimensionale Beschreibung der Filterkuchenwaschung als zeitaufwändiger heraus als ursprünglich geplant, konnte aber erfolgreich erreicht werden.

11.7. Übersicht veröffentlichter Arbeiten

Liste der Konferenzbeiträge:

- H. Henn, F. Sauer, B. Hoffner – Interaktion der Waschflüssigkeit mit der Filterkuchenoberfläche, Jahrestreffen der ProcessNet Fachgruppe Mechanische Flüssigkeitsabtrennung, 20.-21.02.2022, Leipzig, Deutschland.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Einfluss der Filterkuchengeometrie auf das Waschverhalten, Jahrestreffen der ProcessNet Fachgruppe Mechanische Flüssigkeitsabtrennung, 20.-21.02.2022, Leipzig, Deutschland.
- H. Henn, F. Sauer, B. Hoffner – Impact of cake imperfections during displacement washing processes, FILTECH 2022, 08.-10.03.2022, Köln, Deutschland.

- H. Henn, F. Sauer, B. Hoffner – Imperfections in wash liquid application during displacement cake washing processes, FILTECH 2022, 08.-10.03.2022, Köln, Deutschland.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Impact of geometric cake Imperfections on displacement cake washing, FILTECH 2022, 08.-10.03.2022, Köln, Deutschland.
- H. Henn, F. Sauer, B. Hoffner – Application of wash liquid: The hinge point for a good filter cake washing, WFC 13, 05.-07.10.2022, San Diego, USA.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Impact of Geometrically Imperfect Filter Cakes on the Filter Cake Washing Process, WFC 13, 05.-07.10.2022, San Diego, USA.
- H. Henn, F. Sauer, B. Hoffner – Wash liquid application: A blind spot of cake washing, FILTECH 2023, 14.-16.02.2023, Köln, Deutschland.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Displacement washing of inhomogeneous filter cakes, FILTECH 2023, 14.-16.02.2023, Köln, Deutschland.
- H. Henn, F. Sauer, B. Hoffner – Einfluss der partiellen Resuspendierung von Filterkuchen bei der Durchströmungswäsche, Jahrestreffen der ProcessNet Fachgruppe Mechanische Flüssigkeitsabtrennung, 08.-09.03.2023, Frankfurt, Deutschland.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Durchströmungswäsche von Filterkuchen mit inhomogener Geometrie, Jahrestreffen der ProcessNet Fachgruppe Mechanische Flüssigkeitsabtrennung, 08.-09.03.2023, Frankfurt, Deutschland.
- H. Henn, F. Sauer, B. Hoffner – Einfluss der partiellen Resuspendierung von Filterkuchen auf das Waschergebnis, Jahrestreffen der ProcessNet Fachgruppe Mechanische Flüssigkeitsabtrennung, 27.-28.02.2024, Frankfurt, Deutschland.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Durchströmungswaschung inhomogener Filterkuchen: Übertragung von Labor- auf Pilotmaßstab und Bedeutung für die Praxis, Jahrestreffen der ProcessNet Fachgruppe Mechanische Flüssigkeitsabtrennung, 27.-28.02.2024, Frankfurt, Deutschland.
- H. Henn, F. Sauer, B. Hoffner – Displacement Meets Dilution: A Generalized Dilution Washing Theory, FILTECH 2024, 12.-14.11.2024, Köln, Deutschland.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Influence of irregular filter cake geometry on mechanical dewatering in a gas differential pressure field, FILTECH 2024, 12.-14.11.2024, Köln, Deutschland.

Liste der Publikationen:

- H. Henn, F. Sauer, U. Peuker, B. Hoffner – Quantitative Beschreibung der partiellen Kuchenresuspendierung bei der Filterkuchenwäsche im Labormaßstab, Chemie Ingenieur Technik, 2024.
- F. Sauer, H. Henn, U. Peuker, B. Hoffner – Experimentelle Methodenentwicklung zur Bildung von Filterkuchen mit inhomogener Kuchengeometrie, Chemie Ingenieur Technik, 2024.
- F. Sauer, H. Henn, U. Peuker, B. Hoffner – Experimental Study on Mechanical Dewatering and Displacement Washing of Filter Cakes with Inhomogeneous Cake Geometry, Separation and Purification Technology, 2024.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Predicting the wash behaviour of filter cakes with inhomogeneous cake geometry on a macroscopic scale, Chemical Engineering Science, 2024.

