



TECHNISCHE UNIVERSITÄT
BERGAKADEMIE FREIBERG
Die Ressourcenuniversität. Seit 1765.

Modelluntersuchungen zu Filtrationsmechanismen in keramischen Schaumfiltern

Von der Fakultät für Maschinenbau, Verfahrens- und Energietechnik

der Technischen Universität Bergakademie Freiberg

genehmigte

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur

(Dr.-Ing.)

vorgelegt von Dipl.-Ing. Fabian Heuzeroth

geboren am 24.11.1986 in Gera

Gutachter: Prof. Dr. Urs A. Peuker, Freiberg

Prof. Dr. Eberhardt Schmidt, Wuppertal

Tag der Verleihung: 09.12.2016

Modelluntersuchungen zu Filtrations- mechanismen in keramischen Schaumfiltern

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	III
Danksagung	VII
Eidesstattliche Erklärung.....	IX
1 Einleitung.....	1
2 Grundlagen	4
2.1 Metallschmelzefiltration	4
2.2 Benetzbarkeit	18
2.3 Wechselwirkungskräfte zwischen Feststoffen	25
2.4 Tiefenfiltration.....	34
2.4.1 Transportmechanismen	42
2.4.1.1 Sedimentation	43
2.4.1.2 Trägheit	44
2.4.1.3 Sperreffekt.....	44
2.4.1.4 Strömungseffekte.....	45
2.4.2 Haftmechanismen	49
2.5 Einzelkollektormodell.....	53
3 Materialien und Methoden.....	57
3.1 Charakterisierung verwendeter Feststoffe	57
3.1.1 Aluminiumoxid	59
3.1.2 Polytetrafluorethylen	62
3.1.3 Beschichtung des Aluminiumoxids.....	64
3.2 Keramische Filterstrukturen.....	65
3.2.1 Schaumfilter	65
3.2.2 Einzelkollektoren	72
3.3 Eigenschaften der kontinuierlichen Phase.....	74

3.4 Versuchsanlagen und Analytik	74
3.4.1 Filtrationsanlagen.....	75
3.4.2 Einzelkollektorversuchsstand.....	77
3.4.3 Analytik.....	80
3.5 Versuchsdurchführung.....	82
3.5.1 Kleine Filtrationsversuchsanlage.....	83
3.5.2 Einzelkollektorversuchsstand.....	86
3.5.3 Statistische Versuchsplanung.....	88
4 Entwicklung eines Abscheidemodells für Partikel in flüssigen Medien mithilfe numerischer Simulationen	93
4.1 Beschreibung der numerischen Strömungssimulation	94
4.2 Einfluss der hydrodynamischen Hemmung auf den Partikelauflprall	98
4.3 Experimentelle Ermittlung der Haftenergie.....	105
4.4 Berechnung der Haftwahrscheinlichkeit (Hiller-Zahl).....	109
5 Modellhafte Untersuchungen mithilfe des Einzelkollektorkonzeptes.....	114
5.1 Grundlagenuntersuchungen zum Einzelkollektorkonzept.....	115
5.2 Parameterstudie zum Abscheideverhalten beim Einzelkollektoraufbau	119
6 Ergebnisse der Filtrationsversuche	128
6.1 Einfluss der Benetzung auf die Filtrationseffizienz	128
6.2 Einfluss der Fluidgeschwindigkeit und des Benetzungszustandes auf die Filtrationseffizienz	134
6.3 Redispergierungseffekte in keramischen Schaumfiltern	139
6.4 Einfluss der relativen Dichte auf die Filtrationseffizienz im komplett hydrophoben System	146
6.5 Vergleich der numerisch modellierten und der experimentell ermittelten Filtrationseffizienz	150
7 Zusammenfassung.....	155

8 Ausblick.....	159
9 Symbolverzeichnis.....	161
Lateinische Symbole.....	161
Symbol.....	161
Einheit.....	161
Bedeutung.....	161
Griechische Symbole.....	165
Indizes.....	166
Abkürzungen.....	167
10 Literaturverzeichnis.....	168
11 Anhang.....	189
11.1 Herstellung Polytetrafluorethylen Pulver.....	189
11.2 Berechnung der vdW-Kräfte und der Kapillarkräfte basierend auf Kapitel 2.3.....	190
11.3 Rezeptur zur Herstellung der Dynasylan-Beschichtung.....	192
11.4 Ergebnistabelle der statistischen Versuchsplanung am Einzelkollektorsystem.....	193

Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist das Ergebnis intensiver Arbeit, schwerwiegender Motivationskrisen, Ausdauer, Wille und einer gehörigen Portion Glück. Ich bin der Verfasser der Arbeit, aber ohne die Unterstützung von Kollegen, Freunden und meiner Familie hätte ich das Projekt Dissertation niemals beenden können. Deswegen möchte ich hier die Gelegenheit nutzen, um mich bei allen Unterstützern zu bedanken.

Zu allererst möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Peuker für die Möglichkeit bedanken am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik der TU Bergakademie Freiberg zu promovieren. Sie haben mir die Möglichkeit gegeben, selbstständig und eigenverantwortlich an den definierten Aufgaben zu arbeiten. Meine erarbeiteten Lösungsansätze haben wir kritisch diskutiert und gemeinsam weiterentwickelt. Während der Promotionsphase am Institut habe ich somit neue Vorgehensweisen und Arbeitsmethoden kennen gelernt. Weiterhin bin ich sehr dankbar, dass ich meine Ergebnisse auf diversen Fachtagungen präsentieren konnte.

Ich möchte mich hiermit auch bei Herrn Prof. Dr. Schmidt für die Übernahme des Korreferates bedanken.

Als unerlässliche Quelle für meine Motivation und die Überwindung von längerfristigen Sinneskrisen bedanke ich mich bei meinen Kollegen am Institut. Ihr habt mir immer zugehört, wenn ich Probleme mit meinen teilweise diffusen Versuchsergebnissen hatte. Ihr habt mich aus Motivationskrisen befreit und durch die Diskussionen mit euch, konnte ich viele fachliche Probleme meiner Arbeit lösen. Dafür bin ich der gesamten Arbeitsgruppe Mechanische Flüssigkeitsabtrennung/ Nanopartikel (Markus Wilkens, Magnus Tewes, Elisabeth Tewes, Sebastian Lösch, Jörg Fritzsche, Karsten Grossmann) sehr dankbar. Besonders möchte ich mich bei Jörg Fritzsche bedanken, ohne dessen Unterstützung meine erarbeiteten Matlab-Routinen nie zustande gekommen wären.

Zusätzlich möchte ich an dieser Stelle das Technikumsteam am Institut hervorheben. Ralf Schönemann, Thomas Hantusch und Steffen Scholz haben den Bau der benötigten Versuchstechnik über die ganze Zeit unterstützt und maßgeblich betreut. Ohne eure Hilfe, hätte ich wohl keinen einzigen Filtrationsversuch machen können und die große

Filtrationsanlage wäre nie fertig geworden. Danke für euer Engagement, die Phasen wo ihr mich angetrieben habt und die schnelle Umsetzung aller nötigen Bauvorhaben.

Darüber hinaus möchte ich mich bei allen Kollegen für die gute Stimmung im Institut bedanken. Das gemeinsame Lachen, Fluchen und Diskutieren hat den Alltag unheimlich bereichert.

Ich möchte mich in diesem Rahmen auch bei den Studenten bedanken, die für mich längere Zeit gearbeitet haben. Durch eure Arbeiten habt ihr einen großen Anteil am Entstehen meiner Dissertation und durch euch habe ich auch viel über das Anleiten von Mitarbeitern gelernt. Mein besonderer Dank gilt Patrick Schöbel, Jonas Schilling und Robert Hartmann, die nicht nur lange und intensiv mit mir gearbeitet haben, sondern auch zu guten Freunden geworden sind.

Ich will hiermit auch einen großen Dank an Herrn Dr. Kubier richten. Durch deine Mithilfe konnte die Arbeit sprachlich und formal noch mal stark verbessert werden. Was zum einen die Lesbarkeit verbessert hat, und zum anderen die Verständlichkeit der vorliegenden Ausführungen erhöht.

Ein besonderer Dank geht an meine Familie. Nur durch die Unterstützung und Motivation meiner Eltern und meines Bruders habe ich den Grundstein dafür legen können, dass ich überhaupt promovieren kann. Während der Promotionsphase habt ihr mich darüber hinaus immer ermutigt, weiter zu machen. Ihr habt mich auch in den kritischsten Phasen bestärkt, ihr seid immer mit Rat und Tat an meiner Seite gewesen und habt mir verlorenes Vertrauen in meine Fähigkeiten zurückgegeben.

Dafür, dass ich die Dissertation durchführen und beenden konnte, danke ich ganz besonders meiner Freundin Antje Knoch und unserer Tochter Ida. Durch meine langen Arbeitstage habt ihr oft wenig Zeit mit mir gehabt. Danke Antje, dass du mir so oft den Rücken freigehalten hast und mir die Möglichkeit gegeben hast die Dissertation fertigzustellen. Vor allem in der Phase, als ich wegen meiner neuen Arbeitsstelle, die Woche über nicht mehr in Freiberg wohnte, hast du unheimlich viel Verantwortung auf deine Schultern genommen. Ohne dich hätte ich die vorliegende Arbeit nie fertig stellen können.

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht.

Die Hilfe eines Promotionsberaters habe ich nicht in Anspruch genommen. Weitere Personen haben von mir keine geldwerten Leistungen für Arbeiten erhalten, die nicht als solche kenntlich gemacht worden sind. Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Greven, den 31.08.2016

Fabian Heuzeroth

1 Einleitung

Die Verfahrenstechnik ist eine weit verbreitete Wissenschaft mit enormer Bedeutung für alle Produktionsprozesse. In der vorliegenden Arbeit wird sich auf das Gebiet der mechanischen Verfahrenstechnik konzentriert. Diese befasst sich mit dem Zerkleinern, dem Mischen, dem Agglomerieren und dem Trennen von Komponenten. Alle vier Themenfelder gliedern sich wiederum in eine Vielzahl von Untergebieten, die in allen Bereichen der Industrie und des alltäglichen Lebens von zentraler Bedeutung sind.

Im Speziellen soll hier auf die Arten der mechanischen Trenntechnik in flüssigen Medien genauer eingegangen werden. Für die mechanische Festflüssigtrennung gibt es mit der Sedimentation und der Filtration zwei trenntechnische Grundverfahren (Anlauf 2003). Mit zunehmender Anforderung an die Trenngrade haben sich unter dem Überbegriff Filtration eine enorme Vielfalt von speziellen Trennverfahren zur Reinigung von Flüssigkeiten und Gasen entwickelt. Vor allem durch das steigende Bewusstsein für eine saubere Umwelt und im Speziellen saubere Luft, bildet die Aerosolfiltration ein Fachgebiet der Verfahrenstechnik, in dem schon sehr intensiv geforscht wurde. Sowohl die experimentellen Untersuchungen als auch die numerische Simulation dieses Prozesses sind weit fortgeschritten (Löffler 1965; Muhr 1976; Hiller 1980; Lehmann 2005; Schweers 1993). Im Vergleich dazu befinden sich die experimentelle sowie die numerische Modellierung der Filtration in flüssigen Medien noch am Anfang.

Die Filtration im Allgemeinen beschreibt den Prozess, einen Feststoff aus einer kontinuierlichen Phase abzutrennen. Dabei ist das Zielprodukt der Filtration abhängig von dem speziellen Anwendungsfall. Entweder bildet der Feststoff das Zielprodukt oder die Reinigung der kontinuierlichen Phase ist das übergeordnete Prozessziel. In beiden Fällen liegt der Fokus des Verfahrens auf der möglichst vollständigen Abtrennung des Feststoffes aus der kontinuierlichen Phase.

Die Filtration von flüssigen Medien wird eingeteilt in die Kuchenfiltration, die Siebfiltration, die Querstromfiltration und die Tiefenfiltration (Luckert 2004). SCHUBERT et al. ergänzen die Auflistung noch um die Pressfiltration (Schubert 2003). Alle Wirkprinzipien eint, dass sie mindestens zu Beginn ein Stützmedium brauchen, auf dem der abzutrennende Feststoff zurück gehalten werden kann. Bezogen auf die Art des Stützmediums und dem Ort der

Feststoffabscheidung ist die Tiefenfiltration ein Spezialfall. Im Gegensatz zu den anderen Prozessen findet die Abscheidung der partikulären Verunreinigung im Inneren der Stützstruktur statt. Tiefenfilter sind in der Regel ein hochporöses Fasergewebe oder hochporöse keramische Strukturen, deren Poren größer als die Feststoffpartikel sind. Zu Beginn des Prozesses weisen Tiefenfilter sehr geringe Durchströmungsverluste auf, was ein großer Vorteil dieser Filtrationstechnik ist.

Eine spezielle Anwendung der Tiefenfiltration ist die Reinigung von Metallschmelzen mithilfe keramischer Schaumfilter. Der Sonderforschungsbereich 920 – Multifunktionale Filter für die Metallschmelzefiltration hat es sich zum Ziel gesetzt, die Filtration von Metallschmelzen genau zu erforschen (Aneziris 2010). Der Fokus des Forschungsprojektes liegt auf hochbelasteten Gussbauteilen bzw. umgeformten Gussbauteilen wie Alublechen, Zugachsen, Trägern für die Luft- und Raumfahrtindustrie und vieles mehr. Aufgrund des Schmelzprozesses von Metallen und dem zunehmenden Anteil an Legierungselementen besitzen Metallschmelzen eine geringe Menge an partikulären Verunreinigungen, die aber für das finale Bauteil verheerend sein können. Ein trauriges Beispiel dafür ist ein ICE 3, der im Kölner Bahnhof aufgrund eines Achsbruches entgleiste (Klinger und Bettge 2013). Im Rahmen des Sonderforschungsbereiches 920 sollen deswegen die Mechanismen eines Filtrationsprozesses von flüssigen Metallen untersucht, verstanden und optimiert werden. Die übergeordnete Zielstellung ist die zuverlässige und annähernd vollständige Abscheidung von nicht metallischen Partikeln $> 20 \mu\text{m}$ (Aneziris 2010; Peuker 2012).

Die vorliegende Arbeit ist innerhalb der 1. Förderperiode des SFB 920 entstanden und befasst sich mit der experimentellen Untersuchung der Filtrationsmechanismen von Metallschmelzen mithilfe eines Modellsystems bei Raumtemperatur (Heuzeroth und Peuker 2013). Um ein geeignetes Modell zu generieren, ist es nötig, die Besonderheiten der Metallschmelzen genauer zu untersuchen. Aufbauend auf den recherchierten Informationen wurde ein Raumtemperaturmodellsystem konzipiert, welches ausgewählte Besonderheiten der Schmelzen möglichst gut abbildet. Somit kann deren Einfluss auf den Tiefenfiltrationsprozess experimentell untersucht werden. Für die benötigten Versuchsreihen wurde ein Laborversuchsstand geplant und gebaut, der die visuelle Prozessüberwachung ermöglicht und Filtrationsversuche mit verschiedenen Benetzungsverhalten ermöglicht. Mit dem Wissen und den experimentellen Erfahrungen der

Laboranlage ist eine halbtechnische Filtrationsanlage geplant, gebaut und in Betrieb genommen wurden. Die halbtechnische Anlage soll in den Folgeförderperioden des SFB 920 Anwendung finden.

Die Ergebnisse der experimentellen Arbeiten zeigen einen deutlichen Einfluss der Benetzungskonstellation zwischen der kontinuierlichen Phase und der dispersen Phase. Je schlechter die disperse Phase vom Fluid benetzt wird, desto wichtiger werden Oberflächeneffekte für die Filtration. Weiterhin zeigen die Versuchsergebnisse, dass die Fluidgeschwindigkeit und die Dichtedifferenz zwischen der dispersen und der kontinuierlichen Phase das Filtrationsergebnis signifikant beeinflussen (Heuzeroth et al. 2015a).

Auf Basis der experimentellen Ergebnisse wurde ein Modell entwickelt, welches reale Haftkraftmessungen (Fritzsche und Peuker 2013; Heuzeroth et al. 2014) und simulierte Partikelbewegung kombiniert. Das entwickelte Modell basiert auf den Ansätzen von HILLER (Hiller 1981) und ermöglicht die Abschätzung der Abscheidewahrscheinlichkeiten von partikulären Verunreinigungen in flüssigen Tiefenfiltrationsprozessen unter Berücksichtigung der viskosen Verdrängung der fluiden Phase.

2 Grundlagen

In der vorliegenden Arbeit ist es das Ziel, partikuläre Verunreinigung aus einer Flüssigkeit möglichst komplett zu entfernen. Das Wertprodukt ist demnach die flüssige Phase. Die Filtration ist eine Grundoperation der Verfahrenstechnik und wird vielfältig angewendet. Prinzipiell hängt die Filtration von den beiden Hauptmechanismen Aufprall- und Haftereignis ab. Beide Mechanismen sind stark abhängig von den Prozessparametern und den Charakteristika der beteiligten Stoffe. Die zu erforschende Filtration von Metallschmelzen besitzt in dieser Hinsicht viele (insbesondere durch die Stoffeigenschaften bedingte) Besonderheiten, die zu aller erst eingeführt und erklärt werden sollen.

2.1 Metallschmelzefiltration

Die Filtration in Hochtemperaturprozessen wird bereits seit Beginn der 40er Jahre des 20. Jahrhunderts untersucht (Eckert et al. 1984). Seit den 1970er Jahren wird die Filtration mit Keramikfiltern zur Aufreinigung von Aluminiumschmelzen großindustriell eingesetzt (Ali et al. 1985). Seit den 1980er Jahren wird darüber hinaus intensive Forschung betrieben, um die Filtration mit Keramikfiltern auch zur Aufreinigung von Stahlschmelzen zu verwenden, was lange an geeigneten Materialien scheiterte (Ali et al. 1985; Apelian et al. 1985; Hammerschmid und Janke 1988; Uemura et al. 1992; Raiber 1993; Raiber et al. 1995; Raiber et al. 1996; Doutre et al. 1998).

Für die Gießereiindustrie ist es elementar, dass die Gussprodukte möglichst frei von nicht-metallischen Einschlüssen sind. Dafür werden bereits während der Herstellung der Schmelze verschiedenste Aufbereitungsprozesse eingesetzt (Eckert et al. 1984; Bundesverband der Deutschen Gießerei-Industrie 2013). Exemplarisch ist das Halten der Schmelze zu nennen, bei der spezifisch schwerere Partikel absinken und leichtere aufschwimmen. Letzteres kann noch durch gezieltes Einblasen von Inertgasen in einem weiteren Reinigungsschritt forciert werden (Doutre und Guthrie 1985; Duval et al. 2009; Dávila-Maldonado et al. 2008; Zhang und Taniguchi 2000). Als finaler Schritt der Schmelzaufbereitung hat sich, vor allem für Hochtechnologieerzeugnisse und Dünoblechprodukte, die Filtration etabliert (Raiber 1993; Hübschen 2004; Stanică und Moldovan 2009; Duval et al. 2009; Bao 2011; Emmel 2014). Ziel der Schmelzefiltration ist die Abscheidung partikulärer Verunreinigungen aus der flüssigen Metallschmelze. Aktuell wird die Schmelzefiltration hauptsächlich in Batch-Güssen

eingesetzt. Die Übertragung der Technologie auf kontinuierliche Stranggussanlagen konnte großtechnisch bisher noch nicht umgesetzt werden und stellt deswegen ein Forschungsschwerpunkt für die kommenden Förderperioden des SFB 920 dar.

Im Rahmen des SFB 920 wird aktuell umfassend an der Filtrationstechnik für Metallschmelzen gearbeitet, vor allem hinsichtlich der Optimierung der Filterelemente (Emmel und Aneziris 2012; Storm et al. 2013; Emmel et al. 2013; Aneziris et al. 2013; Voigt et al. 2013; Werner et al. 2013). Ein wesentliches Ziel der Arbeiten ist unter anderem Filter zu entwickeln, die der mechanischen und chemischen Belastung während der Prozesszeiten der Gießprozesse standhalten.

Die Filtration von Metallschmelzen wird vor allem für die Aufreinigung von Hochleistungslegierungen eingesetzt. Da diese Legierungen hauptsächlich für hochbeanspruchte Bauteile eingesetzt werden (Fahrzeugtechnik, Luft- und Raumfahrt, Eisenbahntechnik) ist die Abscheidung der Verunreinigungen enorm wichtig. Im Belastungsfall bewirkt jeder nicht metallische Einschluss im Gussprodukt eine lokale Spannungsspitze, die rissauslösend sein kann (Yang et al. 2006; Krewerth 2015). ZHANG et al. 2006 zeigten, dass in Abhängigkeit von der Lage des Einschlusses, bereits Partikel $> 5 \mu\text{m}$ bruchauslösend sein können. Ein unrühmliches Beispiel ist der schon erwähnte Achsbruch eines ICE 3 in Köln 2008. Das Bundesamt für Materialforschung konnte in seinen Untersuchungen beweisen, dass die Achse aufgrund eines Clusters nicht metallischer Einschlüsse gebrochen ist (Klinger und Bettge 2013). Dies verdeutlicht die Relevanz der Metallschmelzefiltration für die Gießereiindustrie.

Im Rahmen des Sonderforschungsbereiches 920 werden ein Vergütungsstahl 42CrMo4/1.7225 und eine Aluminiumlegierung A356 (AlSi7Mg) untersucht. Deswegen wird in den Grundlagen zur Metallschmelzefiltration exemplarisch auf Stahl und Aluminium eingegangen.

Am Beispiel einer Aluminiumschmelze zeigt *Abb. 2.1* ein schematisches Fließbild für den Ablauf eines diskontinuierlichen Gießprozesses. Schmelzen aus Primäraluminium werden hauptsächlich durch den HALL-HÉROULT Prozess (Bundesverband der Deutschen Gießerei-Industrie 2013) mittels Elektrolyse hergestellt. Sekundäraluminium wird in Schmelzöfen geschmolzen. Unabhängig von der Herkunft des flüssigen Aluminiums folgen danach eine individuelle Vorbehandlung der Schmelze und die Zugabe der gewünschten

Legierungselemente. Anschließend wird die Schmelze beruhigt und entgast. Zum Schluss erfolgt der Abguss. Grundsätzlich wird zwischen dem kontinuierlichen Strangguss und diskontinuierlichen Gussverfahren unterschieden. Die bedeutendsten Vertreter der diskontinuierlichen Verfahren sind der Sandguss, der Kokillenguss und der Druckguss. Für genauere Informationen sei hier auf die Fachliteratur des Gießereiwesens verwiesen (Bundesverband der Deutschen Gießerei-Industrie 2013).