Nach der Projektlaufzeit angestrebte Publikationen (jeweils Arbeitstitel):

- H. Henn, F. Sauer, U. Peuker, B. Hoffner – The Impact of Partial Cake Reslurrying on Displacement Washing, eingereicht im 1. Quartal 2024.
- F. Sauer, H. Henn, U. Peuker, B. Hoffner – Displacement washing of filter cakes with a fine particle top layer, eingereicht im 3. Quartal 2024.
- F. Sauer, H. Henn, B. Hoffner – Modelling approach to mechanical gas dewatering of filter cakes with non-uniform cake height, eingereicht im 3. Quartal 2024.
- H. Henn, F. Sauer, U. Peuker, B. Hoffner – Model based prediction of wash limits as a consequence of partial cake reslurrying, angestrebter Einreichungszeitraum: 4. Quartal 2024.

Literaturverzeichnis

- [1] W. Bender. „Filtrieren, Auswaschen und Entfeuchten feindisperser Feststoffe“. In: *Chemie Ingenieur Technik* 48.4 (1976), S. 270–281.
- [2] Wolfgang Bender. „Das Auswaschen von Filterkuchen“. In: *Chemie Ingenieur Technik* 55.11 (1983), S. 823–829. DOI: 10.1002/cite.330551102.
- [3] H. Brenner. „The diffusion model of longitudinal mixing in beds of finite length. Numerical values“. In: *Chemical Engineering Science* 17.4 (1962), S. 229–243.
- [4] A. Brückner, T. Sprott und B. Hoffner. *Prozessführung und Auslegungsstrategie für die mehrstufige Filterkuchenwäsche auf kontinuierlichen Filtern im Gasdifferenzdruckfeld*. Hrsg. von Institut für Mechanische Verfahrenstechnik. Mannheim, 2020.
- [5] A. Brückner, T. Sprott und B. Hoffner. *Simulationsgestützte Untersuchung und Validierung der realen mehrstufigen Filterkuchenwäsche*. Hrsg. von Institut für Mechanische Verfahrenstechnik. Mannheim, 2021.
- [6] P. V. Danckwerts. „Continuous flow systems. Distribution of residence times“. In: *Chemical Engineering Science* 50.24 (1953), S. 3855. DOI: 10.1016/0009-2509(96)81810-0.
- [7] Henry Darcy. *Les fontaines publiques de la ville de Dijon: Exposition et application des principes à suivre et des formules à employer dans les questions de distribution d’eau*. Victor Dalmont, 1856.
- [8] J. J. Fried und M. A. Combarous. „Dispersion in Porous Media“. In: Bd. 7. *Advances in Hydroscience*. Elsevier, 1971, S. 169–282. DOI: 10.1016/B978-0-12-021807-3.50008-4.
- [9] Florian Hanusch, Sebastian Rehfeldt und Harald Klein. „Liquid Maldistribution in Random-Packed Columns: Experimental Investigation of Influencing Factors“. In: *Chemical Engineering & Technology* 41.11 (2018), S. 2241–2249. DOI: 10.1002/ceat.201800467.
- [10] D. R. F. Harleman und R. R. Rumer. „Longitudinal and lateral dispersion in an isotropic porous medium“. In: *Journal of Fluid Mechanics* 16.03 (1963), S. 385. DOI: 10.1017/S0022112063000847.
- [11] Hendrik Simon Henn u. a. „Quantitative Beschreibung der partiellen Kuchenresuspendierung bei der Filterkuchenwäsche“. In: *Chemie Ingenieur Technik* (). DOI: 10.1002/cite.202300126.
- [12] Jürgen Heuser. „Filterkuchenwaschprozesse unter besonderer Berücksichtigung physikalisch-chemischer Einflüsse“. Dissertation. Universität Fridericiana Karlsruhe, 2003.