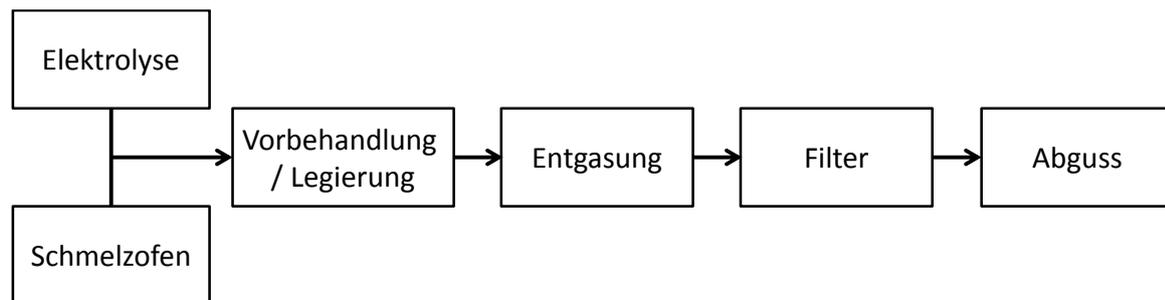


Abb. 2.1: Fließbild eines Schmelz- und Aufreinigungsprozesses für den diskontinuierlichen Aluminiumguss nach WAITE (Bao 2011)

Für Stahlschmelzen ist das Verfahrensfliessbild eines diskontinuierlichen Gussprozesses ähnlich Abb. 2.1. Allerdings werden Stahlschmelzen unabhängig von der Rohstoffherkunft überwiegend in Elektroöfen geschmolzen (Roesch et al. 1982), und der Abguss der Schmelze erfolgt in der Regel aus einem Transportkübel (Mischpfanne). Ein großer Unterschied zwischen den beiden Metallschmelzen sind deren chemische Aktivität, Schmelzpunkt und Dichte. Die letzten beiden Charakteristika werden im Folgenden noch genauer beschrieben. Für Informationen zur chemischen Aktivität der Schmelzen wird auf die Fachliteratur der Werkstofftechnik verwiesen.

Der Abguss von Schmelzen im Batch-Verfahren erfolgt durch Leitungssysteme aus gemauerten Feuerfeststeinen oder mithilfe einer Transportpfanne (Matthews 1996), die mit einem Kransystem zum Ort des Abgusses transportiert wird.

Tab. 2.1 zeigt charakteristische Eigenschaften einer Aluminium- und einer Stahlschmelze im Vergleich zu den Stoffwerten von Wasser. Die angegebenen Stoffparameter der Schmelzen sind sehr stark von der Messtemperatur und der untersuchten Legierung abhängig. Deswegen sollen die tabellierten Werte in **Tab. 2.1** nur als Orientierungswerte für das jeweilige Material stehen. Durch die hohen Schmelztemperaturen der Metalle sind on-line Untersuchungen an flüssigen Schmelzen nur mit großem technologischen Aufwand möglich.

Darüber hinaus sind jegliche Messungen mit einer großen Gefährdung der Mitarbeiter verbunden. Aus diesem Grund wird in der vorliegenden Arbeit Wasser als Modellflüssigkeit verwendet. Deswegen sind charakteristische Stoffwerte von Wasser in *Tab. 2.1* mit aufgeführt.

Tab. 2.1: Übersicht über die Stoffdaten von flüssigem Aluminium und Stahl im Vergleich zu Wasser für definierte Temperaturen (Bao 2011; Raiber et al. 1996; Delannay et al. 1987; VDI e.V. 2013)

Flüssigkeit	Temperatur	Dichte	dynamische Viskosität	Oberflächenenergie
-	°C	kg / m ³	mPa s	mJ/m ²
Aluminium	725	2360	1,245	1050
Stahl	1600	6981	6,213	1880
Wasser	20	998,2	1,002	72,74

Ein besonderes Charakteristikum der Metallschmelzen sind die hohen Oberflächenenergien $> 1000 \text{ mJ/m}^2$. Diese Eigenschaft führt dazu, dass flüssiges Metall kontaktierende Feststoffoberflächen sehr schlecht bis gar nicht benetzt. Die theoretischen Grundlagen der Benetzung zwischen einer fluiden Phase und einer Feststoffphase werden in Kapitel 2.2 genauer erläutert. Insofern es möglich ist, wird die Benetzung mithilfe von Kontaktwinkelmessungen beschrieben. *Tab. 2.2* zeigt aus der Literatur entnommene Werte für den Kontaktwinkel von Metallschmelzen auf einer Aluminiumoxidoberfläche. Aluminiumoxid (Al_2O_3) wird oft als Messsubstrat genutzt, da es sowohl Bestandteil der Filter ist, als auch ein Hauptbestandteil der abzutrennenden nicht metallischen Einschlüsse (Bao et al. 2012; Voigt et al. 2013; Syvertsen et al. 2014). Die Übersicht in *Tab. 2.2* enthält Kontaktwinkeldaten für Aluminium-, Eisen- und Stahlschmelzen sowie die Angabe der Messtemperatur, insofern diese in der Quelle explizit angegeben ist. Anhand der Angaben für die Aluminiumschmelzen sieht man, dass die experimentellen Werte stark streuen. Ursachen für deutlich schwankenden Angaben sind die unterschiedlichen Messtemperatur, die Messdauer, das verwendete Substrat und der Einfluss der getesteten Legierung während der Messung (Klinter et al. 2008; Fankhänel et al. 2015; Bao 2011; Zhou und Hosson 1995). FANKHÄNEL et al. zeigen den Effekt der Temperaturerhöhung und der Messdauer auf die Benetzungseigenschaften deutlich (Fankhänel et al. 2015). Beginnend bei einem Kontaktwinkel zwischen Al- Al_2O_3 von ca. 155° , bei 750°C , nimmt der Kontaktwinkel mit zunehmender Temperatur und Messdauer auf 90° ab. ZHOU et al. zeigten in ihren

Untersuchungen, dass auch die Rauheit der Aluminiumoxidmessfläche den Kontaktwinkel beeinflusst (Zhou und Hosson 1995). *Abb. 2.2 a* zeigt beispielhaft einen Tropfen Aluminium auf einem Aluminiumoxidsubstrat im Vakuum ($2,6E-4$ Pa) bei 900°C (Zhou und Hosson 1995). Im Bereich kleiner Messdauern und unter 900°C , liegen alle in der Literatur gefundenen Kontaktwinkel Al- Al_2O_3 über 115° . Für Eisen- und Stahlschmelzen konnte jeweils nur eine Quelle gefunden werden. Sowohl für die Aluminium- als auch für die Eisen-/Stahlschmelzen liegen die gefundenen Kontaktwinkeldaten über 130° . Möchte man die Benetzungszustände der Metallschmelzen in einem Wassermmodell nachbilden, so müssen sowohl die Partikel als auch die Filter so hydrophobiert werden, sodass sie mindestens einen Kontaktwinkel $> 90^{\circ}$ zu Wasser besitzen.

Tab. 2.2: Experimentell bestimmte Kontaktwinkel von Metallschmelzen auf Aluminiumoxid (Raiber et al. 1995; Zhou und Hosson 1995; Kliner et al. 2008; Damoah und Zhang 2010; Yue et al. 2010; Syvertsen et al. 2014; Fankhänel et al. 2015)

Autoren	Schmelze	Messtemperatu	
		r	Kontaktwinkel θ
-	-	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}$
Zhou und Hossan 1995	Aluminium	900	136 - 168
Kliner et al. 2008	Aluminium	675	115
Damoah und Zhang 2010	Aluminium	850	152
Syvertsen et al. 2014	Aluminium	1100	84
Fankhänel et al. 2015	Aluminium	750	152 ± 1
Raiber et al. 1995	Eisen	-	132 ± 10
Yue 2010	Stahl	1727	140

Das nachgewiesene Benetzungsverhalten von Metallschmelzen unterstützt die Theorie, dass bei der Filtration von Metallschmelzen zusätzliche Hafteffekte wirken können. Aufgrund der hohen Kohäsionsneigung der Metallschmelze wird sich die Metallschmelze aus dem Spalt zwischen Partikel und Filteroberfläche zurückziehen (Hammerschmid und Janke 1988; Uemura et al. 1992; Janke und Raiber 1996). *Abb. 2.2 b* stellt die Theorie der zurückziehenden Flüssigkeit aus der Partikel / Filterkontaktzone schematisch dar. Der flüssigkeitsfreie Raum wird während des Rückzuges der Schmelze gleichzeitig mit Gas gefüllt, welches auf der Oberfläche des Filters vorhanden ist oder aus der flüssigen Schmelze in die Gaskapillare eindiffundiert. Dass dieser Effekt in flüssigen Metallen auftreten kann, wird von Knüppel et al. in experimentellen Arbeiten mit Quecksilber bestätigt (Knüppel et al. 1965).

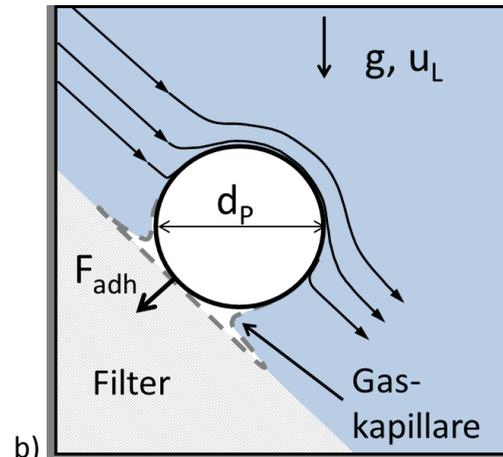


Abb. 2.2: Benetzung von Metallschmelzen: a) Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme eines Aluminiumtropfens ($d < 2 \text{ mm}$) auf Aluminiumoxid (Zhou und Hosson 1995); b) Modellvorstellung der zurückziehenden Flüssigkeit aus dem Partikel / Filter Kontaktbereich (Hammerschmid und Janke 1988).

Die nach dem Rückzug der Schmelze entstehende Gaskapillare wirkt als zusätzlicher Haftmechanismus, der die Redispergierung des Partikels aufgrund von angreifenden Strömungsscherkräften erschwert. Zusätzlich kommt es durch die hohen Temperaturen während der Metallschmelzefiltration auch zu Sintereffekten, die die Haftung des Partikels zusätzlich verstärken (Yin et al. 1997; Aneziris et al. 2013; Yang et al. 2013). Die steigenden Haftkräfte werden durch die sich bildenden Sinterfeststoffbrücken erzeugt. Da In-situ Beobachtungen der genannten Effekte bisher nicht möglich sind, können die Filter nur post mortem hinsichtlich der genannten Effekte untersucht werden (Damoah und Zhang 2010; Bulkowski et al. 2012; Emmel 2014). Es wird allgemein davon ausgegangen, dass alle nichtmetallischen Einschlüsse, die auf die Filterwand aufprallen eine hinreichend lange Kontaktzeit besitzen, um am Filterelement festzusintern (Zhang und Taniguchi 2000). Diese besonderen Haftmechanismen sind entscheidend für die Filtration und beeinflussen vor allem die Struktur der Partikelablagerungen, siehe Kapitel 2.4.2.

Ein technologischer Kernbestandteil der Metallschmelzefiltration sind die keramischen Filter. Die hohen Prozesstemperaturen bei der Metallschmelzefiltration und die hohe Reaktivität der Schmelzen stellen hohe Anforderungen an die Werkstoffauswahl der Filter. Ausgangspunkt der Filterentwicklung bildeten Partikelschüttungen in den 1940er Jahren (Peterson et al. 2002; Duval et al. 2009). Darauf aufbauend wurden verschiedenste Filterkonzepte untersucht. Die wichtigsten geformten Filterarten sind Röhrenfilter, Kanalfilter, Loopfilter und Schaumfilter (Conti und Netter 1992; Hammerschmid und Janke

1988; Matthews 1996; Uemura et al. 1992; Schwartzwalder und Somers 1963; Voigt et al. 2013; Emmel und Aneziris 2012). Abb. 2.3 zeigt exemplarisch Fotos der geformten Filterarten.

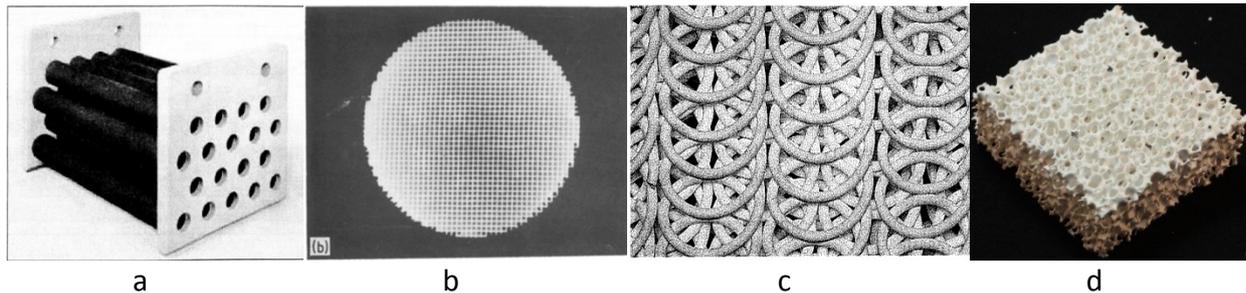


Abb. 2.3: Abbildung der Hauptvertreter geformter Keramikfilter für die Filtration von Metallschmelzen: a) Röhrenfilter b) Kanalfilter c) Loopfilter d) Schaumfilter (Hübschen 2004; Ali et al. 1985; Uemura et al. 1992; Heuzeroth und Peuker 2013)

Die wichtigsten Kriterien für einen Filter sind dessen Stabilität sowie ein möglichst geringer Druckverlust bei maximaler Filtrationseffizienz. Die Stabilität eines Filtertyps wird in der Regel durch einen sogenannten Impingment-Test überprüft (Emmel 2014). Dabei wird der zu testende Filtertyp im kalten Zustand aus einer Höhe von ungefähr 30 cm mit ca. 6 kg temperierter Schmelze begossen. Der Belastungstest gilt als erfolgreich, wenn der Filter nicht bricht und somit dem Thermoschock sowie der mechanischen Belastung durch die Schmelze standhält. Ein niedriger Druckverlust ist darüber hinaus enorm wichtig (Matthews 1996). Ziel der Gießereiindustrie ist es, die Gussdauer möglichst gering zu halten, um das „Einfrieren“ der Schmelze zu verhindern, was den Stillstand der Produktion bedeuten würde.

Aufgrund der eingeführten Anforderungen der Gießereiindustrie bezüglich Druckverlust und Reinigungsgrad werden in der Regel offenporige Tiefenfilter eingesetzt. Somit kann die Filtration von Metallschmelzen mit dem Ansatz der Tiefenfiltration beschrieben werden (Hammerschmid und Janke 1988; Uemura et al. 1992; Ali et al. 1985; Bao 2011; Dávila-Maldonado et al. 2008). Die Besonderheiten und Charakteristika der Tiefenfiltration werden in Kapitel 2.4 beschrieben.

Im weiteren Verlauf der Arbeit liegt der Fokus auf den keramischen Schaumfiltern, da sie ein Hauptforschungsschwerpunkt im Sonderforschungsbereich 920 sind. Die Herstellung der keramischen Filter erfolgt über die sogenannte Replikatechnik, welche auf dem SCHWARTZWALDER und SOMERS Verfahren beruht (Schwartzwalder und Somers 1963). Dabei wird durch das Einblasen von definierten Luftbläschen in eine Urethanlösung ein

Polyurethanschaum erzeugt, *Abb. 2.4 a*. Die Schäume können in diversen Abmessungen hergestellt werden und sind nach ihrer Porenanzahl pro Linieninch klassifiziert. Anschließend wird der Polyurethanschaum mehrmals mit einem Keramischlicker beschichtet und danach gebrannt. Da der finale Keramikschaum das Ergebnis der zufälligen Blasenbewegung bis zur Aushärtung des Polyurethanschaumes ist, stellt jede Filterstruktur in ihrer individuellen Mikrostruktur ein Unikat dar. Für die genauere Charakterisierung der benutzten Filter sei an dieser Stelle auf Kapitel 3.2.1 verwiesen.

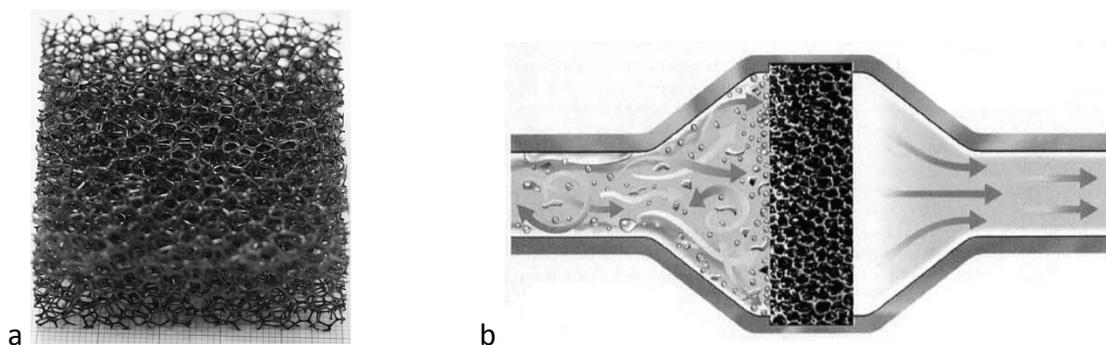


Abb. 2.4: a) Fotografie eines zugeschnittenen 20 ppi Polyurethanschaumes vor der Beschichtung; b) Konzept der Strömungsberuhigung durch die Verwendung von keramischen Schaumfiltern (Braun 2004)

Die eingesetzten Filter haben für den Gussprozess der Halbzeuge zwei wichtige Aufgaben. Der Filter beruhigt den Fluss der Schmelze, wie in *Abb. 2.4 b* dargestellt, und soll störende nichtmetallische Partikel zurückhalten (Dore und Yarwood 1977; Aubrey und Dore 1993; Jaunich et al. 2003). Die Strömungsberuhigung reduziert die Reoxidationsneigung der Schmelze, das heißt die Gasaufnahme über Oberflächenturbulenzen, und erhöht die Gießgeschwindigkeit (Jaunich et al. 2003). Zusätzlich führt die Reduktion der Oberflächenturbulenzen zur Minimierung des Oxidfilmeintrages von der Schmelze-Gas Grenzfläche ins Innere der Schmelze. Die Hauptaufgabe der Filter ist die Abscheidung der nichtmetallischen Verunreinigungen. Grundsätzlich gibt es drei verschiedene Einbauarten der keramischen Schaumfilter. *Abb. 2.5* zeigt die Orientierung der Hauptfluidströmung zur Filteroberfläche. Der Filter kann vertikal, horizontal eingebaut und senkrecht oder quer durchströmt werden. Vor allem bei der senkrechten Filteranordnung muss darauf geachtet werden, dass der Filter geneigt eingebaut wird (Hübschen 2004). Die Neigung soll das Ansammeln von Gasblasen unterhalb des Filters verhindern.

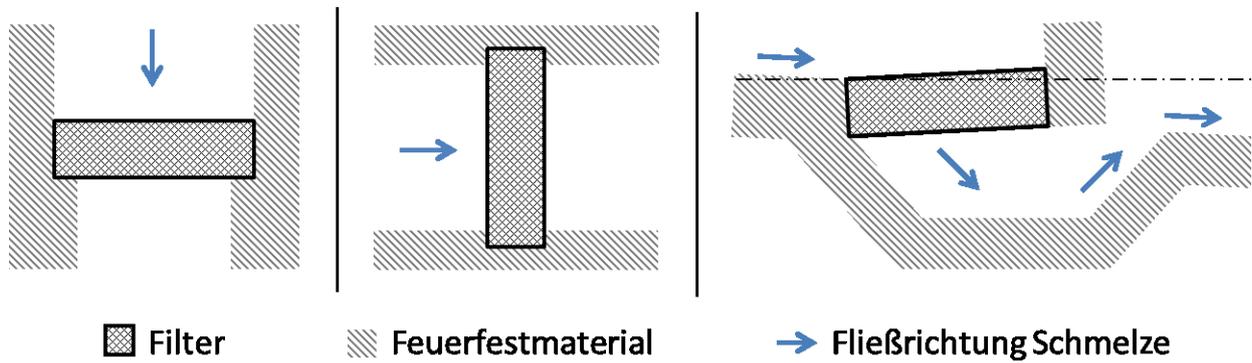


Abb. 2.5: Hauptarten der Anströmung keramischer Schaumfilter beim Abguss von Metallschmelzen (Raiber et al. 1995; Hübschen 2004; Laé et al. 2006; Bao 2011; Emmel 2014)

Für die Auslegung und Bewertung der Metallschmelzefiltration ist es wichtig zu wissen, welche Partikelgrößen zuverlässig abgetrennt werden müssen. Ziel ist es dabei, den minimalen Einschussdurchmesser festzulegen, um die hohen Stabilitätsanforderungen der Kunden gewährleisten zu können. ZHANG et al. (Zhang und Thomas 2003) stellten in ihrer Arbeit eine Übersicht zur Reinheitsanforderung für verschiedene Stahlgussteile zusammen, siehe **Tab. 2.3**. Abb. 2.6 a zeigt die Aufnahme eines bruchauslösenden Partikels mittels eines Rasterelektronenmikroskops (Yang et al. 2006).

Tab. 2.3: Maximal erlaubte Größe von nichtmetallischen Einschlüssen in Stahlgussbauteilen (Zhang und Thomas 2003)

Stahl Erzeugnis	maximale Partikel-/ Aggregatgröße µm
-	µm
Automobilbau / tiefgezogene Bleche	100
kaltgeformte Bauteile	20
Rohre	100
Kugellager	15
dicke Stahlbleche	13 / 200
Kabel	20

Weitere Untersuchungen von YANG et al. und KREWERTH beschäftigten sich außer mit der Größe des nichtmetallischen Einschlusses auch mit dem Ort des Einschlusses im Bauteil (Yang et al. 2006; Yang et al. 2013; Krewerth 2015). Durch Ultraschallermüdungsprüfungen können dabei Rückschlüsse auf die kritischen Einschlussgrößen in Abhängigkeit vom Ort der Einschlüsse gewonnen werden, siehe Abb. 2.6 b. YANG et al. geben für Stahlerzeugnisse eine kritische Einschlussgröße von ca. 5 µm an, wobei der Bruch an Einzelpartikeln erfolgen kann aber auch an Aggregaten kleinerer Partikel. Für weiterführende Erklärungen zu den Ermüdungsprüfungen sei an dieser Stelle auf die Arbeiten von KREWERTH, ZHANG und YANG verwiesen.