- [13] Pieter Jan Hoek, F.J. Zuiderweg und J.A. Wesselingh. „Small scale and large scale liquid maldistribution in packed columns“. In: *Chemical engineering research & design* 64 (1986), S. 431–449.
- [14] Bernhard Hoffner. „Ein neuartiges Verfahren zur Feststoffwaschung – Die Anwendung des Wanderbetts zur hochgradigen Aufreinigung partikulär-disperser Systeme“. Dissertation. Universität Fridericiana Karlsruhe, 2005.
- [15] Ephraim Kehat, Arie Lin und Abraham Kaplan. „Clogging of Filter Media“. In: *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development* 6.1 (1967), S. 48–55. DOI: 10.1021/i260021a009.
- [16] Josef Alexander Kozeny. „Über kapillare Leitung des Wassers im Boden“. In: *Sitzungsberichte der Akademie der Wissenschaften in Wien* (1927).
- [17] M. T. Kuo. „Filter cake washing performance“. In: *AIChE Journal* 6.4 (1960), S. 566–568. DOI: 10.1002/aic.690060412.
- [18] D. R. Lide, Hrsg. *CRC handbook of chemistry and physics: A ready-reference book of chemical and physical data*. 86. ed. Boca Raton: CRC Press, 2005.
- [19] E. Löwer u. a. „Study on the influence of solids volume fraction on filter cake structures using micro tomography“. In: *Powder Technology* 363 (2020), S. 286–299. DOI: 10.1016/j.powtec.2019.12.054.
- [20] Ioannis Nicolaou. *Fortschritte in Theorie und Praxis der Filterkuchenbildung und -entfeuchtung durch Gasdruckdifferenz: Zugl.: Karlsruhe, Univ., Habil.-Schr., 1996*. Als Ms. gedr. Bd. 583. Fortschritt-Berichte VDI Reihe 3, Verfahrenstechnik. Düsseldorf: VDI-Verl., 1999.
- [21] T. H. Pham. „Experimental Investigation on Crack Formation in Filter Cakes with Wide Particle Size Distribution“. Diss. Freiberg: Technische Universität Bergakademie Freiberg, 2021.
- [22] F. Sauer, H. Henn und B. Hoffner. „Predicting the wash behaviour of filter cakes with inhomogeneous cake geometry on a macroscopic scale“. In: *Chemical Engineering Science* (2024), S. 120484. DOI: 10.1016/j.ces.2024.120484.
- [23] Florian Sauer u. a. „Experimentelle Methodenentwicklung zur Bildung von Filterkuchen mit inhomogener Kuchengeometrie“. In: *Chemie Ingenieur Technik - CIT* (2024).
- [24] Helmar Schubert. „Kapillardruck und Zugfestigkeit von feuchten Haufwerken aus körnigen Stoffen“. In: *Chemie Ingenieur Technik - CIT* 45.6 (1973), S. 396–401. DOI: 10.1002/cite.330450613.

- [25] Helmar Schubert. *Kapillarität in porösen Feststoffsystemen*. Berlin: Springer, 1982.
- [26] Thomas Sprott, Andreas Brückner und Bernhard Hoffner. „Modellbildung und Simulation der mehrstufigen Filterkuchenwäsche im Gegenstrom“. In: *Chemie Ingenieur Technik* 93.10 (2021), S. 1573–1580. DOI: 10.1002/cite.202100078.
- [27] A. Tomiak. „Solid/liquid washing theory: Calculations for nonequilibrium stages“. In: *AIChE Journal* 30.1 (1984), S. 15–20. DOI: 10.1002/aic.690300104.
- [28] Verein Deutscher Ingenieure. *VDI 2762: Blatt 2*. 2010.
- [29] Richard Wakeman. „Diffusional Extraction from Hydrodynamically Stagnant Regions in Porous Media“. In: *The Chemical Engineering Journal* 11 (1976), S. 39–56.
- [30] Richard Wakeman und G. J. Attwood. „Simulations of dispersion phenomena in filter cake washing“. In: *Transactions of the Institution of Chemical Engineers* 68 (1990).
- [31] Richard Wakeman und A. Rushton. „A structural model for filter cake washing“. In: *Chemical Engineering Science* 29 (1974), S. 1857–1865.
- [32] Markus Wilkens und Urs A. Peuker. „Grundlagen und aktuelle Entwicklungen der Filterkuchenwaschung“. In: *Chemie Ingenieur Technik* 84.11 (2012), S. 1873–1884. DOI: 10.1002/cite.201200095.
- [33] Runchen Zhao u. a. „Granular impact cratering by liquid drops: Understanding raindrop imprints through an analogy to asteroid strikes“. In: *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 112.2 (2015), S. 342–347. DOI: 10.1073/pnas.1419271112.