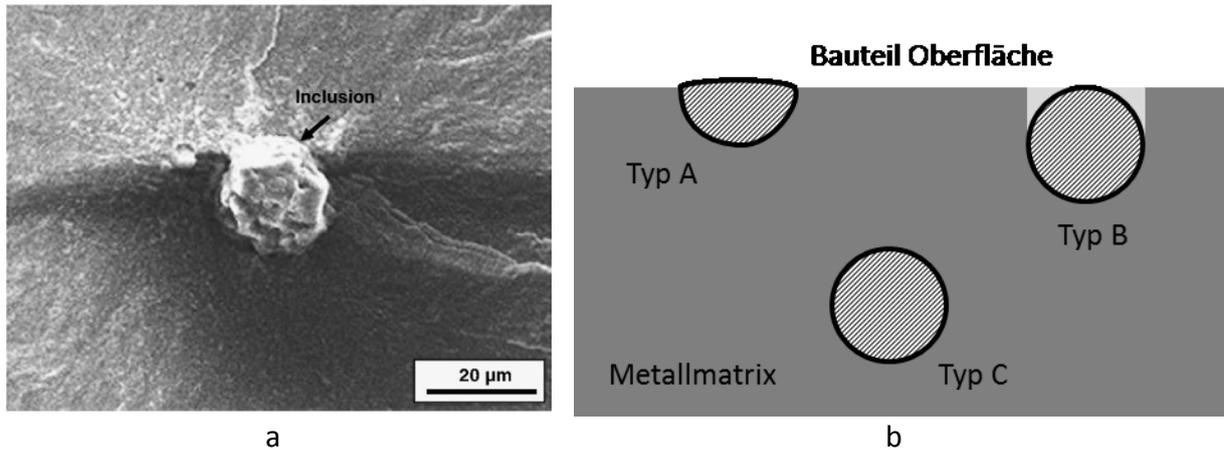


Abb. 2.6: Einschlüsse in Metallschmelzen: a) Aufnahme eines bruchauslösenden Einschlusses innerhalb einer Stahlprobe; b) Mögliche Orte von nicht metallischen Partikeln in Metallgussstücken nach Yang et al. (Yang et al. 2006): Typ A – oberflächennahe, Typ B – unterhalb der Oberfläche mit instabilen Zonen, Typ C – innenliegende Einschlüsse

Die Arbeiten zu den kritischen Einschlussgrößen sind von großer Bedeutung, da die nichtmetallischen Einschlüsse in einer sehr breiten Größenverteilung vorkommen. Aufgrund ihres unterschiedlichen Ursprunges erstrecken sich die Abmessungen der partikulären Verunreinigungen vom Submikrometerbereich bis hin zu mehreren Millimetern Größe, siehe Tab. 2.4 (Conti und Netter 1992; Bao 2011).

Tab. 2.4: Übersicht über typische nichtmetallische Einschlüsse in Aluminiumschmelzen und deren charakteristische Formen, Dichte und auftretenden Abmessungen (Conti und Netter 1992; Bao 2011)

Klasse	Stoff	Form	Dichte g/cm ³	Abmessung µm
-	-	-		
Oxide	Al ₂ O ₃	haut	3,3 - 4	0,2 - 30
	MgO; MgAl ₂ O ₄ ; SiO ₂	haut/körnig		10,0 - 5000
Chloride	NaCl; KCl	körnig	2,0 - 2,2	0,1 - 5
Carbide	Al ₂ C ₃	körnig	2,4	0,5 - 25
	SiC	körnig	3,2	0,5 - 25
Nitride	AlN	körnig	3,2	10,0 - 50
Boride	TiB ₂	Cluster	4,5	1,0 - 30
	AlB ₂	körnig	3,2	0,1 - 3

Grundsätzlich unterscheidet man zwischen oxydischen Einschlüssen und Partikeln endogener oder exogener Herkunft (Ali et al. 1985; Duval et al. 2009; Stanică und Moldovan 2009; Bao 2011). Die oxydischen Verunreinigungen entstehen an Fluid-Gas-Grenzflächen und werden durch Oberflächenturbulenzen in die Schmelze eingetragen. In der Regel besitzen diese Verunreinigungen eine Häutchenform. Exogene Partikel entstehen, wenn Teile des Feuerfestmaterials aufgrund von Verschleiß oder Erosion in oder auf die Schmelze

fallen. Während des Schmelzprozesses und der Homogenisierungsphase werden diese Partikel ins Innere des Fluidvolumens eingerührt. Die endogenen Verunreinigungen entstehen während der Schmelzebehandlung, unter anderem durch die Zugabe von Kornfeiner oder Legierungselementen (Zhang und Thomas 2003; Bao 2011). Da die endogenen Einschlüsse in der Schmelze entstehen, unterteilt man sie nochmals nach deren Entstehungsursache in primäre, sekundäre, tertiäre und quartäre Verunreinigungen (Ovčinnikov 2002). Durch die rein physikalische Filtration von Metallschmelzen können die exogenen und die primären endogenen Partikel abgetrennt werden. Die anderen endogenen Einschlüsse entstehen erst beim Unterschreiten der jeweiligen Liquidustemperatur. Doch bereits in der ersten Förderperiode des Sonderforschungsbereiches 920 konnten durch die Konzeption von aktiven und reaktiven Filterelementen auch diese endogenen Verunreinigungen reduziert werden (Emmel et al. 2013).

Bezüglich der Konzentration an partikulären Verunreinigungen in Metallschmelzen gibt es nur wenige zuverlässige Literaturangaben. Es wird generell davon ausgegangen, dass die Konzentrationen im Bereich weniger Gramm pro Tonne bzw. im ppm Bereich liegen (Uemura et al. 1992; Janke und Raiber 1996; Tian et al. 1999; Duval et al. 2007, 2009). Genaue Angaben konnten im Rahmen der Literaturrecherche nicht gefunden werden. Ursachen für die fehlenden Feststoffkonzentrationen sind die kaum vorhersagbare in-situ Entstehung der Verunreinigungen, die extrem hohen Temperaturen sowie die Intransparenz der Metallschmelzen. Erschwerend kommt noch hinzu, dass es kaum Messverfahren gibt und die vorhandenen Messverfahren sehr begrenzt in ihrer Anwendbarkeit sind.

Um die Güte von Schmelzen und Gussprodukten zu quantifizieren, gibt es mehrere indirekte Methoden. Dabei wird nach chemischen, optischen, operativen und physikalischen Methoden unterschieden (Guthrie und Isac 2012; Doutre und Guthrie 1985). Ein sehr guter Überblick über die gängigen Methoden ist die Arbeit von GUTHRIE und ISAC (Guthrie und Isac 2012).

Auf zwei besondere physikalische Methoden zur Beschreibung der Reinheit einer Aluminiumschmelze soll hier kurz eingegangen werden. In den 1980er Jahren ist das bisher einzige Messsystem gebaut worden, welches direkt die Konzentration und die Größe der Verunreinigungen messen kann (Doutre und Guthrie 1985). Das LiMCA System ermöglicht über ein Coulter-Counter Prinzip die Messungen von nicht leitfähigen Verunreinigungen

zwischen 20 und 250 μm (Doutre und Guthrie 1985; Duval et al. 2007, 2009; Syvertsen et al. 2014). Ein Schema des Messprinzips ist in *Abb. 2.7 a* dargestellt. Die Messhülse besteht aus nichtleitendem Material samt einer Bohrung, die das Einsaugen der Schmelze ermöglicht. Beiderseits der Bohrung befinden sich Elektroden, an denen eine Gleichspannung anliegt. Der resultierende Stromfluss erfolgt über die flüssige Schmelze. Für die Messungen wird die Schmelze alternierend in den Messraum gezogen und ausgeschoben. Treten nichtmetallische Partikel durch die Öffnung der Messhülse, verursachen diese eine Widerstandsänderung. Die entsprechenden elektrischen Impulse sind dem Volumen der einzelnen Teilchen proportional. Eine weitere Methode zur Charakterisierung der Schmelze ist die PoDFA-Apparatur (Doutre et al. 1998), siehe *Abb. 2.7 b*. Bei dieser Methode wird aus dem zu testendem Metallstrom eine flüssige Probe entnommen und in den Feuerfestbehälter der PoDFA eingefüllt. Am Boden des Behälters befindet sich ein sehr feines Filterelement. Durch Anlegen eines Unterdruckes wird die flüssige Schmelze bis zu einem definierten Füllstand durch den Filter gezogen. Nach Abkühlen der Schmelze im Feuerfestbehälter wird die ausgehärtete Schmelze angeschliffen und die Fläche der Einschlüsse pro kg Schmelze bestimmt.

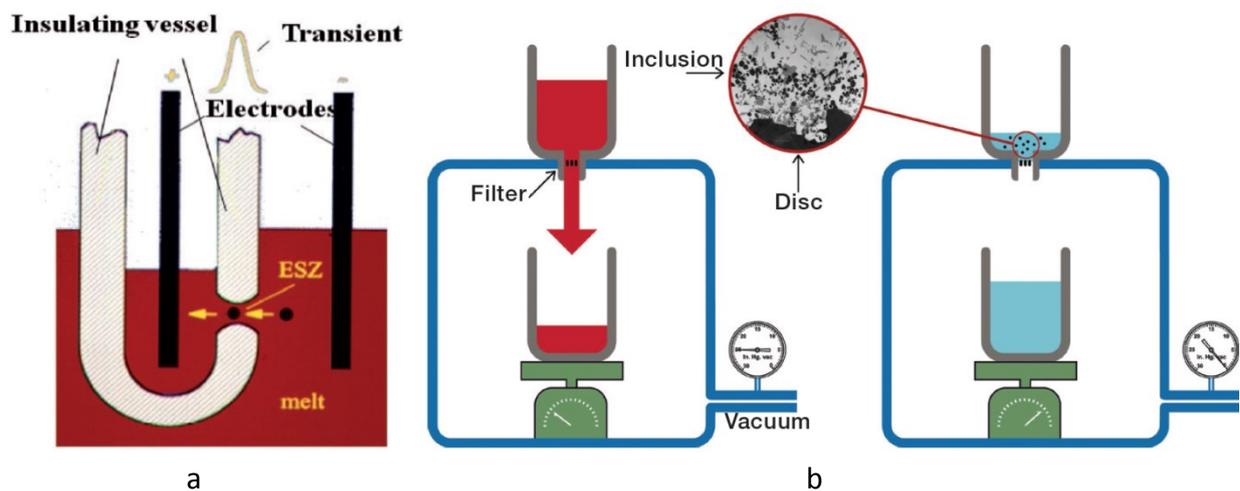


Abb. 2.7: Schematische Darstellung der Methoden Untersuchung der Reinheit von Aluminiumschmelzen: a) Darstellung des Coulter-Counter Prinzips, anhand dessen die LiMCA Methode Partikelanzahl und -größe bestimmen kann (Guthrie und Isac 2012); b) Schematische Abbildung der PoDFA Methode, um die quantitative Menge an Verunreinigungen in der Schmelze zu bestimmen (ABB Inc. 2013)

Die LiMCA Methode ermöglicht es, die Filtrationseffizienz eines Filters zu bestimmen, indem vor und nach dem Filter simultan gemessen wird. DUVAL et al. bestimmten durch die LiMCA Methode Filtrationseffizienzen von 60 bis 77 % für 30 bis 50 ppi Filter (Duval et al. 2007, 2009).

Für Stahlschmelzen existiert noch keine kommerzielle in-situ Detektion von nichtmetallischen Einschlüssen. Um dennoch einen Wert für die Reinheit der Stahlschmelzen angeben zu können, wird vor allem in älteren Publikationen der Sauerstoffgehalt bzw. Aluminiumgehalt der Schmelze angegeben (Uemura et al. 1992; Raiber et al. 1995). Der Sauerstoffgehalt korreliert mit der Menge an Verunreinigungen, da fast alle nichtmetallischen Partikel Oxide sind. Nachteil der Methode ist, dass man keine Aussage über die Größe, die Anordnung oder die genaue Chemie der Einschlüsse erhält.

Da direkte Methoden zur Bestimmung der Filtrationsleistung fehlen, werden häufig indirekte optische Methoden benutzt, um den Filtrationsprozess zu bewerten. Wie bereits bei der PoDFA-Technik angedeutet, können durch die optische Analyse von ausgekühlten Schmelzen Informationen zur Beschaffenheit der Probe gewonnen werden (Emmel 2014). Dafür werden entweder fertige Gussteile oder benutzte, mit Schmelze gefüllte, Filter zerschnitten und die Schnittfläche geschliffen und poliert. Die präparierte Fläche wird im Rasterelektronenmikroskop (REM) optisch analysiert. *Abb. 2.8 a* zeigt den Filterausschnitt nach einer Aluminiumschmelzefiltration und gibt Hinweise auf die dominierenden Abscheidemechanismen im Filter (Duval et al. 2009). DUVAL et al. identifizieren bei der Untersuchung die Sedimentation und den Sperreffekt als Hauptabscheidemechanismen. Zusätzlich erkennen DUVAL et al. durch die Betrachtung der Schliffe nichtmetallische Partikel um 100 µm und flächige Oxidhäute. EMMEL untersuchte in seiner Dissertation den Einfluss der Filteroberfläche auf die Abscheidung. *Abb. 2.8 b* zeigt eine Detailaufnahme eines Filtersteiges nach der Stahlfiltration (Emmel et al. 2013). Anhand der REM-Bilder konnte EMMEL die Anzahl der abgeschiedenen Partikel pro Oberflächenlinie zählen und in Größenklassen unterteilen. Durch zusätzliche EDX-Analysen (Energiedispersive Röntgenspektroskopie) kann auch die Spezies der Verunreinigung bestimmt werden. Auf Basis der gewonnenen Daten können verschiedene Filteroberflächen hinsichtlich ihrer Filtrationseigenschaften miteinander verglichen werden.

Einschränkend muss erwähnt werden, dass die Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop nur an abgekühlten Proben durchgeführt werden können. Die Ergebnisse der optischen Auswertung unterliegen deswegen einer gewissen Ungenauigkeit aufgrund der chemischen und physikalischen Prozesse im Zuge der Erstarrungsphase.

Während der Abkühlung der Metallschmelze kann es zur Bildung sekundärer, tertiärer und quartärer Ausscheidung kommen. Weiterhin ermöglichen REM-Bilder nur Flächenuntersuchung. Es ist daher kaum möglich, Rückschlüsse auf die räumliche Ausdehnung der Einschlüsse zu ziehen bzw. zu erkennen, ob im Schliff beobachtete Einschlüsse in der Tiefe miteinander verbunden sind.

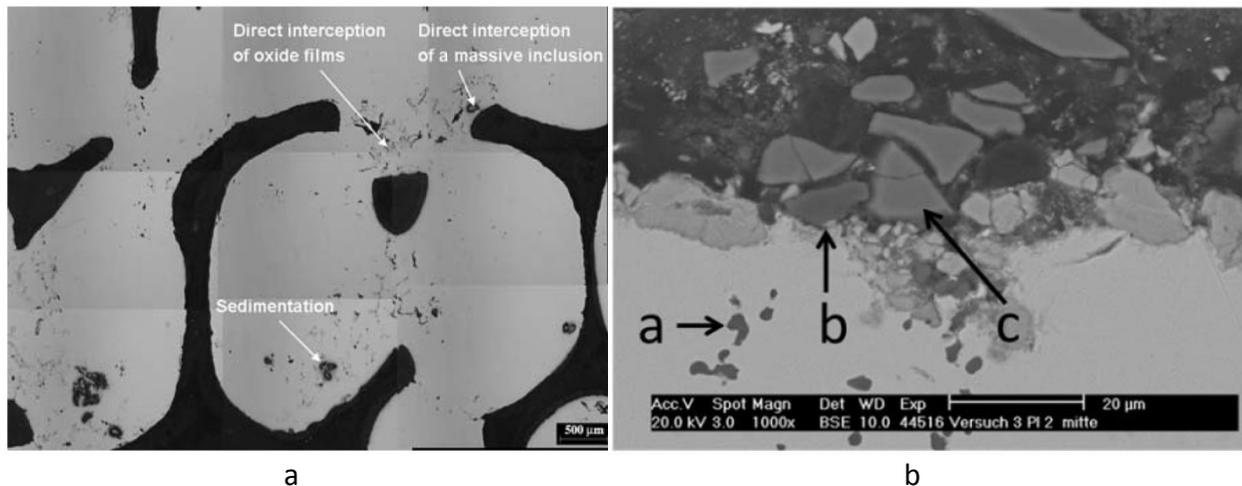


Abb. 2.8: Beispiele für Metallographieuntersuchungen von benutzten keramischen Schaumfiltern mittels REM (Schmelze ist grau dargestellt): a) Ergebnis einer Aluminiumfiltration mit dem Fokus auf die Abscheidungsorte im Filter (Duval et al. 2009); b) Aufnahme einer Filteroberfläche nach der Stahlfiltration – (a) endogene (b) exogene Al_2O_3 Partikel (c) exogene Partikel (Emmel et al. 2013)

Die durchgeführte Literaturrecherche gibt einen guten Einblick in die Besonderheiten der Metallschmelzefiltration im Vergleich zu traditionellen Filtrationsapplikationen. Aufgrund der extremen Prozessbedingungen bei der Metallschmelzefiltration ist es sehr schwer, experimentelle Untersuchungen durchzuführen. Vor allem die definierte Einstellung eines Verunreinigungsniveaus, die kaum umsetzbare in-situ Kontrolle des Filtrationsprozesses und die hohe chemische Aktivität der Schmelzen machen detaillierte Untersuchungen im Realsystem fast unmöglich.

Um die Filtration von Schmelzen besser zu verstehen und anschließend optimieren zu können, ist es enorm wichtig, die Mikroprozesse der Metallschmelzefiltration genauer zu verstehen. Es gilt herauszufinden, welchen Einfluss die Benetzungseigenschaften der Schmelze auf die Filtration haben. Darüber hinaus gilt es, die keramischen Filter zu optimieren unter der Berücksichtigung kleinster Druckverluste bei gleichzeitig zuverlässiger, nahezu vollständiger Abscheidung der nichtmetallischen Einschlüsse.

Um die formulierten Informationen zu erarbeiten, können numerische Simulationen verwendet oder Modellexperimente in einem geeigneten Modellsystem durchgeführt werden. Im Bereich der numerischen Simulation sind in der Literatur viele Arbeiten zu finden. Exemplarisch seien hier nur einige Arbeiten von CONTI, ACOSTA, TIAN genannt (Conti und Netter 1992; Acosta et al. 1995; Tian und Guthrie 1995; Tian et al. 1999, Acosta und Castillejos 2000a, 2000b), die die Startzeit der Forschung auf dem Gebiet der numerischen Simulationen skizzieren. Im Rahmen des SFB 920 werden beide Wege parallel verfolgt (Wertzner et al. 2013a, 2013b; Heuzeroth et al. 2015b). Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit den experimentellen Modellversuchen. Als Modellflüssigkeit wird Wasser verwendet, worüber auch in der Literatur oft berichtet wird (Dávila-Maldonado et al. 2008; Janke und Raiber 1996; Sahai und Emi 1996; Hübschen et al. 2000). Die nähere Beschreibung des an der TU Bergakademie Freiberg entwickelten Modellsystems erfolgt in Kapitel 3.

2.2 Benetzbarkeit

Die Interaktion von zwei nicht mischbaren Phasen wird durch die Grenzflächenverfahrenstechnik untersucht. Die Kontaktfläche zwischen den beiden Phasen wird als Grenzfläche bezeichnet. An der Grenzfläche wirken beide Phasen in Abhängigkeit von ihren Stoffeigenschaften aufeinander. Von technischer Relevanz sind vor allem Flüssig-Gas-, Flüssig-Flüssig- und Flüssig-Feststoff-Grenzflächen. Letztere ist von großer Bedeutung für die vorliegende Arbeit und wird im Folgenden näher beschrieben.

Um die Wechselwirkung zwischen einer flüssigen Phase und einer festen Phase zu beschreiben, untersucht man deren wechselseitiges Benetzungsverhalten. Die Interaktion der beiden Phasen resultiert aus den Oberflächenenergien der einzelnen Phasen und der Beschaffenheit der Feststoffoberfläche. Die Oberflächenenergie γ ist eine stoffspezifische Größe und resultiert aus der Kohäsion der Moleküle einer Phase. Die Oberflächenenergie ist ein Maß für die nötige Energie, um die Oberfläche der betrachteten Phase um eine Basiseinheit zu vergrößern. Da jedes natürliche System ein Energieminimum anstrebt, führt die Oberflächenenergie dazu, dass sich Flüssigkeiten im schwerelosen Raum zu Kugeln formen, weil dort das optimale Verhältnis von Volumen zu Oberfläche herrscht und somit das energetische Optimum (Dörfler 2002).

Die Oberflächenenergie kann durch das molekulare Modell beschrieben werden (Dörfler 2002), siehe *Abb. 2.9 a*. Demzufolge sind alle Moleküle im inneren Volumen der Phase 1 in alle Richtungen durch benachbarte Moleküle stabilisiert. Moleküle an der Phasengrenzfläche erfahren aufgrund der fehlenden stoffgleichen Bindungspartner immer eine attraktive Kraftwirkung in das Innere der Phase 1 (siehe *Abb. 2.9 a*). Durch den thermodynamischen Ansatz kann man die Oberflächenenergie mathematisch beschreiben. Demnach kann die Änderung der Oberfläche dA bei konstanten Bedingungen über die benötigte Energie dW beschrieben werden. Die Änderung der Oberfläche ist mit der benötigten Energie über die Oberflächenenergie γ nach Gl. 2.1 gekoppelt (Dörfler 2002).

$$dW = \gamma \cdot dA$$

Gl. 2.1

Die Oberflächenenergie eines Stoffes setzt sich aus zwei Wechselwirkungen zusammen (Fowkes 1964; Fowkes et al. 1991). Jeder Stoff besitzt disperse Oberflächenenergieanteile, die ihre Ursache in der natürlichen räumlichen und zeitlichen Verteilung der Elektronen in der Atomhülle haben. Zusätzlich können polare Energieanteile wirken, die sich zu den dispersen Anteilen addieren. Die polaren Energieanteile stammen aus der Struktur des Moleküls, wie zum Beispiel Wasserstoffbrückenbindungen (Oss 2003, 2006). In Kapitel 2.3 werden die Auswirkungen der beiden Energieanteile auf den Feststoffkontakt weiterführend diskutiert.

Interagieren zwei verschiedene nichtmischbare Phasen, so bildet sich eine Grenzfläche aus, die das Resultat aller wirkenden Oberflächenenergien ist. *Abb. 2.9 b* zeigt eine Kontaktwinkel-Messmethode, um die Interaktionen an einer Grenzfläche zwischen drei Phasen zu messen. Der Kontaktwinkel θ eines liegenden Tropfens auf einem Substrat, umgeben von einer Gasphase, ist das Ergebnis aus drei wirkenden Grenzflächenenergien:

- γ_{LG} ... Grenzflächenenergie Flüssig-Gas
- γ_{SG} ... Grenzflächenenergie Fest-Gas
- γ_{SL} ... Grenzflächenenergie Fest-Flüssig.

Der Anteil der Gasphase an den Grenzflächenenergien ist vernachlässigbar, somit kann man mit den reinen Oberflächenenergien der Flüssigkeit und des Feststoffes rechnen. Die unbekannte Grenzflächenenergie der Fest-Flüssig Phasengrenze kann mithilfe der Young'schen Gleichung berechnet werden (Young 1805):

$$\gamma_{SL} = \gamma_{SG} - \gamma_{LG} \cdot \cos\theta$$

Gl. 2.2

Die YOUNG-Gleichung beschreibt den Kontaktwinkel der beteiligten Phasen im thermodynamischen Gleichgewichtszustand. Der berechnete Winkel wird als YOUNG'scher Kontaktwinkel bezeichnet und gilt für eine ideal glatte, nicht verformbare und inerte Oberfläche (Bormashenko 2013). Die Methode des liegenden Tropfens ermöglicht die Bestimmung des Kontaktwinkels zwischen der flüssigen und der festen Phase. Diese makroskopische Größe beschreibt die Interaktionen zwischen den beiden Phasen und ermöglicht den Vergleich mit anderen Systemen und die Berechnung der Grenzflächenenergie γ_{SL} . Umgekehrt kann man durch die Kenntnis der Oberflächenenergien aller beteiligten Phasen mit Gl. 2.2 abschätzen, ob eine Flüssigkeit spreitet. Nach QUÉRÉ spreitet die Flüssigkeit, solange die Oberflächenenergie des Feststoffes größer ist als die Summe aus Flüssigkeitsoberflächenenergie und der Grenzflächenenergie zwischen Flüssigkeit und Feststoff (Quéré 2008). Nur in diesem Fall führt die Spreitung der Flüssigkeit zur Reduktion der Energie des betrachteten Dreiphasenkontaktes.

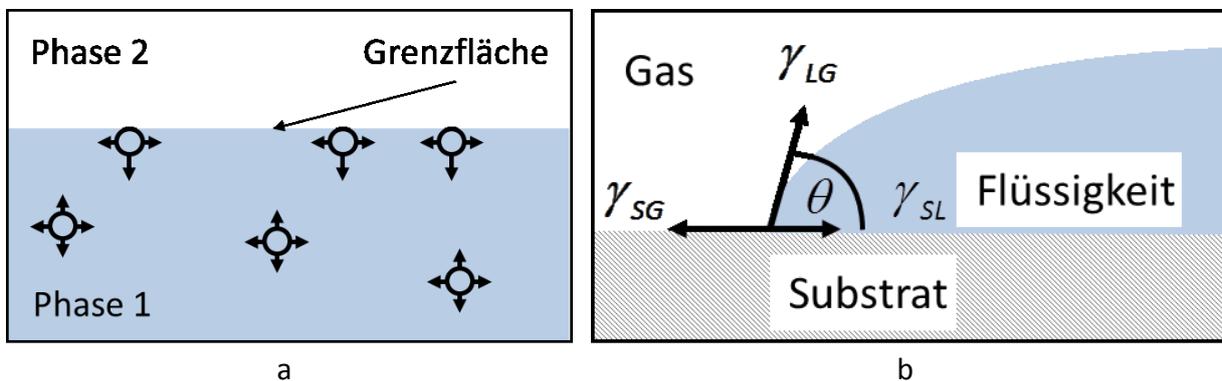


Abb. 2.9: Grundlagen Oberflächenenergie: a) Molekulares Modell zur Beschreibung der Oberflächenenergie b) Grenzflächenspannungsvektoren im Dreiphasenkontakt

Die Oberflächenenergien von Metallschmelzen betragen über 1000 mJ/m^2 (vgl. Tab. 2.1) und liegen somit mindestens eine Größenordnung über denen gängiger Feuerfestmaterialien wie zum Beispiel Aluminiumoxid mit $47,3 \text{ mJ/m}^2$ (Fritzsche et al. 2013). Somit benetzen Metallschmelzetropfen den Feststoff nicht und bilden in der Regel Kontaktwinkel $> 90^\circ$ aus, siehe Unterkapitel 2.1. Deswegen wird für die Entwicklung eines Modellsystems der statische Kontaktwinkel als Ähnlichkeitsmerkmal festgelegt. Bei Raumtemperatur weist nur Quecksilber eine ähnlich hohe Oberflächenenergie wie flüssige Metalle auf. Der Umgang mit Quecksilber ist jedoch gesundheitlich bedenklich, sodass nach anderen Fluiden gesucht werden musste. Um den statischen Kontaktwinkel zu bestimmen, gibt es neben der

Methode des liegenden Tropfens die WILHELMY Platten-Methode (Dörfler 2002) und die Steighöhenmethode nach WASHBURN (Washburn 1921; Thümmeler et al. 2005). Alle drei Methoden sind schematisch in *Abb. 2.10* dargestellt. Bei der WILHELMY Methode wird die Kraft F gemessen, welche die bekannte Flüssigkeit auf eine vollständig benetzte Platte ausübt. Über die Kenntnis der benetzten Plattenlänge L_E und der Oberflächenenergie der Flüssigkeit kann mit Gl. 2.3 der wirkende Hauptkontaktwinkel berechnet werden.

$$\cos \theta = \frac{F}{L_E \cdot \gamma_{LG}} \quad \text{Gl. 2.3}$$

Mit der Methode nach WASHBURN kann der Kontaktwinkel von pulverförmigen Schüttgütern anhand der Steiggeschwindigkeit der Flüssigkeit in die Schüttung berechnet werden. Dazu wird ein Hohlzylinder, der mit dem Prüfgranulat gefüllt ist, in ein Flüssigkeitsbad getaucht. Durch die Fritte am Boden des Zylinders steigt die Flüssigkeit in die Schüttung. Der Massezuwachs pro Zeit ist dabei ein Maß für die Benetzbarkeit der Schüttung durch die Testflüssigkeit. Mit Gl. 2.4 kann der Kontaktwinkel berechnet werden, wobei c ein Geometriefaktor ist, der das Haufwerk beschreibt und abhängig ist vom Kapillarradius und der Kapillaranzahl der Schüttung (Schubert 1982).

$$\cos \theta = \frac{m^2}{t} \cdot \frac{\eta_L}{\rho_L \cdot \gamma_{LG} \cdot c} \quad \text{Gl. 2.4}$$

Alle Messmethoden in *Abb. 2.10* können auch zur dynamischen Kontaktwinkelmessung benutzt werden. Die Ergebnisse der dynamischen Kontaktwinkelmessung sind sehr abhängig von der Durchführung und unterliegen zum Teil deutlichen Schwankungen. Deswegen werden im weiteren Verlauf der Arbeit nur statische Kontaktwinkelwerte nach der Methode des liegenden Tropfens verwendet. Diese Methode, dargestellt in *Abb. 2.10 a*, hat den Vorteil, dass der Kontaktwinkel die direkte Messgröße ist und nicht erst über Umrechnungen anhand von Modellansätzen ermittelt werden muss.

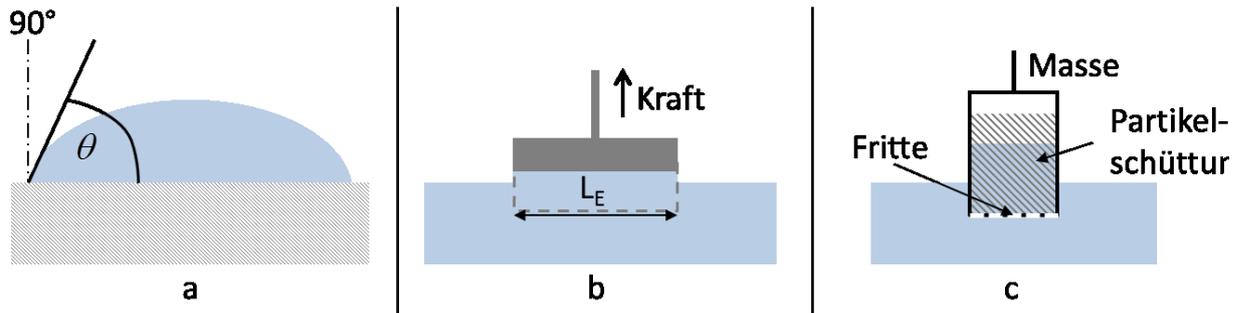


Abb. 2.10: Schematische Darstellung der drei typischen Messprinzipien zur experimentellen Bestimmung des statischen Kontaktwinkels: a) Methode des liegenden Tropfens b) WILHELMY Methode c) WASHBURN Methode (Washburn 1921; Dörfler 2002)

Auf Basis der Kontaktwinkelergebnisse kann die Benetzung zwischen einer Flüssigkeit und einem Feststoff in zwei Kategorien unterteilt werden. Ist der Kontaktwinkel kleiner als 90° , so spricht man in wässrigen Systemen von einem hydrophilen Benetzungsverhalten (Quéré 2008). Es ist für die Flüssigkeit energetisch günstiger auf dem Substrat zu spreiten. Ist der Kontaktwinkel $> 90^\circ$, handelt es sich um ein hydrophobes Benetzungsverhalten (Quéré 2008). In diesem Fall ist es für die Flüssigkeit energetisch günstiger, eine kugelhähnliche Form anzunehmen. Beide Benetzungszustände sind in Abb. 2.11 dargestellt.

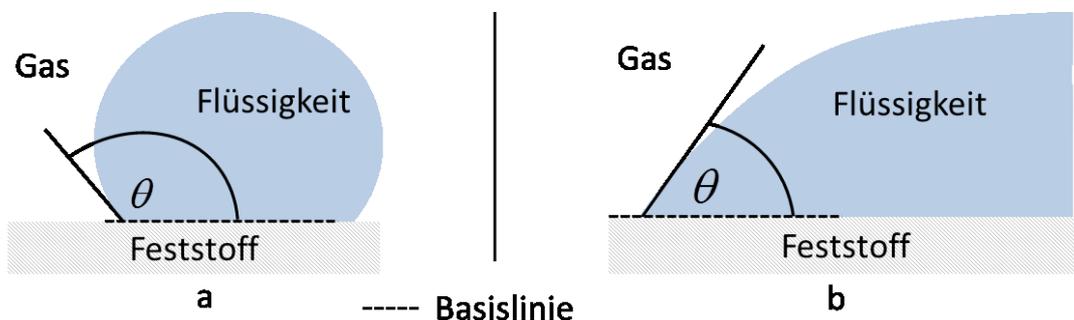


Abb. 2.11: Prinzipskizze zu Kontaktwinkelkategorien in wässrigen Systemen: a) Hydrophobes Benetzungsverhalten; b) Hydrophiles Benetzungsverhalten

Ein bedeutender Einflussfaktor auf die Benetzung ist die Rauheit des Feststoffes. Die Oberflächenbeschaffenheit beeinflusst auf verschiedene Weise die Kontaktwinkelmessung. Für ideal glatte Oberflächen ist die Basislinie, die Ausgangspunkt für die Messung des Kontaktwinkels ist, gleich der Substratoberfläche (Abb. 2.12 a). Raue Substrate erschweren die korrekte Festlegung der Basislinie und beeinflussen die Messung, da der messbare Kontaktwinkel im mechanischen Ansatz nur durch die Geometrie im Dreiphasenkontakt bestimmt wird (Hansson et al. 2013). Der Tropfen erreicht durch die Oberflächenunebenheiten nicht sein thermodynamisches Gleichgewicht, sondern einen metastabilen Zustand, der abhängig von der lokalen Topographie ist (Whyman und

Bormashenko 2012). In der Literatur wird deswegen in den scheinbaren und den YOUNG'schen Kontaktwinkel unterschieden (Kwok und Neumann 1999). *Abb. 2.12* zeigt den Einfluss der Rauheit auf den scheinbaren Kontaktwinkel θ_{sch} . Für hydrophobe Feststoffe führt eine zunehmende mikroskopische Rauheit zu steigenden Benetzungswinkeln (Kang und Jacobi 2011; Kubiak et al. 2011).

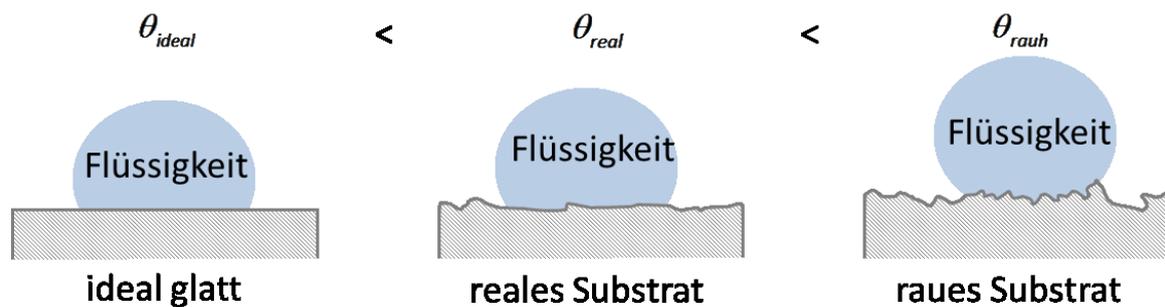


Abb. 2.12: Einfluss der Substratrauheit auf das Benetzungsverhalten von Wasser auf einer hydrophoben Oberfläche: mit zunehmender Rauheit des Substrates steigt der statische Kontaktwinkel

Um trotz der auftretenden Rauheit den YOUNG'schen Kontaktwinkel bestimmen zu können, kann der Ansatz nach CASSIE und BAXTER (Cassie und Baxter 1944; Cassie 1948) oder das WENZEL-Modell (Wenzel 1936) verwendet werden. Ersterer wird verwendet für scheinbare Kontaktwinkel $> 90^\circ$. Das WENZEL-Modell wird bei Kontaktwinkeln $< 90^\circ$ benutzt (Kubiak et al. 2011; Whyman und Bormashenko 2012; Valipour M. et al. 2014). Der Unterschied zwischen den beiden Ansätzen ist in *Abb. 2.13* dargestellt. Nach CASSIE und BAXTER ist die Flüssigkeit nicht in der Lage die Täler der Unebenheiten zu benetzen, und es bilden sich abgeschlossene Gasreservoirs (Valipour M. et al. 2014). Somit kann der YOUNG'sche Kontaktwinkel der beteiligten Phasen mittels Gl. 2.5 berechnet werden.

$$\cos\theta_{sch} = \mu_1 \cos\theta_1 + \mu_2 \cos\theta_2 \quad \text{Gl. 2.5}$$

WENZEL geht in seinem Ansatz davon aus, dass die Flüssigkeit die Unebenheiten ausfüllt. Die Rauheit wird über einen Rauheitsfaktor R berücksichtigt (siehe Gl. 6.1), der durch das Verhältnis aus benetzter Oberfläche zur geometrischen Projektionsfläche des Tropfens berechnet wird.

$$\cos\theta_{sch} = R_W \cdot \cos\theta_{ideal} \quad \text{Gl. 2.6}$$

WHYMAN und BORMASHENKO erarbeiteten ein mathematisches Modell, um den Übergang vom CASSIE- zum WENZEL-Modell durch die Betrachtung der freien Energie des Systems zu beschreiben. Demzufolge kann der Benetzungszustand bei leicht hydrophoben Systemen durch Druck, Temperaturänderung oder Vibration vom CASSIE-BAXTER-Modell auf den WENZEL-Ansatz umschlagen. Der Wechsel vom WENZEL-Ansatz zum CASSIE-BAXTER-Modell ist energetisch nicht möglich (Whyman und Bormashenko 2012).

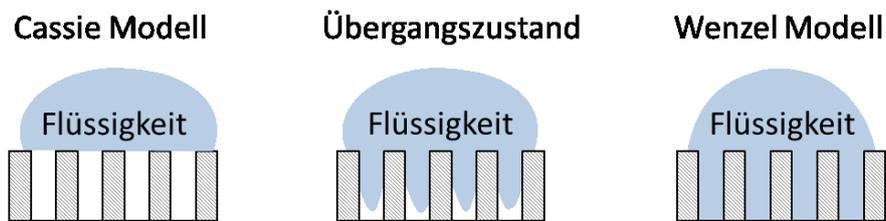


Abb. 2.13: Darstellung der Modelle zur Beschreibung des Rauheitseinflusses auf die Benetzung: CASSIE und BAXTER-Modell, Übergangszustand und das WENZEL-Modell nach WHYMAN (Whyman und Bormashenko 2012)

Für die vorliegende Arbeit werden im weiteren Verlauf nur die scheinbaren Kontaktwinkel, im Folgenden nur noch Kontaktwinkel genannt, verwendet. Das ist darin begründet, dass die verwendeten keramischen Materialien aufgrund ihrer Herstellungsart, stets eine raue Oberfläche aufweisen. Deswegen ist es für die Bewertung des Modellsystems angebracht, den makroskopisch messbaren Kontaktwinkel zu verwenden. Die Rauheiten der im experimentellen Teil dieser Arbeit verwendeten Materialien werden im Kapitel 3 genauer beschrieben.

Die Literaturrecherche zur Benetzbarkeit ermöglicht die Erklärung des Modellansatzes der zurückziehenden Flüssigkeit aus Kapitel 2.1 bzw. Abb. 2.2 b. Aufgrund der enorm hohen Oberflächenenergien der Metallschmelzen ist es für das flüssige Metall energetisch günstiger, vorhandene Poren nicht zu benetzen oder sich aus entstehenden Feststoff-Feststoff-Kontaktzonen zurückzuziehen. Das führt dazu, dass sich Hohlräume bilden, in die Gas eindiffundieren kann (Butt und Kappl 2009). Das Gas stammt aus der mit Gas gesättigten Schmelze oder aus den nicht benetzten Zonen des Feststoffes und füllt die Kontaktzonen aus, siehe CASSIE-BAXTER-Modell.

2.3 Wechselwirkungskräfte zwischen Feststoffen

Die wirkenden Kräfte zwischen zwei Feststoffen sind eng verknüpft mit den Grundprinzipien der Benetzung. Die Interaktion kann attraktiv, also anziehend, oder repulsiv, das heißt abstoßend, sein. Allgemein beschreibt die Haftkraft die attraktiven Wechselwirkungen zwischen zwei Feststoffkörpern. HARTMÜLLER (Hartmüller und Ripperger 2014) gliedern die Haftmechanismen in materielle und immaterielle Interaktionen. Materielle Wechselwirkungen wirken immer, wenn zwischen zwei Feststoffen eine stoffliche Verbindung besteht. Der Hauptvertreter dieser Kategorie ist die Kapillarbrücke. Kapillaren können dabei aus einer Flüssigkeit (Pietsch und Rumpf 1967) oder aus einer Gasphase bestehen. Letzteres tritt auf, wenn die zwei Feststoffoberflächen in einem Fluid miteinander interagieren (Kralchevsky und Denkov 2001; Butt und Kappl 2009, 2010; Hampton und Nguyen 2010). Aus den vorherigen Kapiteln wird deutlich, dass Gaskapillaren von großer Bedeutung für den in dieser Arbeit untersuchten Prozess sein werden. Daher werden im Laufe des Kapitels genauere Betrachtung zu Gaskapillaren und deren Auswirkung auf die Haftung von Partikeln an einer Feststoffoberfläche angestellt.

Als immaterielle Wechselwirkungen werden die elektrostatischen, magnetischen und quantenmechanischen Interaktionen bezeichnet. Die Kraftwirkung erfolgt bei dieser Kategorie auch ohne Kontakt, jedoch ist die Intensität dieser Haftungsmechanismen sehr stark von dem Abstand der interagierenden Oberflächen abhängig. Unter atmosphärischen Bedingungen sind die quantenmechanischen Wechselwirkungen dominierend (Hoek und Agarwal 2006; Hartmüller und Ripperger 2014). Die quantenmechanischen Kräfte sind omnipräsent, wohingegen die elektrostatischen und magnetischen Kräfte stofflicher Voraussetzungen bedürfen. Ursprung der quantenmechanischen Haftungsmechanismen sind die zufälligen zeitlichen und lokalen Fluktuationen der Elektronen der Atome bzw. der Moleküle. Diese Fluktuation erzeugen temporäre Dipolmomente, die stets eine attraktive Wirkung haben (Hamaker 1937; Oss et al. 1988; Hoek und Agarwal 2006). Die quantenmechanischen Kräfte werden in der Literatur als VAN DER WAALS (vdW)-Kräfte bezeichnet. Die vdW-Wechselwirkungen setzen sich aus den KEESOM-Kräften, den DEBYE-Käften und den LONDON-Kräften zusammen, wobei die LONDON-Anteile in der Regel dominierend sind. Für weiterführende Information sei an dieser Stelle auf das Buch von BUTT und KAPPL verwiesen (Butt und Kappl 2010).

Zur Berechnung der dispersen Haftkraft existieren sehr viele Modellvorstellungen. Grundsätzlich gibt es einen mikroskopischen Ansatz nach HAMAKER (Hamaker 1937; Götzinger und Peukert 2003a) und den makroskopischen Ansatz. Nach HAMAKER kann die Anziehungskraft zwischen zwei Feststoffoberflächen durch die additive Betrachtung der Wechselwirkungen aller Atome untereinander, in einem bestimmten Abstand vom Kontaktpunkt, bestimmt werden. Der makroskopische Ansatz nach LIFSHITZ bestimmt die Wechselwirkungen durch die optischen Eigenschaften (Emission und Adsorption von Lichtquanten) der Feststoffoberflächen mithilfe der komplexen Dielektrizitätskonstante (Lifshitz 1956; Schubert 2003). Ebenfalls einen makroskopischen Ansatz verfolgen die Kontaktflächenmodelle von BRADLEY, JKR, DMT und MAUGIS (Ziskind et al. 1995; Laitinen et al. 2013; Götzinger und Peukert 2003b). Sie berechnen die Haftkraft mit der Grenzflächenenergie γ_{SL} und berücksichtigen den Einfluss auftretender Verformungen der Kontaktpartner auf die Haftenergie. Die Kontaktflächenmodelle können aber den Einfluss des Abstandes auf die Haftkraft nicht abbilden (Götzinger und Peukert 2003a). Da in der vorliegenden Arbeit hauptsächlich mit Aluminiumoxid gearbeitet wird, welches eine sehr hohe Steifigkeit aufweist, kann der Einfluss der Verformung vernachlässigt werden (Götzinger und Peukert 2003a).