Anhang

A.1. Projektplan

Zeitraum Monat	1. Jahr												2. Jahr												3. Jahr						Monate Σ																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																		
	#1												#2												#3							#4						#5						#6																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																					
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																			
AP1																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																	

A.2. Fehlerrechnung und Annahmen

Die im Forschungsbericht gezeigten Fehlerbalken ergeben sich aus einer Bestimmung des Größtfehlers auf Basis direkter Messgrößen, sofern nicht anders angegeben. Der Größtfehler resultiert aus den maximalen Messunsicherheiten der jeweiligen direkten Messgrößen, die sich aus statistischen und systematischen Abweichungen zusammensetzen. Die jeweiligen Abweichungen ergeben sich dabei entweder aus Abschätzungen, Angaben des jeweiligen Messgeräteherstellers oder statistischen Erhebungen der Messungenauigkeiten.

Die Ermittlung des Größtfehlers wird exemplarisch für das Waschverhältnis W erläutert. Der Größtfehler einer indirekten Messgröße (z. B. das Waschverhältnis W) folgt aus der Bildung des totalen Differentials deren Funktion, mit welcher die indirekte Messgröße durch direkte Messgrößen bestimmt werden kann. Im Falle des Waschverhältnisses W wird dieser Zusammenhang mit Gl. A.1 beschrieben.

$$W = \frac{m_W / \rho_l}{\pi / 4 d_c^2 h_c - m_s / \rho_s} \quad (\text{A.1})$$

Der Größtfehler für das Waschverhältnis W kann folglich durch die Bildung des totalen Differentials von Gl. A.1 mit Gl. A.2 bestimmt werden.

$$dW = \frac{\partial W}{\partial m_W} dm_W + \frac{\partial W}{\partial \rho_l} d\rho_l + \frac{\partial W}{\partial d_c} dd_c + \frac{\partial W}{\partial h_c} dh_c + \frac{\partial W}{\partial m_s} dm_s + \frac{\partial W}{\partial \rho_s} d\rho_s \quad (\text{A.2})$$

Die Gleichung enthält die partiellen Ableitungen von Gl. A.1 nach der jeweiligen direkten Messgröße sowie deren maximale Messabweichungen. Die maximale Messabweichung einer Messgröße kann durch die Addition der Beträge der jeweilig auftretenden relativen oder absoluten Messabweichungen gebildet werden. Die für die Berechnung des Größtfehlers angenommenen Messabweichungen gehen aus Tabelle A.1 hervor.

Tabelle A.1.: Messabweichungen zur Berechnung des Größtfehlers für unterschiedliche indirekte Messgrößen.

Messabweichung	Wert	Symbol und Einheit
An Nutschenrand und Aufgabevorrichtung verbleibende Waschflüssigkeitsmasse	1,4	Δm_W in g

In Handabsaugpumpe verbleibende Waschflüssigkeitsmasse	1,5	Δm_W in g
Im Messbecher verbleibende Waschflüssigkeitsmasse	0,2	Δm_W in g
Dosierschwankungen des Druckbehälters	0,025	$\Delta m_W / m_W$ in g/g
Höhenmessung mit Tiefenmessschieber	0,047	Δh_c in cm
Nutschendurchmesser	0,001	Δd_c in cm
Abweichung des Temperatursensors	0,1	ΔT in K
Statistischer Fehler feine LF-Sonde ($\kappa < 300 \mu\text{S/cm}$)	0,02	$\Delta \kappa / \kappa$ in $(\mu\text{S/cm})/(\mu\text{S/cm})$
Systematischer Fehler feine LF-Sonde ($\kappa < 300 \mu\text{S/cm}$)	0,005	$\Delta \kappa / \kappa$ in $(\mu\text{S/cm})/(\mu\text{S/cm})$
Statistischer Fehler grobe LF-Sonde ($\kappa > 300 \mu\text{S/cm}$)	0,003	$\Delta \kappa / \kappa$ in $(\mu\text{S/cm})/(\mu\text{S/cm})$
Systematischer Fehler grobe LF-Sonde ($\kappa > 300 \mu\text{S/cm}$)	0,01	$\Delta \kappa / \kappa$ in $(\mu\text{S/cm})/(\mu\text{S/cm})$
Statistischer Fehler der ionenselektiven Elektrode	0,08	$\Delta U / U$ in mV/mV
Systematischer Fehler der ionenselektiven Elektrode	0,05	$\Delta U / U$ in mV/mV