Für die weiteren Betrachtungen wird der mikroskopische Ansatz genutzt. *Abb. 2.14* zeigt die Modellvorstellung zur Berechnung der vdW-Kraft. Für den Fall einer ideal glatten Kugel mit dem Durchmesser d_p und einer ideal glatten Feststoffoberfläche kann die vdW-Kraft nach Gl. 2.7 berechnet werden. Die Gleichung gilt für starre Körper und einen Abstand a kleiner 50 nm (Schubert 2003). Anhand Gl. 2.7 wird deutlich, dass die vdW-Wechselwirkungen sehr stark vom Abstand abhängig sind (siehe auch *Abb. 2.15 a*) und somit erst kurz vor dem Kontakt ereignis relevant werden. Die HAMAKER-Konstante C_H ist das Maß für die Stärke der dispersen Wechselwirkungen zwischen zwei stoffgleichen Oberflächen im Vakuum. Die Bedeutung der vdW-Kräfte nimmt dabei mit zunehmendem Partikel Durchmesser ab, da die Gewichtskraft mit der dritten Potenz vom Durchmesser ansteigt. Die vdW-Kräfte sind dagegen nur direkt proportional zum Partikeldurchmesser (Rumpf 1974).

$$F_{vdW} = \frac{C_H \cdot d_p}{12a^2} \quad \text{Gl. 2.7}$$

Die HAMAKER-Konstanten für die interagierenden Feststoffe können experimentell und mathematisch berechnet werden (Fowkes 1964; Krupp 1967; Israelachvili und Tabor 1972). Alle Ansätze unterliegen aber bestimmten Annahmen und die experimentellen Ergebnisse gewissen Schwankungen. Deswegen findet man in der Literatur für gleiche Systeme zum Teil stark variierende HAMAKER-Konstanten. *Tab. 2.5* zeigt eine kleine Auflistung von HAMAKER-Konstanten für Feststoffsysteme, die in dieser Arbeit verwendet werden. Es wird deutlich, dass eine wässrige Phase zwischen zwei Oberflächen zur Reduktion der vdW-Kraft führt. Zur Berechnung der HAMAKER-Konstante für ein Mehrphasensystem werden Mischungsregeln verwendet (Schubert 2003; Hartmüller und Ripperger 2014), auf die hier nicht weiter eingegangen werden soll.

Tab. 2.5: Literaturwerte der Hamaker Konstante für verschiedene Stoffkombinationen nach ISRAELACHVILI^a und GÖTZINGER^b (Israelachvili 2011; Götzinger und Peukert 2003a)

System	HAMAKER-Konstante C_H in 10^{-20} J
$Al_2O_3 / Al_2O_3^a$	15
$Al_2O_3 / Al_2O_3^b$	15 – 16
$Al_2O_3 / Al_2O_3^b$	14,5
PTFE / PTFE ^a	3,8
PS / PS ^a	6,6 – 7,9
$Al_2O_3 / Wasser / Al_2O_3^a$	6,7
$Al_2O_3 / Wasser / Al_2O_3^b$	5,2 – 5,3
$Al_2O_3 / Wasser / Al_2O_3^b$	2,7
PTFE / Wasser / PTFE ^a	0,33
PS / Wasser / PS ^a	0,95 – 1,9

Zusätzlich zu den Schwierigkeiten der Bestimmung der wirkenden HAMAKER-Konstante wird die Berechnung der vdW-Kraft durch den Einfluss der Rauheit der beteiligten Feststoffoberflächen und durch vorhandene Oberflächenverunreinigungen stark beeinflusst (Israelachvili und Tabor 1972; Iida et al. 1993; Hoffmann et al. 2002; Ballal und Chapman 2013; Parsons et al. 2014). Letzteres wird im Ergebnisteil am Beispiel von Alkohol in Wasser noch kurz diskutiert.

Die Unebenheiten der beteiligten Feststoffe führen dazu, dass weder die genaue Kontaktfläche der interagierenden Körper noch der effektive Abstand der beiden Oberflächen zueinander bestimmt werden kann. RUMPF (Rumpf 1974) entwickelte ein einfaches, bis heute angewendetes, Modell, um den Einfluss der Rauheit auf die vdW-Kraft zu beschreiben. Dabei wird die Rauheit durch eine Halbkugel mit dem Durchmesser d_r modelliert, die ebenfalls eine Haftwirkung gegenüber der ebenen Fläche erfährt. Mit

steigendem Durchmesser der Halbkugel erhöht sich der Abstand a zum Hauptpartikel d_p und somit reduziert sich die disperse Haftkraft zwischen dem Hauptpartikel und der ebenen Fläche. Andererseits erhöht sich die Haftwirkung der Rauheit mit der glatten Oberfläche. Die Berechnung der Haftkraft erfolgt nach Gl. 2.8 (Schubert 2003):

$$F_{\text{vdW}} = \frac{C_H}{12} \left(\frac{d_r}{a^2} + \frac{d_p}{\left[a + \frac{d_r}{2} \right]^2} \right) \quad \text{Gl. 2.8}$$

Abb. 2.14 II zeigt den RUMPF Ansatz, indem die Rauheit des Hauptpartikels durch eine Halbkugel beschrieben wird. Somit erhöht sich der minimale erreichbare Abstand des Hauptpartikels zur glatten Oberfläche. Der minimal erreichbare Abstand a_0 zwischen zwei festen Körpern, dargestellt in Abb. 2.14 III, wird mit 0,3 bis 0,4 nm angenommen (Krupp 1967; Rabinovich et al. 2000a).

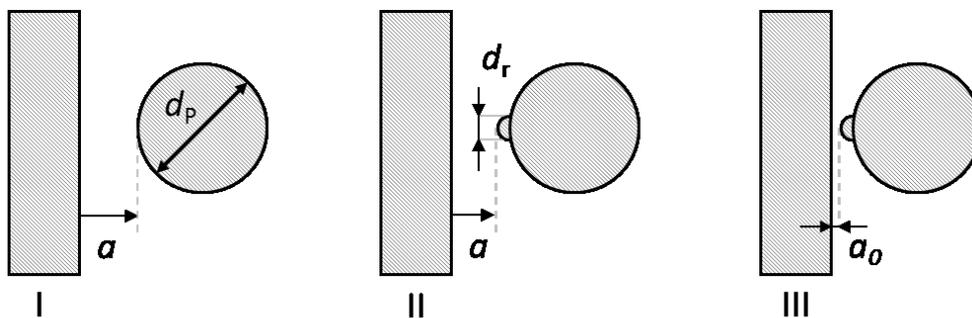


Abb. 2.14: Modell zur Berechnung der Haftkraft zwischen zwei Festkörpern: I - beschreibt den Fall ideal glatter Feststoffe mit dem Abstand a ; II - zeigt den Ansatz nach RUMPF die Rauheit eine Kugel mit dem Durchmesser d_r zu modellieren; III - zeigt den minimalen Abstand a_0 zweier Feststoffe im Kontakt nach RUMPF (Rumpf 1974)

Die Schwierigkeit bei der Anwendung des Modelles nach RUMPF ist die Bestimmung des charakteristischen Halbkugeldurchmessers d_r , der die Rauheit beschreibt. RABINOVICH et al. modifizierte das RUMPF-Modell, indem er die wirkende Rauheit durch das quadratische Mittel (rms) der Höhenlinie der Ebene und der Kugel beschreibt (Rabinovich et al. 2000a, 2000b). Das quadratische Mittel der Unebenheiten lässt sich im Rasterkraftmikroskop (AFM) direkt messen (Rabinovich et al. 2000b; Heuzeroth et al. 2014) und muss somit nicht abgeschätzt werden. Die vdW-Kraft nach RABINOVICH wird nach Gl. 2.9 berechnet (Rabinovich et al. 2000b):

$$F_{\text{vdW}} = \frac{C_H \cdot d_p}{12 \cdot a_0^2} \left(\frac{1}{1 + \left[\frac{0,5 \cdot d_p}{1,48 \cdot \text{rms}} \right]} + \frac{1}{\left[1 + \frac{1,48 \cdot \text{rms}}{a_0} \right]^2} \right) \quad \text{Gl. 2.9}$$

Die Anwendbarkeit des Modells nach RABINOVICH ist auf nanoskalige Unebenheiten beschränkt und kann somit nicht für Rauheiten im Mikrometerbereich verwendet werden (You und Wan 2013).

Die großen Schwierigkeiten bei der Berechnung der dispersen Haftkräfte führten dazu, dass man versuchte experimentelle Prozeduren zu entwickeln, um die Haftkraft zwischen realen Oberflächen zu bestimmen. In den 60er Jahren bestimmte LÖFFLER die Haftkraft zwischen Partikeln und einer Faser durch die Zentrifugation einer Partikel beladenen Faser (Löffler 1965). ISRAELACHVILI und TABOR veröffentlichten 1972 eine Arbeit zu einer direkten Haftkraftmessmethode (Israelachvili und Tabor 1972). Mit der Entwicklung der Rasterkrafttechnologie (AFM) können seit Ende der 1980er Jahre auch Haftkräfte zwischen einzelnen Atomen gemessen werden (Binnig et al. 1986; Israelachvili 2011; Butt et al. 2005). Das Prinzip der AFM Messung wird im Unterkapitel 0 kurz erläutert. Die direkten Messungen zeigen, dass die gemessenen Haftkräfte um bis zu drei Größenordnungen schwanken und in der Regel logarithmisch normalverteilt sind (Götzinger und Peukert 2004; Fritzsche und Peuker 2014b). Ursache für die breite Verteilung der gemessenen Haftkraftverteilung ist das zufällige Rauheitsspektrum der beteiligten Oberflächen. Zusätzlich wird deutlich, dass die experimentell gemessenen Haftkräfte wesentlich kleiner sind als die theoretisch berechneten (Butt et al. 2005).

Sind Haftkräfte in flüssigen Medien von Interesse, so treten zusätzliche Wechselwirkungskräfte auf. Die DLVO-Theorie vereint die attraktiven vdW-Kräfte mit den elektrostatischen Wechselwirkungen (Derjaguin und Landau 1941; Verwey und Overbeek 1948). Dabei wird der Verlauf der auftretenden Kräfte als Funktion des Abstandes beschrieben. Vor allem in wässrigen Lösungen gewinnen die elektrostatischen Kräfte an Bedeutung (Schubert 2003). Die DLVO-Theorie wurde in den letzten Jahren stetig weiterentwickelt, um weitere Wechselwirkungskräfte in der Berechnung der effektiven Haftkräfte zu berücksichtigen. Die erweiterte DLVO-Theorie wird als xDLVO-Theorie

bezeichnet, soll hier aber nicht weiter vertieft werden (Oss 2006; Hoek und Agarwal 2006; Butt und Kappl 2009).

Neben den rein hydrophoben Wechselwirkungen können hydrophobe Oberflächen in einer wässrigen Umgebung zusätzlich durch Kapillarkräfte beeinflusst werden (Ishida et al. 2000). Die hydrophoben Kräfte entstehen aufgrund der Strukturierung der Hydrathülle um die hydrophobe Oberfläche (Chandler 2005). Ist die Ausdehnung der hydrophoben Oberfläche groß genug, um die räumliche Struktur des Wassers zu stören, kommt es zur Verarmung von Wassermolekülen um die hydrophobe Oberfläche und somit zur Reduzierung der möglichen Wasserstoffbrückenbindungen. CHANDLER visualisierte diesen Verarmungseffekt modellhaft an einem hydrophoben Molekülcluster, siehe *Abb. 2.15 b* (Chandler 2005). Diese Störung der Wasseroberfläche führt zu einer zusätzlichen anziehenden Kraft und fördert den Riss dünner Fluidfilme bzw. die Drainage der Wasserphase aus dem Kontaktbereich zweier hydrophober Oberflächen (Ishida et al. 2000; Hampton und Nguyen 2009). Für hydrophile Partikel wirkt die Strukturierung repulsiv und für hydrophobe Oberflächen ergibt sich eine attraktive Kraft auf die interagierenden Feststoffoberflächen. In *Abb. 2.15 a* sind die Haftkräfte zwischen hydrophoben Feststoffen in einer wässrigen Suspension als Funktion des Abstandes nach HAMPTON dargestellt. Das Diagramm zeigt die Ablösekräfte eines Partikels von einer Feststoffoberfläche aus einer AFM-Messung (Hampton und Nguyen 2010). Die Reichweite der rein hydrophoben Kräfte wird mit bis zu 20 nm angenommen (Ishida et al. 2000) und ist somit weitreichender als die der vdW-Kräfte. Zusätzlich zeigt *Abb. 2.15 a* die Kapillarkräfte (NBFC), die entstehen, wenn sich die Flüssigkeit aus dem Kontaktbereich zurück zieht und sich eine Gaskapillare bildet. Die detektierten Kräfte sind extrem weitreichend und können starke attraktive Kräfte bewirken (Attard 2000; Hampton und Nguyen 2010; Kralchevsky und Denkov 2001).

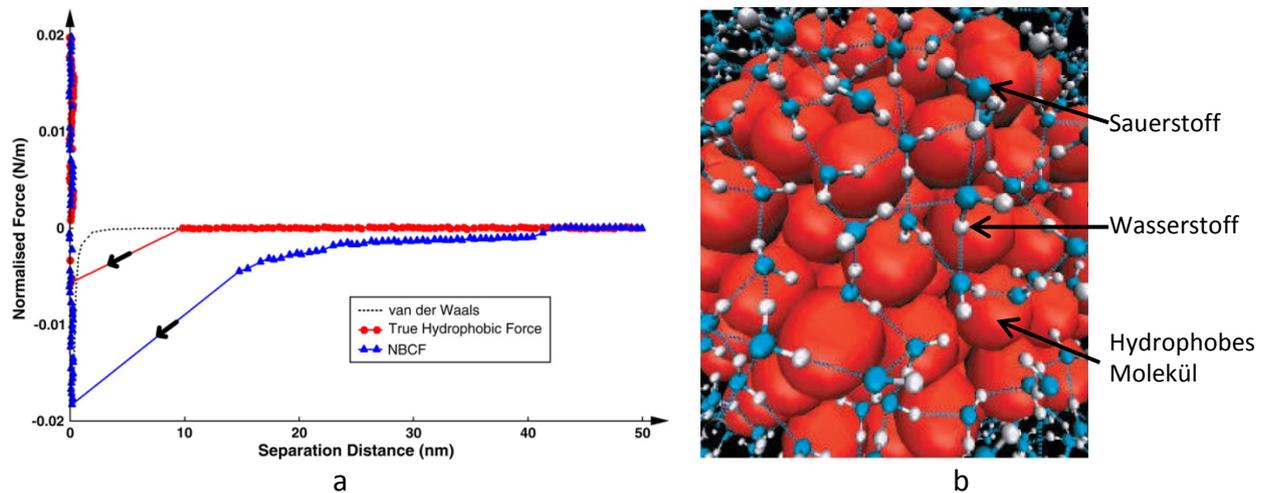


Abb. 2.15: Schema der zusätzlichen Haftmechanismen hydrophober Feststoffe in Wasser: a) Skizze der Gasbrückenbildung und Herkunft des Gases (Hampton und Nguyen 2010); b) Hydrophobe Wechselwirkung aufgrund der Strukturierung von Wasser um ein hydrophobes Molekülcluster: blau - Sauerstoffatome, silber - Wasserstoffatomen und rot – hydrophobe Moleküle (Chandler 2005)

HAMPTON bezeichnet die Haftkräfte durch Gaskapillaren als Nanobubble-Kapillarkräfte (NBCF) was auf die Ansätze von PARKER und ATTARD zurückgeht (Parker et al. 1994). Nanobubbles sind Blasen mit wenigen Nanometern Ausdehnung, die vor allem an hydrophoben Oberflächen messbar sind. Erstmals nachgewiesen wurden Nanobubbles durch BLAKE und KITCHENER im Jahre 1972 (Blake, T. D. und Kitchener, J. A. 1972). Die Reichweite der attraktiven Kapillarkräfte wird mit bis zu 230 nm angenommen. Die Kraftwirkung der Kapillarbrücke ist abhängig vom Kontaktwinkel der Flüssigkeit mit dem Feststoff und der Kapillarform (Hampton und Nguyen 2009). Ursprung der Gaskapillaren im Feststoffkontakt können Gasreservoirs in Unebenheiten des hydrophoben Substrates oder Diffusionsprozesse sein (Zhang et al. 2008). Die Entstehung von Gaskapillaren und im Speziellen die Anwesenheit von Nanobubbles ist stark abhängig von der Temperatur und dem Umgebungsdruck des Fluides (Hampton und Nguyen 2010).

Für die Kraftwirkung einer entstandenen Gaskapillare gibt es diverse Berechnungsansätze (Kralchevsky und Nagayama 1994; Hampton und Nguyen 2010; Hansson et al. 2013). Abb. 2.16 zeigt eine Gaskapillare zwischen einer Kugel und einer ebenen Fläche. Der Winkel β_K beschreibt die Gaskontaktzone der Kugel. Die Radien r (meridional) und l (azimuthal) charakterisieren die Form der Gaskapillare. Der Kontaktwinkel θ_1 beschreibt den Kontaktwinkel der Flüssigkeit zum Partikel und θ_2 den Kontaktwinkel der Flüssigkeit zur ebenen Fläche (Filter).

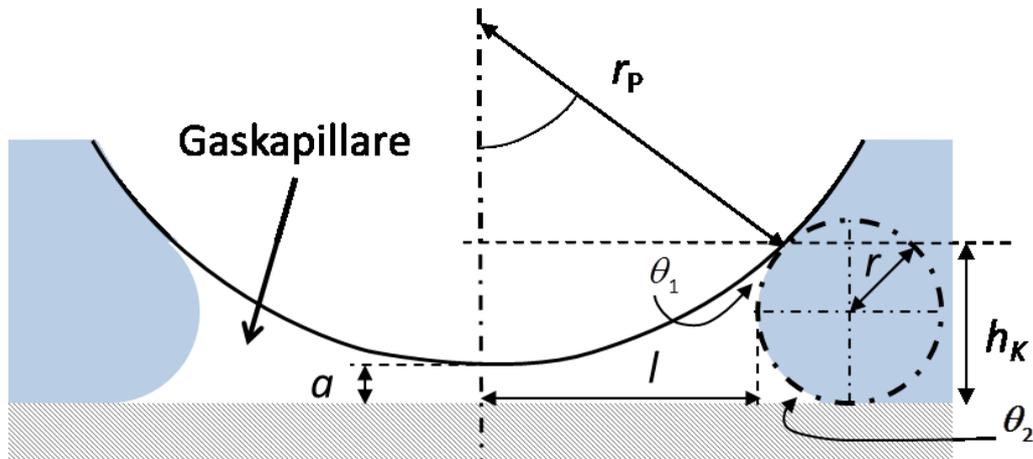


Abb. 2.16: Skizze einer konvexen, somit anziehend wirkenden Gaskapillare nach HAMPTON (Hampton und Nguyen 2009) zwischen einer Kugel und einem flachen Substrat

HAMPTON und BUTT postulieren, dass die resultierende Kraft einer Gaskapillare durch den Ansatz einer Flüssigkapillare berechnet werden kann (Butt und Kappl 2009; Hampton et al. 2008). Um die Kapillarkraft zu bestimmen, ist es notwendig, die Form der Kapillare zu berechnen. Die folgende Herleitung ist BUTT und KAPPL entnommen (Butt und Kappl 2009). Über die YOUNG-LAPLACE-Gleichung (Gl. 2.10) lässt sich die Form einer Gaskapillare aus dem Druckgradient zwischen dem Gasraum und der Flüssigkeit sowie der Oberflächenenergie der Flüssigkeit berechnen.

$$\Delta p = \gamma_L \left(\frac{1}{r} + \frac{1}{l} \right) \quad \text{Gl. 2.10}$$

Die wirkende Kapillarkraft setzt sich aus dem Anteil der Oberflächenenergie und dem Anteil des LAPLACE-Druckes zusammen und berechnet sich nach Gl. 2.11:

$$F_K = -\pi \gamma_L r_p \sin \beta_K \left[2 \sin(\theta_1 + \beta_K) + r_p \sin \beta_K \cdot \left(\frac{1}{r} - \frac{1}{l} \right) \right] \quad \text{Gl. 2.11}$$

Für Gl. 2.11 wird vorausgesetzt, dass die Kreisapproximation zutrifft. Demnach können der azimutale Radius l und der meridionale Radius r als Kreise angenommen werden. Weiterhin soll $d_p \gg l$ gelten und β_K hinreichend klein sein.

Die Gl. 2.11 kann durch eine Iteration oder bestimmte Vereinfachungen analytisch gelöst werden. Im Folgenden soll die analytische Näherungslösung verwendet werden. Die explizite Lösung in Gl. 2.12 setzt voraus, dass $d_p \gg l \gg r$ und dass der Kontaktwinkel zwischen Kugel und Fluid $\theta_1 \gg 0$ ist.

$$F_K = 2\pi\gamma_L r_p \left(2c_K - \frac{a}{r} \right) \quad \text{Gl. 2.12}$$

Für flüssige Kapillaren in feuchter Gasumgebung kann r durch die KELVIN-Gleichung berechnet werden. Für Gaskapillaren in flüssiger Umgebung konnte in der Literatur keine gesonderte Gleichung für den meridionalen Radius gefunden werden. Unter der Annahme, dass der Abstand a gegen null geht, kann der zweite Term in der Klammer vernachlässigt werden, und somit vereinfacht sich die Haftkraftberechnung einer Kapillare auf Gl. 2.13:

$$F_K = 4\pi\gamma_L r_p c_K \quad \text{Gl. 2.13}$$

Der Kapillarparameter c_K berechnet sich nach Gl. 2.14.

$$c_K = \frac{\cos(\theta_1 + \beta_K) + \cos \theta_2}{2} \quad \text{Gl. 2.14}$$

Mit dem vorgestellten Ansatz lassen sich die maximalen Kapillarkräfte für den Idealfall glatter Oberfläche von Kugel und ebener Fläche berechnen. Die errechneten Haftkräfte nach Gl. 2.13 sind in der Regel wesentlich höher als die experimentell ermittelten Werte (Attard 2000), was auch durch eigene Rechnung bestätigt werden kann. Einen Vergleich zwischen den berechneten Werten der hergeleiteten Gleichungen und den Messwerten aus Kapitel 4.3 erfolgt im Anhang 11.2. Die große Schwierigkeit bei der Berechnung liegt in der Bestimmung der Kontaktwinkel θ_i und der Form der Kapillaren (siehe *Abb. 2.16*). Dennoch ermöglicht die hergeleitete Gleichung eine Abschätzung über die Größenordnung der zu erwartenden Kräfte und somit eine Bewertung der gemessenen Haftkräfte.

KRALCHEVSKY (Kralchevsky und Denkov 2001) und ATTARD (Attard 2000) untersuchten unter anderem die Kraftwirkungen von Kapillaren und deren Abhängigkeit von relevanten Systemgrößen. Demnach steigen die Haftkräfte mit steigendem Kontaktwinkel zwischen dem Feststoff und der Flüssigkeit. Die Haftkraftsteigerung wird nicht nur durch Nanobubbles erreicht, sondern auch durch Blasen bis zu einer Ausdehnung von 200 μm (Attard 2000; Ditscherlein 2015).

Anhand der Literatur wird deutlich, welche Bedeutung die vdW-Kräfte und die hydrophoben Wechselwirkung auf eine Suspension bzw. die Filtration haben können. Gerade Letzteres fördert die Aggregation von dispergierten Partikeln (Chandler 2005), was sich positiv auf die

Filtration auswirkt. Haben die Partikel die Filteroberfläche erreicht, werden die wirkenden attraktiven Kapillarkräfte die Haftwahrscheinlichkeit der Partikel erhöhen.

2.4 Tiefenfiltration

Die Filtration im Allgemeinen beschreibt das Feld der mechanischen Fest-Flüssig-Trennung und gehört somit zum Bereich der mechanischen Trenntechnik. Die Filtration ist ein wichtiger Teilschritt in produzierenden Industriebereichen, da ein Großteil der Produkte in einer flüssigen Phase hergestellt werden oder in Flüssigkeiten eine Veredlung erfahren. Filtrationsprozesse sind sowohl für die Industrie als auch für die Aufbereitung von Wasser und die Reinigung von Luft essentiell und somit ein wichtiger Bereich der Verfahrenstechnik. Grundsätzlich unterscheidet man vier beziehungsweise fünf Filtrationsprinzipien (Luckert 2004; Schubert 2003). LUCKERT unterteilt die Fest-Flüssig-Trennung in die Kuchenfiltration, die Siebfiltration, die Tiefenfiltration und die Querstromfiltration. SCHUBERT hingegen sieht in der Pressfiltration ein fünftes elementares Filtrationsprinzip. Abb. 2.17 zeigt schematisch die idealisierten Modellvorstellungen der fünf Wirkprinzipien. Für das Verständnis dieser Arbeit ist die Tiefenfiltration von besonderer Bedeutung und wird detaillierter betrachtet.

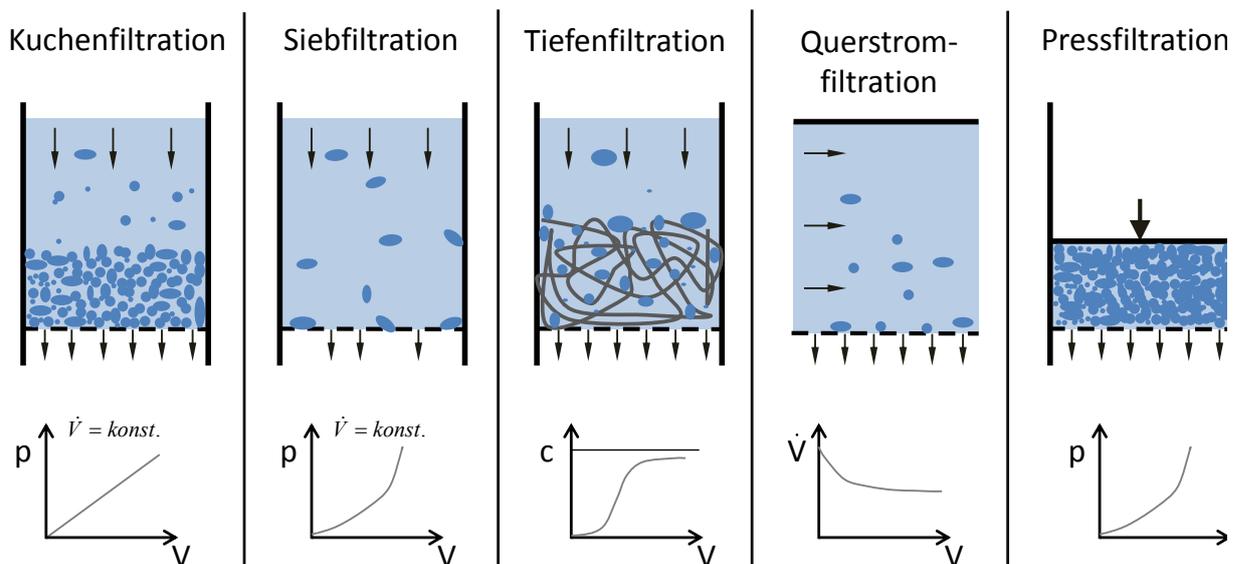


Abb. 2.17: Modellvorstellung der Fest-Flüssig-Trennung nach SCHUBERT und LUCKERT (Schubert 2003; Luckert 2004)

In realen Prozessen treten in der Regel Mischformen der skizzierten idealen Modellvorstellungen nach Abb. 2.17 auf. Beispielhaft kann man das am Verlauf einer Tiefenfiltration beschreiben. Nach der Modellvorstellung werden alle Partikel in das

Volumen des Filters transportiert und treffen dort aufgrund des Sperreffektes oder durch die Trägheit des Partikels auf die Oberfläche eines Kollektors (Suneja und Lee 1974; Zamani und Maini 2009). In Prozessen mit sehr feinporigen Filterstrukturen, zum Beispiel Schichten aus Zellulose (Zeller 2011; Lösch und Peuker 2013; Lösch 2015), können nicht alle Partikel in den Filter einströmen und es kann der Aufbau eines feinen Filterkuchens beobachtet werden. Umgekehrt kann es bei der Kuchenfiltration nach Aufbau der ersten Filterkuchenschicht zu Tiefenfiltrationseffekten im Inneren des Filterkuchens kommen, wenn feine Partikelfractionen in den Kuchen migrieren. Einen ähnlichen Effekt macht sich die Anschwemmfiltration zunutze (Berndt 1981). Dabei wird vor dem eigentlichen Filtrationsprozess eine Grundfilterschicht aus Filterhilfsmittel aufgebaut (Precoat). Anschließend wird der Suspension kontinuierlich Filterhilfsmittel zugegeben, Bodyfeed genannt (Bohnet 2004). Der Bodyfeed wirkt als Agglomerationshilfsmittel für die feinen Feststoffteilchen und bildet kontinuierlich neuen, unbeladenen Filterkuchen. Die feinen Partikel, die eigentlich einen sehr kompakten Filterkuchen bilden würden, werden im Inneren der wachsenden Kuchenstruktur abgeschieden, wodurch der spezifische Filterkuchenwiderstand über den gesamten Prozess niedrig bleibt.

Eine weitere Sonderform der Fest-Flüssig-Trennung ist die Dampfdruckfiltration (Peuker und Stahl 2001). Bei der Dampfdruckfiltration wird die mechanische Filtration mit einer thermischen Trocknung kombiniert. Nach Aufbau eines Filterkuchens wird der Kuchen mit leicht überhitzten Dampf beaufschlagt, was zum einen die Entfernung der Mutterflüssigkeit fördert und zum anderen durch das Einbringen von Wasser einen simultanen Wascheffekt bewirkt.

Da die Anwendungsmöglichkeiten der Tiefenfiltration sehr weitreichend sind, untergliedert man das Verfahren bezüglich der Struktur des Filtermediums. DICKENSON unterscheidet die Tiefenfiltration dabei in drei verschiedene Arten (Dickenson 1992). Die kuchenähnlichen Medien bestehen aus einer losen Schüttung von Partikeln. Die Partikelschüttung wird durch ein Stützmedium gehalten. Eine typische Anwendung der Schüttschichten ist die Aufbereitung von Trinkwasser (Sandfilter). Zunehmende Bedeutung als Filtermaterial erfährt Zellulose, unter anderem als Ersatz für die fossile Kieselsäure in der Bierfiltration (Luckert 2004; Lösch und Peuker 2013). Eine weitere Art der Tiefenfilter sind verfilzte oder gewebte Fasermedien. Fasergewebe bestehen aus dünnsten Fasern, die eine Vielzahl von

gekrümmten Porenkanälen bilden, in denen die Partikel abgeschieden werden können. Häufige Anwendung finden diese sehr feinporigen Gewebe in der Gasreinigung (Luckert 2004). Die dritte Art von Tiefenfiltermedien sind poröse Filterstrukturen. Diese Filter bestehen aus einem massiven Gerüst und somit konstanter Porosität, sodass der Durchfluss mit dem Kapillarmodell beschrieben werden kann. Eine Unterart dieser porösen Strukturen sind grobporige Keramikschaumfilter auf der Basis von Polyurethanschäumen (Schwartzwalder und Somers 1963; Luyten et al. 2009). Sie werden unter anderem bei der Filtration von Metallschmelzen eingesetzt. Für die genaue Beschreibung der Keramikschaumfilter sei auf Kapitel 3.2.1 verwiesen.

Die Tiefenfiltration eignet sich zur Klärung hoher Volumenströme mit geringsten Feststoffbeladungen (wenige Gramm pro Kubikmeter) (Bohnet 2004), die alleine keinen Kuchen bilden bzw. dessen Filterkuchen aufgrund der geringen Partikelgröße einen zu großen Druckverlust erzeugen würde (Luckert 2004). Die Tiefenfiltration wird in der Getränkeindustrie, Wasser- und Luftaufbereitung sowie in der chemischen und pharmazeutischen Industrie eingesetzt. Hauptcharakteristika von Tiefenfiltern sind die vergleichsweise geringen Druckverluste durch die hohen Porositäten der Filterstruktur und die Einlagerung der Störstoffe im Inneren des Filters, dargestellt in *Abb. 2.18*.

Der Druckverlust über einen unbeladenen Tiefenfilter kann über Durchströmungsmodelle oder Umströmungsmodelle berechnet werden. Ausgangspunkt dieser Modelle ist der Ansatz nach Darcy-Weißbach. Demnach ist der Druckverlust proportional zur Durchströmungsgeschwindigkeit, der Fluidviskosität und der Länge des Filters sowie antiproportional zur Durchlässigkeit des Filters. Die von LUCKERT hergeleitete Gleichung zur Berechnung des Druckverlustes zeigt Gl. 2.15 (Luckert 2004):

$$\frac{\Delta p}{H_{TF}} = \frac{\rho_L}{2} \frac{u_L}{d_{char}} \frac{C}{Re} \quad \text{Gl. 2.15}$$

Die Konstante C und der charakteristische Durchmesser d_{char} sind vom gewählten Modell abhängig. Durchströmungsmodelle beschreiben den Druckverlust eines Tiefenfilters mithilfe des hydraulischen Durchmessers d_{hyd} , Gl. 2.16 (Schubert 2003). Der hydraulische Durchmesser beschreibt die Durchströmbarkeit einer Filterschicht auf Basis ihrer Porosität ε und ihrer volumenspezifischen Oberfläche S_V .

$$d_{\text{hyd}} = \frac{4 \cdot \varepsilon}{(1 - \varepsilon)} S_V \quad \text{Gl. 2.16}$$

Die Ansätze nach HAGEN-POISEUILLE und CARMAN-KOZENY (Carman 1948; Carman 1997) sind die klassischen Vertreter der Durchströmungsmodelle. Beide Ansätze sind aber nur für Porositäten kleiner 50 % anwendbar und können im Rahmen dieser Arbeit nicht angewendet werden (Luckert 2004).

Umströmungsmodelle betrachten die Umlenkung der Stromlinien durch die Filterstege als Hauptverlustterm für den Druck und verwenden den charakteristischen Kollektordurchmesser d_K für die Berechnung des Druckverlustes. HAPPEL hat in den 1960er Jahren grundlegende Arbeiten zu den Umströmungsmodellen publiziert (Happel 1958, 1959). Seine Arbeiten bestätigen die Anwendbarkeit des Modells für die Durchströmung von Kugel- und Zylinderanordnungen. Der große Vorteil des Umströmungsmodells nach Happel ist die Anwendbarkeit über einen breiten Porositätsbereich und für Reynolds Zahlen bis $Re = 100$. Nach Gl. 2.17 kann der hydrodynamische Faktor C_{Ha} nach HAPPEL für Zylinderstrukturen berechnet werden. Da der HAPPEL-Ansatz die Umströmung der Kollektoren beschreibt, wird die Filterstruktur in der Modellierung über deren Feststoffvolumenanteil α_F ($\alpha_F = 1 - \varepsilon$) berücksichtigt. Der Druckverlust der Filterstruktur berechnet sich mittels Gl. 2.18.

$$C_{Ha} = -\frac{1}{2} \ln \alpha_F - \frac{1}{2} + \frac{\alpha_F^2}{1 - \alpha_F^2} \quad \text{Gl. 2.17}$$

$$\Delta p = 16 \frac{\eta_L \cdot u_L \cdot h_{TF}}{d_K} \left[\frac{\alpha_F}{1 - \alpha_F} \frac{1}{C_{Ha}} \right] \quad \text{Gl. 2.18}$$

Aus den Gleichungen zur Berechnung des Druckverlustes wird deutlich, dass der Druckverlust mit steigendem Feststoffvolumenanteil α_F stark ansteigt. Daraus ergibt sich ein Erschöpfungskriterium von Tiefenfiltern. Die Lebensdauer eines Tiefenfilters wird in der Regel durch dessen Filtrationsleistung oder anhand eines maximal zulässigen Druckverlusts festgelegt. Letzteres hängt direkt mit dem Zusetzen der offenen Poren im Tiefenfilter zusammen.

Die Abscheidung dispergierter Partikel erfolgt an der inneren Oberfläche des Tiefenfilters. Zu Beginn des Prozesses steht die gesamte umströmte Oberfläche des Filters zur Abscheidung von Partikeln bereit. Somit ist das gesamte Hohlraumvolumen des Filters durchströmbar und

der Druckverlust gering. *Abb. 2.18* stellt die Vorgänge innerhalb eines Tiefenfilters während der Filtration schematisch dar. Tiefenfilter bestehen prinzipiell aus einer Serie aufeinanderfolgender Kollektoren. Als Einzelkollektoren betrachtet, besitzen die Kollektoren in der Regel geringe Abscheideeffizienzen (Dickenson 1992). Dies wird durch die hohe Anzahl der Kollektoren in Strömungsrichtung kompensiert. Die Kontaktwahrscheinlichkeit der Partikel steigt mit der Anzahl an Kollektoren und somit erreichen Tiefenfilter die für sie typischen hohen Abscheidegrade. Tiefenfilter folgen in der Regel einer spezifischen Abscheidefolge. Größere Partikel werden hauptsächlich im ersten Drittel des Filters abgeschieden. Feinere Partikel können dagegen nicht so effizient abgetrennt werden, sodass diese Fraktion vor allem in der Tiefe des Filters abgeschieden werden. Deswegen nimmt die Partikelbeladung des Filters in Strömungsrichtung erst stark zu und dann kontinuierlich ab (Hoferer et al. 2006). Die bereits abgeschiedenen Partikel ragen in die Fluidströmung herein und bilden zusätzliche Oberfläche zur Abscheidung für weitere Partikel (*Abb. 2.18*). Dabei entstehen verschiedenste Abscheidemorphologien, die im weiteren Verlauf noch genauer vorgestellt werden (*Abb. 2.19*).

Mit zunehmender Beladung des Filters verringern die abgeschiedenen Partikel den durchgängigen Durchmesser der Poren und die Strömungsgeschwindigkeit in den Poren steigt. Diese Effektreihenfolge führt zur Erhöhung des Druckverlustes, siehe Gl. 2.18. Die Änderung der Durchströmungsbedingungen beeinflusst zusätzlich die Abscheidung und kann auch zur Redispergierung bereits abgeschiedener Partikel führen (Chiang und Tien 1985; Kasper et al. 2010). Der Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit auf die Partikelabscheidung wird in Unterkapitel 2.4.1 genauer diskutiert.

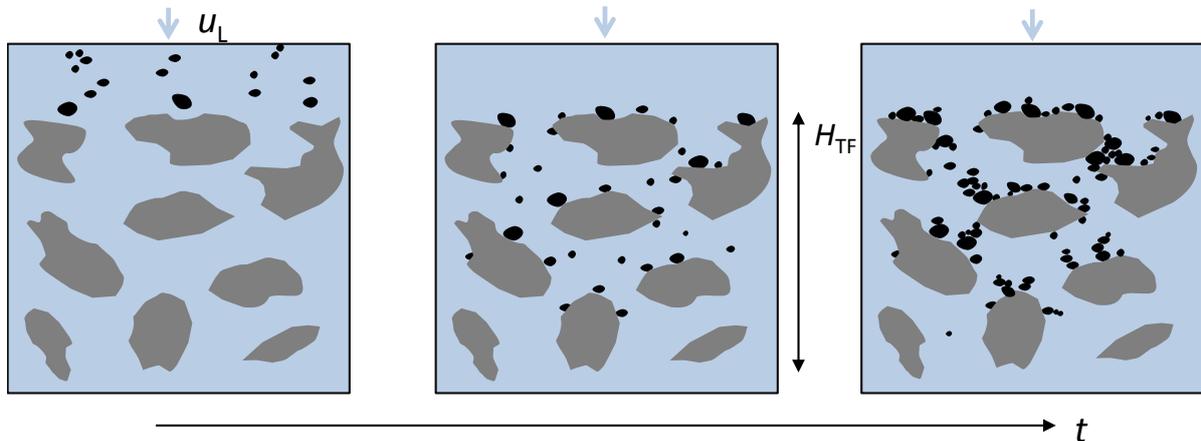


Abb. 2.18: Abscheidung von partikulärer Verunreinigung im Tiefenfilter in Abhängigkeit von der Prozesszeit: Die groben Partikel scheiden sich im ersten Drittel des Filters ab und die feineren Partikel in tieferen Schichten. Typischerweise nimmt die Partikelbelastung eines Tiefenfilters in Strömungsrichtung ab (Dickenson 1992)

Redispergierung bedeutet, dass bereits abgeschiedene Partikel durch Änderungen der Prozessparameter wieder von ihrem Haftpartner gelöst werden. Die Partikel werden von der Fluidströmung aufgenommen und strömen weiter durch den Filter (Kau und Lawler 1995; Kiss et al. 2001; Lin et al. 2009). Im besten Fall prallen die abgelösten Partikel erneut auf einen stromabwärts gelegenen Kollektor. Redispergierung kann auftreten, wenn der Filter seine Abscheidkapazität erreicht hat oder infolge temporären Schwankungen (bspw. Druckstöße) innerhalb des Prozesses. Für einen Tiefenfilter, der seine Aufnahmekapazität erreicht hat, ist die abscheidende Oberfläche so stark mit Partikeln besetzt, dass es lokal zur Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit kommt und somit zur Erhöhung der ablösenden Kräfte, siehe Unterkapitel 2.4.2. Gleiches passiert infolge von temporären Druckschwankungen. Die Redispergierungsneigung innerhalb eines Filtrationsprozesses hängt von der Intensität der temporären Änderung der Prozessbedingungen und wesentlich vom Aufbau der Partikelablagerungen im Filter ab.

Die Partikelabscheidung im Tiefenfilter kann durch reine Adhäsionsschichten erfolgen (Kiss et al. 2001), oder in Form mehrlagiger Abscheidung bis hin zu dendritischen Anlagerungen (Kanaoka et al. 1986), dargestellt in Abb. 2.19. Die Art der Abscheidemorphologie hängt dabei stark von den lokalen Strömungsbedingungen ab (siehe Unterkapitel 2.4.1). Nach Kiss (Kiss et al. 2001) erhöht sich für geringe Strömungsgeschwindigkeiten der Bereich auf einem Kollektor, indem aufprallende Partikel haften Abb. 2.19 a. Zusätzlich ist aus dem Bereich der Gasfiltration bekannt, dass die Strömungsgeschwindigkeit bzw. die daraus resultierenden

dominanten Abscheidemechanismen entscheidend sind für die Morphologie der mehrlagigen Abscheidung (Kanaoka et al. 1980; Kasper et al. 2010). Eine detaillierte Erläuterung folgt in Unterkapitel 2.4.2.

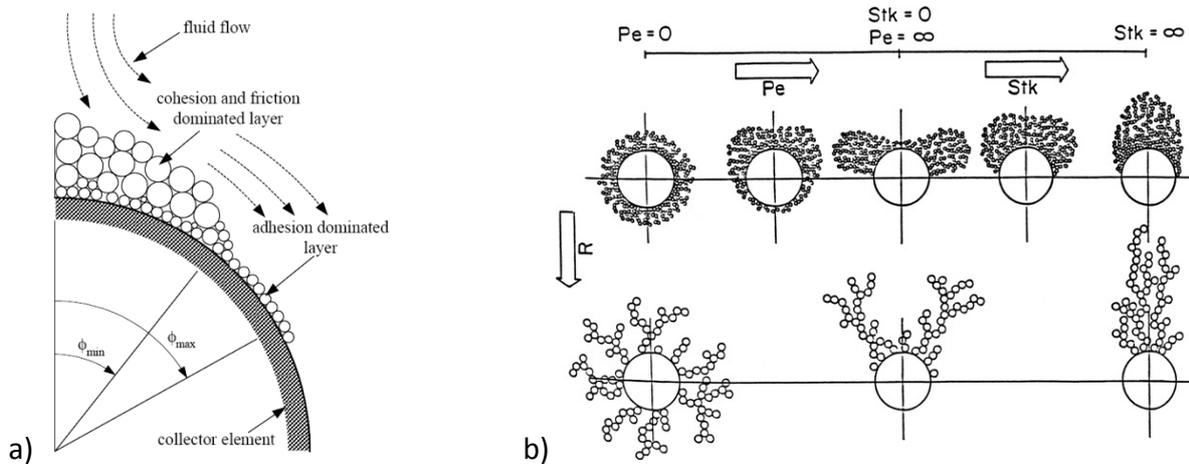


Abb. 2.19: Abscheidemorphologien bei der Tiefenfiltration: a) Mehrschichtige Anlagerung der Partikel in kompakter Form, die in das Hohlräumvolumen hinein wachsen. Die Haftung der Abscheidung wird über den maximalen Abscheidewinkel ϕ_{max} beschrieben (Kiss et al. 2001); b) Formen der Partikelablagerung in Abhängigkeit von den herrschenden Strömungsbedingungen, hier dargestellt durch die PÉCLET-Zahl (Pe), STOKES-Zahl (Stk) und die Sperreffekt-Zahl (R) nach KANAOKA 1986 (Kasper et al. 2010)

Um die skizzierte Redispergierung der Partikel aus einem Tiefenfilter zu verhindern, gibt es zwei Möglichkeiten. Der Zustand eines Tiefenfilters kann mithilfe des Druckverlustes der Filterschicht überwacht werden oder man kennt die maximale Feststoffaufnahmekapazität der Filterschicht. Sind die Filterkapazität des Tiefenfilters und die Konzentration der Verunreinigung in der Ausgangssuspension bekannt, kann die filtrierbare Volumenmenge berechnet werden. Hat die Filterschicht die definierte Betriebsgrenze erreicht, kann der Filter durch Rückspülen gereinigt werden oder der Filter wird gewechselt (Luckert 2004).

Die Modellierung der Tiefenfiltration kann durch den makroskopischen oder den mikroskopischen Ansatz erfolgen (Luckert 2004). Abb. 2.20 stellt die Ansätze der beiden Modellvorstellungen schematisch dar. Makroskopische Ansätze beschreiben die Filtration durch wenige direkt messbare charakteristische Prozessgrößen. Häufig nutzt man dafür die Verunreinigungskonzentration c des Filtrates zum Zeitpunkt t_i nach Verlassen des Filters (Abb. 2.20 b). Die Beschreibung erfolgt durch ein System partieller Differentialgleichungen, was eine Bilanzgleichung und eine Gleichung zur Beschreibung der Kinetik beinhaltet. Der makroskopische Ansatz wird angewendet, um die Prozessdynamik eines Filters zu

beschreiben. Durch die experimentelle Bestimmung der charakteristischen Prozessgrößen für jeden einzelnen Anwendungsfall sind die resultierenden Modelle sehr gut geeignet, um Maßstabsübertragungen vorzunehmen.

Für die vorliegende Arbeit liegt der Schwerpunkt der experimentellen Arbeit auf der Untersuchung der dominanten Filtrations- bzw. Antransportmechanismen. Deswegen wird der mikroskopische Modellansatz verwendet. Hier wird die Filtration der Partikel durch einzelne physikalische Vorgänge beschrieben, die den Transport des Partikels zum Kollektor beeinflussen. *Abb. 2.20 a* gibt einen Überblick über die relevanten Transportmechanismen bei der Tiefenfiltration. Zusätzlich zeigt die Abbildung, für welche Partikelgrößen die einzelnen Mechanismen dominant sind. Submikrometerpartikel werden durch die Diffusion und elektrokinetische Wechselwirkungen entscheidend beeinflusst. Partikel oberhalb eines Mikrometers werden durch Feldkräfte oder die räumliche Ausdehnung der Partikel zum Kollektor transportiert. Nach *Abb. 2.20 a* ergibt sich eine Abscheidelücke aufgrund der Wirkungslücke der Transportmechanismen.

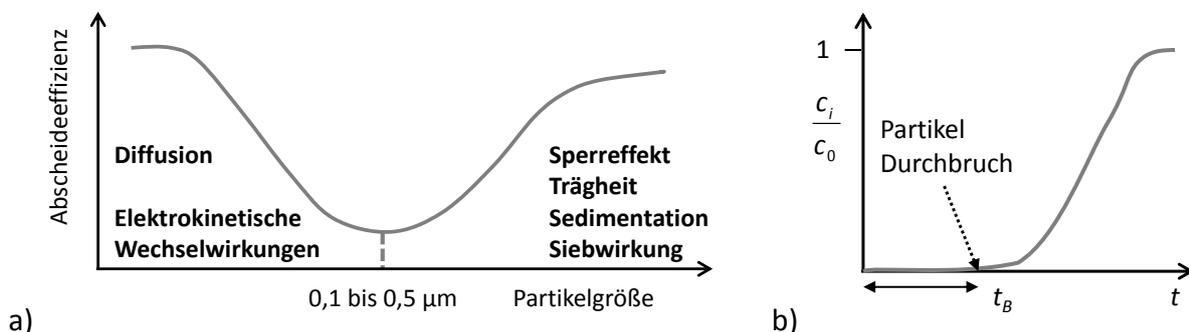


Abb. 2.20: Modelle zur Beschreibung der Tiefenfiltration: a) Der mikroskopische Ansatz modelliert die Partikelbewegung durch die Betrachtung einzelner physikalischer Mechanismen nach LUCKERT (Luckert 2004); b) Der makroskopische Ansatz modelliert die Abscheidung durch charakteristische Größen der Filterstruktur und einem resultierenden System partieller Differentialgleichungen

Für die Modellierung ist es wichtig, zwischen dem reinen Aufprall und der gewünschten Abscheidung zu unterscheiden. Nur wenn das Partikel nach dem Kontakt am Kollektor haften bleibt, spricht man von Abscheidung. Die Abscheideleistung des Tiefenfilters kann durch die Berücksichtigung aller wirkenden Einzelmechanismen berechnet werden. Dafür werden die Abscheidegrade η_i für jeden Transportmechanismus einzeln experimentell oder mathematisch für einen Einzelkollektor ermittelt. Die Kombination der Abscheidegrade erfolgt nach LUCKERT über Gl. 2.19:

$$\eta_{EK} = \sum_i [1 - \Pi(1 - \eta_i)] \quad \text{Gl. 2.19}$$

Zur Berechnung des Einzelkollektorabscheidegrads η_{EK} wird die GAUß'sche Pi-Funktion $\Pi(x)$ verwendet. Der Gesamtabseidegrad der Filterschicht kann anhand von Gl. 2.20 berechnet werden.

$$\eta_{Ges} = 1 - \exp(-f \cdot \eta_{EK}) \quad \text{Gl. 2.20}$$

Dabei beschreibt der Strukturparameter f die Geometrie der Filterkollektoren. Kann die Filterstruktur durch Fasern beschrieben werden, berechnet sich f nach Gl. 2.21 (Luckert 2004).

$$f = \frac{4}{\pi} \alpha \frac{H_{TF}}{d_K} \quad \text{Gl. 2.21}$$

Wie erwähnt, ist die Tiefenfiltration ein Prozess für die Reinigung hoher Volumenströme und wird deswegen für Gas als auch Flüssigkeiten verwendet. Auf dem Gebiet der Gasfiltration existieren bereits viele Theorien zur mikroskopischen Beschreibung der Filtration (Löffler 1965; Hiller 1980; Muhr 1976; Schweers 1993; Kasper et al. 2010). Aus diesem Grund wird für die Beschreibung der flüssigen Tiefenfiltration oft auf die Modelle der Gasfiltration zurückgegriffen. In der Diskussion der experimentellen Ergebnisse wird deswegen besonders auf die Modelle der Gasfiltration Bezug genommen und deren Anwendbarkeit für die Fest-Flüssig-Trennung diskutiert.

2.4.1 Transportmechanismen

Die Tiefenfiltration setzt sich aus zwei Hauptmechanismen zusammen. Damit die disperse Phase abgeschieden werden kann, müssen die Partikel zur Kollektoroberfläche gelangen, dass heißt aufprallen und darüber hinaus nach dem Kontakt haften bleiben. Die Aufprallwahrscheinlichkeit eines Partikels hängt stark von seinen physikalischen Eigenschaften und der vorherrschenden Strömung ab. Im vorherigen Kapitel wurden die relevanten Transportmechanismen bereits teilweise genannt. *Abb. 2.21* zeigt die vier Transportmechanismen, die für Partikel größer einem Mikrometer relevant sind. Die Einflüsse der Diffusion und der elektrokinetischen Wechselwirkungen können für die betrachteten Partikelgrößen vernachlässigt werden (Hiller 1980). Demzufolge kann ein

Partikel auf den Kollektor aufprallen, wenn es direkt auf den Kollektor sedimentiert (I), es seine ursprüngliche Stromlinie aufgrund von Masseträgheit verlässt (II) oder das Partikel so nah am Kollektor vorbeiströmt, dass es aufgrund seiner Ausdehnung den Kollektor berührt (III). Zusätzlich können Partikel auch durch Strömungsphänomene an die Kollektoroberfläche transportiert werden (IV). Die strömungsbedingte Abscheidung bedarf allerdings turbulenter, bzw. nicht laminarer Strömungsfelder, bei denen sich die Strömung vom Kollektor ablöst und stationäre Wirbelzonen bildet.

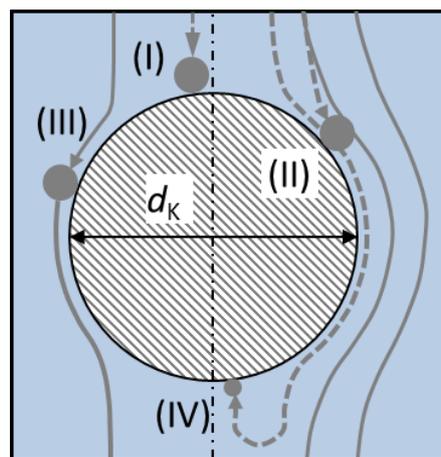


Abb. 2.21: Schematische Darstellung der relevanten Transportmechanismen in flüssigen Medien: (I) Sedimentation; (II) Trägheit; (III) Sperreffekt (Interzeption); (IV) Strömungseffekte

Es ist üblich, die vier genannten Transportmechanismen der Tiefenfiltration durch dimensionslose Kennzahlen zu beschreiben. Ziel dieser Kennzahlen ist es, anhand bekannter physikalischer Größen des Systems, den Einfluss der einzelnen Transportmechanismen auf die Filtration abzuschätzen. Dadurch kann die Filtrationsleistung in einer gegebenen Struktur a priori abgeschätzt werden. Im weiteren Verlauf werden die relevanten dimensionslosen Kennzahlen für kugelförmige Partikel vorgestellt.

2.4.1.1 Sedimentation

Die Schwerkraft als Feldkraft ist omnipräsent und beeinflusst das Transportverhalten der Partikel. Vor allem für geringe Fluidgeschwindigkeiten und spezifisch schwere Partikel bewirkt die Sedimentation, dass Partikel ihre ursprüngliche Strombahn verlassen. Somit kann die Sedimentation ein wesentlicher Aufprallmechanismus werden. Ives (Ives 1975) leitete aus einer Dimensionsanalyse die Sedimentationskennzahl N_s in Gl. 2.22 her. Je größer der Wert der Sedimentationskennzahl ist, desto dominanter ist der Einfluss der Schwerkraft für die Abscheidung im betrachteten System. Betrachtet man die Definition von N_s , erkennt man, dass sie im Prinzip eine dimensionslose Stoke'sche Strömungsgeschwindigkeit darstellt.

$$N_S = \frac{(\rho_P - \rho_L) \cdot g \cdot d_P^2}{18 \cdot u_L \cdot \eta_L} \quad \text{Gl. 2.22}$$

N_S steigt mit zunehmender Feststoffdichte ρ_P und zunehmendem Partikeldurchmesser. Aus Gl. 2.22 wird zudem deutlich, dass die Sedimentation nur bei geringer Hauptfluidströmung u_L und kleiner Fluidviskosität η_L dominant sein wird.

2.4.1.2 Trägheit

Eine weitere Einflussgröße auf die Bewegung eines Partikels ist die Massenträgheit. Aufgrund der Reibung an der Partikeloberfläche des umgebenden Fluid werden Partikel in einer Strömung beschleunigt. Ändert die Strömung aufgrund von Einbauten oder Kollektoren ihre Strömungsrichtung, erfährt das Partikel die Reibung des Fluides und zusätzlich eine Zentrifugalkraft. Als Reaktion auf die wirkenden Kräfte erfährt das Partikel eine resultierende Kraft, die es von seiner ursprünglichen Stromlinie ablenken kann. Um das Verhältnis der Trägheit zur Zähigkeit zu beschreiben, wird die STOKES-Zahl (St) verwendet, siehe Gl. 2.23 (Schubert 2003). Im englischsprachigen Raum wird die STOKES-Zahl auch mit Stk abgekürzt. Im weiteren Verlauf wird aber die Abkürzung St verwendet.

$$St = \frac{(\rho_P - \rho_L) \cdot u_L \cdot d_P^2}{18 \cdot d_K \cdot \eta_L} \quad \text{Gl. 2.23}$$

Die STOKES-Zahl beschreibt die Verhältnisse um einen zylindrischen Kollektor mit dem Durchmesser d_K . In der ursprünglichen Herleitung enthält die STOKES-Zahl zusätzlich den CUNNINGHAM-Faktor Cu . Der CUNNINGHAM-Faktor ist in Gasen relevant, weil er die Wechselwirkungen zwischen dem Partikel und des Gases berücksichtigt. Für Flüssigkeiten ist $Cu = 1$ und kann vernachlässigt werden (Luckert 2004). Je größer die STOKES-Zahl ist, desto höher ist der Einfluss der Trägheit auf die resultierende Partikelbahn. Somit steigt mit zunehmender Hauptfluidströmung und steigender Partikelgröße der Trägheitseinfluss enorm an. Größere Kollektoren reduzieren die wirkende Zentrifugalkraft und reduziert somit die Trägheitswirkung.

2.4.1.3 Sperreffekt

Der dritte direkte Transportmechanismus ist der Sperreffekt, teilweise auch als Interzeption bezeichnet. Wie in *Abb. 2.21 (III)* dargestellt, verläuft die Stromlinie des Partikels so nah am Kollektor, dass das Partikel aufgrund seiner räumlichen Ausdehnung auf den Kollektor prallt.

Um den Sperreffekt zu beschreiben, wird das Verhältnis aus den charakteristischen Durchmessern des Partikels d_p und des Kollektors d_k verwendet, siehe Gl. 2.24.

$$N_i = \frac{d_p}{d_k} \quad \text{Gl. 2.24}$$

Beim Sperreffekt tritt das Partikel nur mit einem Kollektor in Kontakt. Nach LUCKERT liegen typische Sperreffektkennzahlen N_i für Sandschüttungen zwischen 0,0001 – 0,05 und für feinste Faserfilter bei bis zu 10. Je größer die Werte von N_i , desto größer ist auch die Wahrscheinlichkeit der Siebwirkung. Dabei hat das Partikel Kontakt mit zwei Kollektoren, weil dessen Abmessung größer ist als die Pore zwischen den beiden Kollektoren.

Ein wichtiger Punkt des Sperreffekts ist die resultierende Form der Partikelabscheidungen. Überwiegen der Sperreffekt und die Trägheit bei den Transportmechanismen, können sich räumliche Strukturen der Abscheidung ausbilden (*Abb. 2.19 b*). Diese wachsen zum Teil senkrecht zur Strömungsrichtung in die Fluidströmung hinein und bilden wiederum neue Flächen zur Abscheidung weiterer Partikel. Sind die Haftkräfte zwischen den abgeschiedenen Partikeln und dem Kollektor bzw. zuvor abgeschiedenen Partikeln groß genug, um der Strömung zu widerstehen, können sich dendritische Abscheideformationen bilden (Kanaoka et al. 1980).

2.4.1.4 Strömungseffekte

Die letzte Gruppe der Abscheidemechanismen sind direkt strömungsbedingte Änderung der Partikelbahn. Fluide beeinflussen die Bewegung der dispergierten Partikel durch ihr Strömungsprofil. In der Strömungsmechanik unterscheidet man grundsätzlich in laminare oder turbulente Strömungsbilder. Laminare Strömung zeichnen sich durch ein parabolisches Strömungsprofil aus, bei dem die Fluidgeschwindigkeit von außen nach innen zunimmt. Turbulente Strömungen bestehen aus einer Vielzahl kleiner Verwirbelungen und bilden in der integralen makroskopischen Betrachtung ein pfropfenartiges Geschwindigkeitsprofil über dem Porendurchmesser. Turbulente Strömungen besitzen somit annähernd konstante Geschwindigkeiten über dem Querschnitt der Strömung. Um die Art der vorliegenden Strömung zu charakterisieren wird die REYNOLDS-Zahl (Re) verwendet, Gl. 2.25. Je kleiner die REYNOLDS-Zahl ist, desto eher herrscht ein laminares Strömungsprofil vor.

$$Re = \frac{u_L \cdot d_{\text{Char}} \cdot \rho_L}{\eta_L} \quad \text{Gl. 2.25}$$

Für die nachfolgenden Untersuchungen wird davon ausgegangen, dass die erste Reihe der Kollektoren der Filterstruktur in Strömungsrichtung immer laminar angeströmt wird. Doch spätestens nach der ersten Kollektorreihe kann die Strömung unregelmäßig werden und turbulente Strömungsfelder entstehen. Die Auswirkungen dieser Strömungseffekte werden in Kap. 2.5 noch weiter erläutert.

Die Partikel-FROUDE-Zahl (Fr_p) wurde von HILLER eingeführt und beschreibt das Verhältnis der Partikelträgheit zur wirkenden Schwerkraft (Hiller 1980). Die Partikel-Froude-Zahl wird nach Gl. 2.26 berechnet und beschreibt den Einfluss der Trägheit auf die Partikelbewegung im Schwerefeld. Je Größer die Fr_p desto deutlicher ist der Trägheitseinfluss für die resultierende Partikelbewegung.

$$Fr_p = \frac{u_L^2}{d_p \cdot g} \frac{\rho_L}{\rho_p} \quad \text{Gl. 2.26}$$

Die eingeführten dimensionslosen Kennzahlen ermöglichen eine Abschätzung der dominierenden Transportvorgänge für die betrachtete Filtrationsaufgabe. In *Abb. 2.22* sind die Verläufe der eingeführten Kennzahlen in Abhängigkeit der Strömungsgeschwindigkeit (*Abb. 2.22 a*) und der Partikelgröße (*Abb. 2.22 b*) für Aluminiumoxid-Partikel in Wasser dargestellt. Für kleine Partikel sind die Schwerkraft und die Trägheit vernachlässigbar für die Bewegung der Partikel, sie folgen ihrer ursprünglichen Stromlinie. Somit prallen feine Partikel nur durch den Sperreffekt auf den Kollektor. Mit zunehmendem Partikeldurchmesser gewinnen die Schwerkraft und die Trägheit an Bedeutung. Zusätzlich steigt der Einfluss des Sperreffektes. Da die Fluidgeschwindigkeit konstant gehalten wird, ändert sich das Strömungsbild nicht, und somit bleibt die REYNOLDS-Zahl um den Kollektor (Re_K) konstant. Dagegen nimmt die Partikel-FROUDE-Zahl monoton ab, da der Schwerkrafteinfluss auf die Partikelbewegung im konstanten Strömungsfeld mit wachsendem Partikeldurchmesser zunimmt. Betrachtet man *Abb. 2.22 b*, wird der starke Einfluss der Fluidgeschwindigkeit auf den Partikeltransport deutlich. Mit steigender Fluidgeschwindigkeit nimmt der Einfluss der Trägheit auf den Partikeltransport überproportional zu. St und Fr_p steigen stark an und übersteigen die Sedimentationskennzahl um mehrere Größenordnungen. Zusätzlich ändert sich die Strömung um den Kollektor deutlich. Re steigt um drei Größenordnungen, sodass man bei hohen Geschwindigkeiten davon ausgehen muss, dass sich hinter dem Kollektor ein

Ablösegebiet bildet (Schubert 2003). Die Sperrreffektkennzahl wird definitionsgemäß durch die Fluidgeschwindigkeit nicht beeinflusst und bleibt konstant.

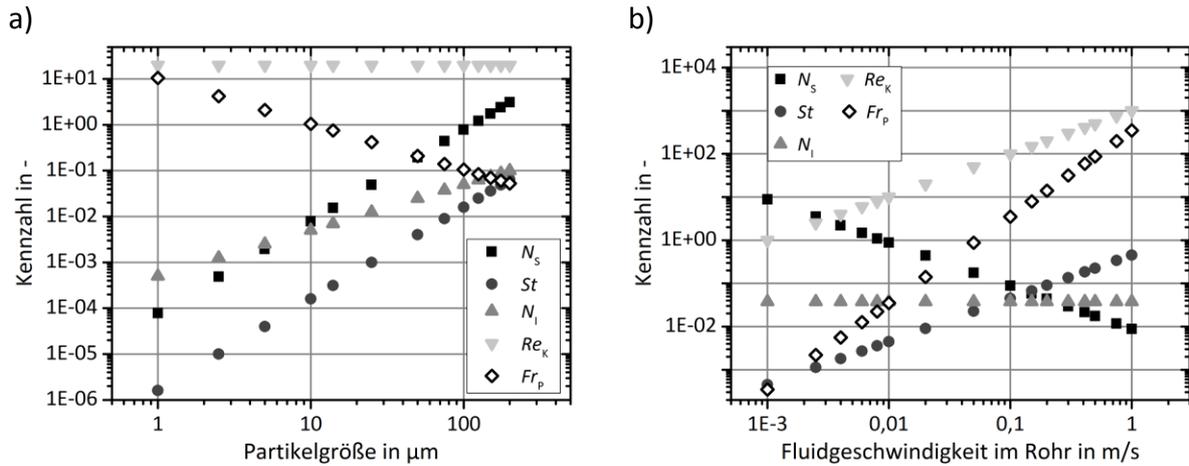


Abb. 2.22: Einfluss von Partikelgröße und der Hauptfluidströmung auf die relevanten Transportmechanismen und die Strömungsbedingungen für Aluminiumoxidpartikel in Wasser bei einem Kollektordurchmesser $d_k = 1 \text{ mm}$: a) Für eine Fluidgeschwindigkeit von $0,02 \text{ m/s}$; b) Für ein $75 \text{ }\mu\text{m}$ Partikel

Die Strömung des Fluides kann den Partikelaufprall aber auch hemmen. LUCKERT unterscheidet dabei in hydrodynamische Querkräfte und die hydrodynamische Hemmung (Luckert 2004). Die Querkräfte entstehen vor allem durch die Wirkung des Strömungsprofils auf das Partikel. Durch Geschwindigkeitsgradienten im Strömungsprofil erfahren hinreichend große Partikel eine Ablenkung in schnellere Zonen des Fluides und somit weg vom Kollektor. Die hydrodynamische Hemmung beschreibt die Verdrängung der flüssigen Phase aus dem Kontaktbereich zwischen dem Partikel und dem Kollektor. Die Theorie dieser viskosen Hemmung geht auf Arbeiten von STEFAN (Stefan 1875) und REYNOLDS (REYNOLDS 1886) zurück, die sich mit der Filmstabilität von Schmierfilmen beschäftigten. Um den Flüssigkeitsfilm zwischen zwei Festkörpern zu verdrängen muss der Flüssigkeitsfilm beschleunigt und aus dem Spalt gepresst werden. Erst wenn der Fluidfilm reißt und sich das Fluid spontan aus dem Kontaktbereich zurückzieht, kann ein Feststoffkontakt entstehen. Aufbauend auf den Arbeiten von STEFAN und REYNOLDS gibt es viele Ansätze, welche die nötige viskose Verdrängungskraft berechnen (Brenner 1961; Adams und Edmondson 1987; Luttrell und Yoon 1992; Vinogradova 1995; Joseph et al. 2001). Abb. 2.23 zeigt schematisch den Verdrängungsprozess der fluiden Phase, wenn sich ein Partikel auf den Kollektor zubewegt. In der Nähe der Feststoffoberfläche kann das Fluid als stationär betrachtet werden. Nach LUTTRELL und YOON (Luttrell und Yoon 1992) erfährt ein Partikel die Hemmung, sobald die Entfernung zum Kollektor kleiner als 5 % seines Durchmessers wird. Somit ist der

Wirkungsbereich der hydrodynamischen Hemmung $h_1 \leq 0,05 \cdot d_p$. Reißt der Fluidfilm, so bricht auch die hemmende Wirkung zusammen. Der Abstand, bei dem der Fluidfilm reißt, wird mit h_{Film} bezeichnet und tritt für hydrophobe Systeme ab einer Entfernung von 50 – 150 nm ein (Luttrell und Yoon 1992).

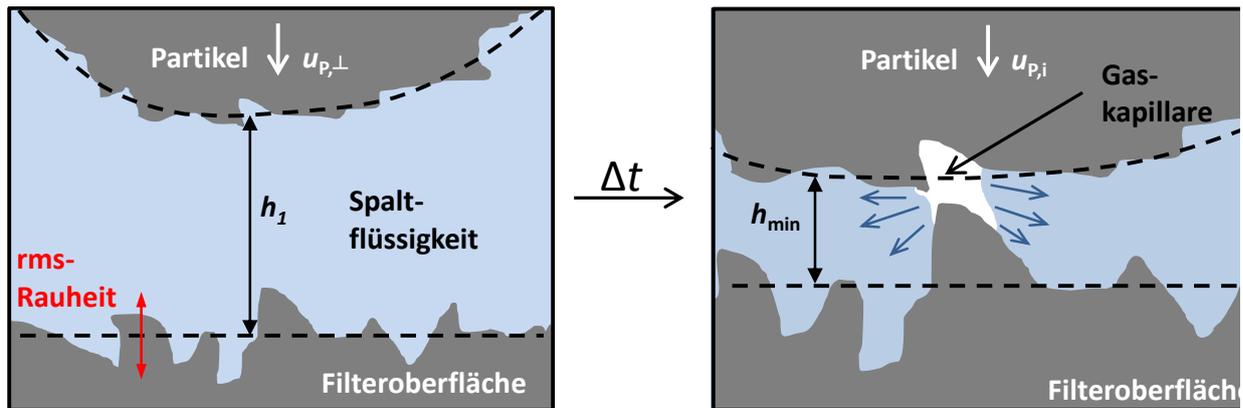


Abb. 2.23: Schematische Darstellung der Schmierfilmtheorie nach STEFAN und REYNOLDS für ein raues Partikel, welches sich auf einen rauhen Kollektor zubewegt (Stefan 1875; Reynolds 1886).

Zur Vereinfachung wird in den etablierten Modellansätzen überwiegend von idealglatten Geometrien ausgegangen, die durch die gestrichelten Linien in Abb. 2.23 angedeutet sind. Zusätzlich zeigt Abb. 2.23 auch die Auswirkungen der realen Topographie von Feststoffoberflächen auf den Flüssigkeitsfilm. Die Rauheit der realen Feststoffoberflächen führt zu Störungen in der Grenzfläche und diese führen bereits vor Erreichen des Filmrisskriteriums h_{Film} zum Filmriss. Um den Einfluss der Rauheit bei der Berechnung der viskosen Verdrängung zu berücksichtigen, wird der quadratische Mittenrauheitswert (rms) der Oberflächen bestimmt (Rabinovich et al. 2000a). Die Ermittlung des rms-Wertes wird in Kap. 3.2 näher erläutert. Die Summe der beiden Oberflächen rms-Werte h_{rms} wird genutzt, um die kritische Filmdicke h_{min} nach Gl. 2.27 zu definieren.

$$h_{\text{min}} = h_{\text{Film}} + h_{\text{rms}} \quad \text{Gl. 2.27}$$

Da die interagierenden Oberflächen auch durch ihre Geometrie die viskose Verdrängung beeinflussen, wird im Folgenden die benötigte Kraft zur Verdrängung des Fluides nach Gl. 2.28 berechnet. Sie ist hergeleitet für die Interaktion eines sphärischen Partikels mit einer ebenen Fläche (Vinogradova 1995; Joseph et al. 2001). Mit zunehmendem Abstand der Feststoffoberflächen h verschwindet der Einfluss der hemmenden Kraft, wohingegen eine steigende Viskosität η_L und zunehmende Partikeldurchmesser zum Anstieg der benötigten Verdrängungskraft F_{vis} führen.

$$F_{\text{vis}} = \frac{3\pi \cdot \eta_L \cdot d_p^2}{2h} \frac{dh}{dt} \quad \text{Gl. 2.28}$$

Mit den nun eingeführten Kennzahlen und den Effekten der Strömung kann die Bewegung der Partikel in einem Fluid abgeschätzt werden. Um Partikelbahnen genauer zu berechnen, werden numerische Simulationen genutzt, die nicht die dimensionslosen Kennzahlen verwenden, sondern die Partikelbahnen unter Berücksichtigung der wirkenden Kräfte berechnen (Rajagopalan und Tien 1976; Tien und Payatakes 1979; Chiang und Tien 1985; Sharma und Yortsos 1987)].

2.4.2 Haftmechanismen

Erreicht das Partikel die Oberfläche des Kollektors, so spricht man vom Kontakt ereignis bzw. Aufprall. Die beiden Feststoffoberflächen haben im Kontaktfall einen Abstand von ca. 0,4 nm, was dem minimal erreichbaren Abstand entspricht (Krupp 1966). Für die Filtration ist es essentiell, dass das Partikel auf dem Kollektor dauerhaft haftet und somit aus dem Fluidstrom abgeschieden ist.

Über die Haftwahrscheinlichkeit des Partikels entscheiden die wirkenden Haft- und Ablösekräfte. Wie bereits eingeführt, ist die wirkende Adhäsionskraft F_{adh} in hydrophoben Systemen die Summe aus den vdW-Wechselwirkungen, der hydrophoben Interaktion und der möglichen Kapillarkraft einer entstehenden Gaskapillare, siehe Gl. 2.29.

$$F_{\text{adh}} = F_{\text{vdW}} + F_{\text{phob}} + F_{\text{K}} \quad \text{Gl. 2.29}$$

Demgegenüber stehen der dynamische Auftrieb F_D , die Widerstandskraft F_W und die kinetische Energie des Partikels $E_{\text{kin},1}$ nach dem Aufprall, die der gespeicherten elastischen Verformungsenergie des Partikels entspricht. $E_{\text{kin},1}$ bildet somit die entscheidende Hürde für den Abscheideprozess.

Aus dem Bereich der Gasfiltration sind bereits viele Arbeiten zur Abscheidewahrscheinlichkeit durchgeführt wurden. LÖFFLER bestimmte durch indirekte Messungen die Haftkraft zwischen Partikel und Faseroberflächen als Funktion der Aufprallgeschwindigkeit, der Partikelgröße und der Luftfeuchte (Löffler 1965). In seinen Experimenten wurden Polyamidfasern mit mineralischen Aerosolen umströmt und im Anschluss die Haftkraft der abgeschiedenen Partikel mithilfe der Zentrifugenmethode

bestimmt. Er schlussfolgerte, dass die benötigten Ablösekräfte mit steigenden Filtrationsgeschwindigkeiten und bei kleineren Partikeldurchmessern deutlich zunehmen. HILLER baute auf den Ergebnissen von LÖFFLER auf und erweiterte das Modell um die Haftwahrscheinlichkeit (Hiller und Löffler 1980; Hiller 1981). Er entwickelte für die Vorhersage der Haftwahrscheinlichkeit ein Modell, welches die Aufprallgeschwindigkeit und die plastische Verformung des Partikels während des Aufpralls bilanziert. Demzufolge kann ein Partikel nur haften, wenn eine plastische Deformation des Partikels mit dem Aufprall einhergeht. Die Deformationsenergie E_p verbraucht kinetische Energie E_{kin} des Partikels und erhöht die Haftfläche zwischen den Feststoffphasen, was wiederum die resultierende Haftenergie E_{adh} erhöht. Die dazugehörige Energiebilanz ist in Gl. 2.30 dargestellt, wobei 0 den Zustand vor dem Kontakt und 1 nach dem Aufprall beschreibt.

$$(E_{kin} + E_{adh})_0 = (E_{kin} + E_{adh})_1 + E_p \quad \text{Gl. 2.30}$$

Nach HILLER kann ein Partikel nur haften, wenn die effektive Adhäsionsenergie ΔE_{adh} (Gl. 2.31) größer ist als die kinetische Energie des Partikels nach dem Aufprall $E_{kin,1}$. Die effektive Adhäsionsenergie resultiert aus der vergrößerten Kontaktfläche der beiden Feststoffe aufgrund der erfolgten plastischen Verformung beim Aufprall.

$$\Delta E_{adh} = E_{adh,1} - E_{adh,0} \quad \text{Gl. 2.31}$$

HILLERS Untersuchungen zeigen, dass die Haftwahrscheinlichkeit mit zunehmender Aufprallgeschwindigkeit stark abnimmt. Ab einer kritischen Aufprallgeschwindigkeit $u_{l,krit}$ wird $E_{kin,1}$ größer als die Summe aus Deformationsenergie und effektiver Haftenergie im Kontakt, und somit prallt das Partikel überwiegend elastisch zurück in den Fluidstrom. Zusätzlich nimmt die Haftwahrscheinlichkeit mit zunehmender Festigkeit des Feststoffes ab, da weniger kinetische Energie in plastische Verformungsenergie umgewandelt wird. Im Gegensatz dazu nimmt die Haftwahrscheinlichkeit mit steigender Partikeldichte und zunehmendem Haftkraftniveau zu. Die Partikeldichte ist wichtig, da sie den Aufprallimpuls beeinflusst.

Bei der Übertragung von Modellen aus der Gasfiltration auf die Beschreibung der flüssigen Filtration muss der Einfluss der höheren Viskosität und Dichte des kontinuierlichen Fluides unbedingt betrachtet werden. Zusätzlich nimmt die Wahrscheinlichkeit von plastischen Verformungen insbesondere in den hier betrachteten Systemen ab, da keine Polymerkollektoren verwendet werden.

Die Abscheidung von Partikeln aus einem Fluidstrom ist nicht irreversibel. Je größer ein abgeschiedenes Partikel ist, desto weiter ragt es aus der kollektornahen langsamen Strömung in schnellere Strömungsbereiche hinein. Die aufgrund der Anströmung wirkenden Kräfte auf das Partikel werden durch die Widerstandskraft und den dynamischen Auftrieb beschrieben. RUBIN beschreibt die Kräfte auf haftende Partikel in seiner Dissertationsschrift ausführlich (Rubin 1977). Die ablösenden Kräfte sind in *Abb. 2.24* dargestellt. Die Widerstandskraft wird nach Gl. 2.32 berechnet und der dynamische Auftrieb nach Gl. 2.33 (Rubin 1977). Beide Herleitungen gelten für sphärische Partikel. Der Hauptunterschied zwischen den beiden Kräften ist der verwendete Proportionalitätsfaktor c_i und die Richtung der resultierenden Kraft, siehe *Abb. 2.24*. Beide Faktoren sinken mit steigendem Re und dem spezifischen Wandabstand a_w (Gl. 2.34), der dem Quotient aus dem Wandabstand h und dem Partikeldurchmesser d_p entspricht.

$$F_W = \frac{\pi}{8} c_W \cdot d_p^2 \cdot \rho_F \cdot u_L^2 \quad \text{Gl. 2.32}$$

$$F_D = \frac{\pi}{8} c_D \cdot d_p^2 \cdot \rho_F \cdot u_L^2 \quad \text{Gl. 2.33}$$

$$a_w = \frac{h}{d_p} \quad \text{Gl. 2.34}$$

Die Proportionalitätsfaktoren können nur experimentell ermittelt werden. Die Untersuchungen von RUBIN belegen, dass unabhängig von a_w der Widerstandsbeiwert c_W wesentlich größer ist als der dynamische Auftriebsbeiwert c_D (Rubin 1977). Die Berechnung von RUBIN für $Re < 30$ ergaben, dass die Auftriebskraft für haftende Partikel maximal ein Viertel der wirkenden Widerstandskraft erreicht. Somit ist die Widerstandskraft der dominante Einfluss auf die mögliche Redispergierung in einer zähen Strömung.

Zusätzlich zu den strömungsbedingten Ablösekräften, wirkt auch die Gewichtskraft und die Auftriebskraft auf das haftende Partikel. Die Gewichtskraft wirkt unabhängig von der Strömungsrichtung immer vertikal und die Auftriebskraft ist der Gewichtskraft entgegen gerichtet.

Um den Einfluss der Gewichtskraft unter Berücksichtigung der Auftriebskraft zu beschreiben, wird die effektive Gewichtskraft eingeführt, die für sphärische Partikel nach Gl. 2.35 berechnet wird. Anhand der Definition der effektiven Gewichtskraft wird deutlich, dass diese sowohl stabilisierend als auch destabilisierend wirken kann.

$$F_{G,\text{eff}} = \frac{\pi}{6} \cdot d_p^3 \cdot (\rho_p - \rho_L) \cdot g \quad \text{Gl. 2.35}$$

Aus dem Wissen der Transportvorgänge und der Haftmechanismen ist es möglich, die Morphologie von partikulären Ablagerungen zu beschreiben. Das Modell von KANAOKA et al. in Abb. 2.19 zeigt die Bildung von dendritischen Partikelstrukturen in Abhängigkeit von den Strömungsbedingungen (Kanaoka et al. 1986). Für geringe Fluidgeschwindigkeiten und somit kleine St können sich dendritische Strukturen nahezu senkrecht zur Strömungsrichtung ausbilden. Eine Voraussetzung für diese Partikelformation ist, dass die wirkenden Haftkräfte im Partikel-Kollektor-Kontakt bzw. im Partikel-Partikel-Kontakt den ablösenden Kräften standhalten. Wird die Strömungsgeschwindigkeit erhöht, so steigt der Einfluss der Trägheit auf den Partikeltransport und die mobilisierende Wirkung des kontinuierlichen Mediums auf bereits abgeschiedene Partikel. Die entstehenden Ablagerungen können nur noch parallel zu den Strömungsbahnen gegen die Flussrichtung anwachsen. Die Ausbildung dendritischer Ablagerungsstrukturen wurde bereits in Simulationen der flüssigen Tiefenfiltration festgestellt (Banzhaf 2004; Luckert 2004).

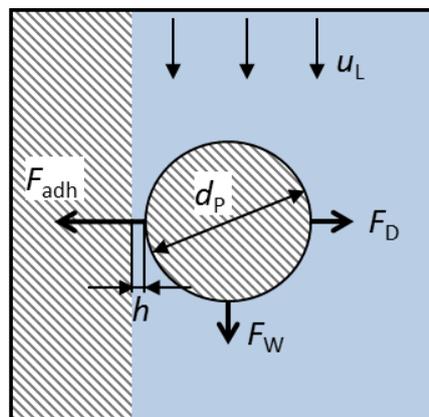


Abb. 2.24: Skizze der wirkenden Kräfte auf ein haftendes Partikel an der Filterwand infolge der Umströmung eines Fluides: dynamische Auftriebskraft F_D , Widerstandskraft F_W und die Haftkraft F_{adh}

In Abhängigkeit von der Morphologie der Abscheidung und der wirkenden Strömung kann es zu diskontinuierlicher Redispergierung kommen (Rembor 2002). Ursache für diese Ablösungseffekte können der kontinuierlich steigende Druckverlust im beladenen Filter oder

punktueller Druckstöße in der Strömung sein (Kiss et al. 2001). Besonders dendritische Ablagerungen neigen zur Redispergierung, da sie weit in die Strömung hinein reichen und keinen Kontakt zum Kollektor haben. Ihre Haftwirkung resultiert aus der Interaktion mit benachbarten Partikeln, was in der Regel eine geringere Kontaktfläche bedeutet.

2.5 Einzelkollektormodell

Tiefenfilter sind dreidimensionale anisotrope Strukturen. Typische Filtermedien sind Schüttungen, Fasermedien, keramische oder metallische Strukturen. Bei allen Medien ist es kaum möglich, die innere Struktur genau zu beschreiben, da sie das Ergebnis eines zufälligen Produktionsprozesses ist. Um die Tiefenfiltration dennoch modellieren zu können, verwendet man den Ansatz des Einzelkollektors (*Abb. 2.19; Abb. 2.21; Abb. 2.24*). Die Idee ist, durch die Analyse der Strömungsbedingungen und der daraus resultierenden Partikelbewegungen um einen Einzelkollektor, Aussagen für eine komplexe Filterstruktur gewinnen zu können. Das Ziel ist es, Aussagen über die Aufprall- und Haftwahrscheinlichkeit, die Abscheidungsmorphologie sowie das Durchströmungsverhalten unregelmäßiger Tiefenfilter zu gewinnen. Das Einzelkollektormodell wird sowohl für experimentelle Untersuchungen als auch für numerische Simulationen von Tiefenfiltrationsprozessen verwendet (Suneja und Lee 1974; Löffler 1965; Muhr 1976; Hiller 1980; Schweers et al. 1992; Kiss et al. 2001; Banzhaf 2004; Lehmann 2005; Kasper et al. 2010).

Zu den ersten experimentellen Arbeiten zählen die Untersuchungen zur Aerosolfiltration. LÖFFLER untersuchte Haftkräfte, MUHR befasste sich mit den Einflüssen der relevanten Feldkräfte auf die Abscheidung, HILLER stellte ein erstes Haftmodell auf und SCHWEERS et al. erarbeiteten den Einfluss der Kollektoranordnung auf die Partikelabscheidung. Kasper et al. untersuchten den Einfluss der Strömung auf die Abscheidemorphologie an einer Einzelfaser.

In flüssigen Medien sind bisher nur wenige experimentelle Arbeiten zum Abscheideverhalten faseriger Tiefenfilter publiziert. Zu den zugänglichen Publikationen zählen die Arbeiten von KISS und BANZHAF. KISS et al. erarbeiteten in Wassermodellen experimentelle Erkenntnisse zum Aufbau der Abscheidung als Funktion der Strömungsbedingungen. Hohe Fluidströmung führen zur Strömungsablösung hinter den Kollektoren, und es bilden sich lokale Wirbel im Schatten der Kollektoren. Diese Wirbel können eine Partikelabscheidung auf der Unterseite

des Kollektors ermöglichen, sie beeinflussen jedoch die Abscheidewahrscheinlichkeit auf den nachfolgenden Kollektoren häufig negativ (Abb. 2.21 (IV)) (Kiss et al. 2001). Abb. 2.25 zeigt die von Kiss et al. experimentell nachgewiesenen Wirbelzonen. Die Existenz dieser Wirbel wurde auch von BEALE und SPALDING beschrieben (Beale und Spalding 1999). Zusätzlich berichtet Kiss et al., dass Schwankungen der Strömung lawinenartige Ablösungen bereits abgeschiedener Partikel hervorrufen können. BANZHAF untersuchte in seinen Experimenten den Einfluss der Faseranordnung in Strömungsrichtung auf die Abscheideleistung einer Tiefenfilterstruktur (Banzhaf 2004). Demzufolge erhöht der leichte Versatz der Fasern senkrecht zur Strömungsrichtung die Abscheidung. Wird der Versatz der Faser zu groß, entsteht ein Strömungsbild, welches die Abscheidung deutlich reduziert. Die Abscheidung pro Faser wird minimal, wenn die Fasern in einer fluchtenden Folge, wie in Abb. 2.25 b dargestellt, angeordnet sind.

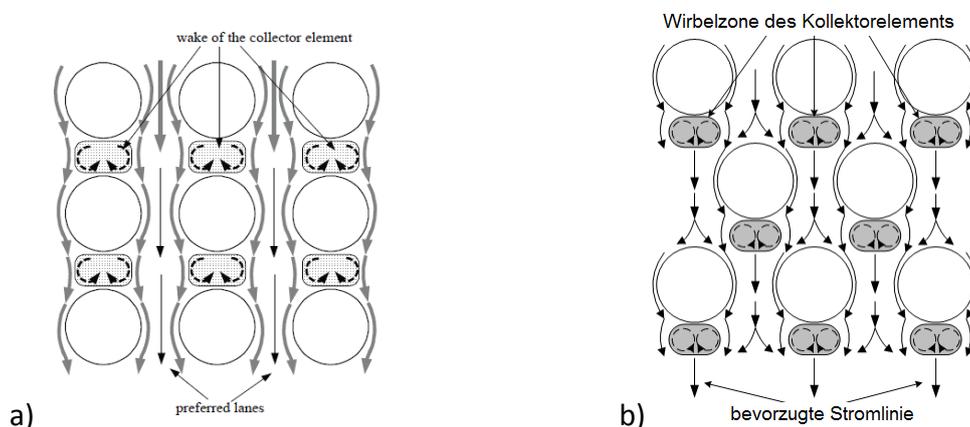


Abb. 2.25: Modellierung der Strömung in einem Tiefenfilter mithilfe der Anordnung von Einzelkollektoren: a) Kollektoren sind entlang und senkrecht zur Strömungsrichtung in Reihe angeordnet (Kiss et al. 2001); b) Kollektoren sind entlang der Strömungsrichtung versetzt angeordnet nach Kiss et al. (Krüger 2014)

Da jegliche experimentelle Versuche sehr arbeitsintensiv und aufwendig sind, wurde bereits früh begonnen die Tiefenfiltration durch mathematische Modelle zu beschreiben. Grundlage für diese Modelle ist die Berechnung des vorherrschenden Strömungsbildes. Um den Rechenaufwand zu minimieren, wurde in der Anfangszeit ebenfalls auf das Einzelkollektormodell zurückgegriffen. LAMB legte durch die analytische Lösung der Kreiszyklinderumströmung die Grundlage für Modellierungen (Lamb 1924). Aufbauend auf dieser Theorie wurden viele Ansätze für verschiedene Re -Bereiche entwickelt, die mit Verbesserung der Rechentechnik immer komplexer und umfassender wurden (Brenner 1961; Suneja und Lee 1974; Payatakes et al. 1974; Rajagopalan und Tien 1977; Tien und Payatakes 1979; Sharma und Yortsos 1987; Lee und Koplik 2001; Zamani und Maini 2009).

Somit können mittlerweile Filtrationsprozesse in komplexen Strukturen modelliert werden, die sich aber immer noch aus idealisierten Kollektoren aufbauen (Lehmann 2005; Hellmann et al. 2012; Werzner et al. 2013a). *Abb. 2.26* zeigt den direkten Vergleich zwischen experimentellen und simulierten Ergebnissen zum Abscheideverhalten von Partikeln ($d_p \approx 3 \mu\text{m}$). Die experimentellen Ergebnisse von KASPER et al. zeigen einen klaren dendritischen Aufbau der Ablagerungen. Die Strukturen wachsen entgegen der Strömungsrichtung und werden dabei wesentlich breiter als die Einzelfaser. Die numerische Simulation von LEHMANN zeigen exakt die gleichen Tendenzen, allerdings scheint die Packungsdichte bei den Simulationen höher zu sein als bei den experimentellen Ergebnissen. LEHMANN gibt die Packungsdichte der Ablagerungen mit 20 % an. KASPER et al. machen keine Aussage zu der Ablagerungsdichte, sodass eine exakte Bewertung nicht möglich ist (Lehmann 2005; Kasper et al. 2010).

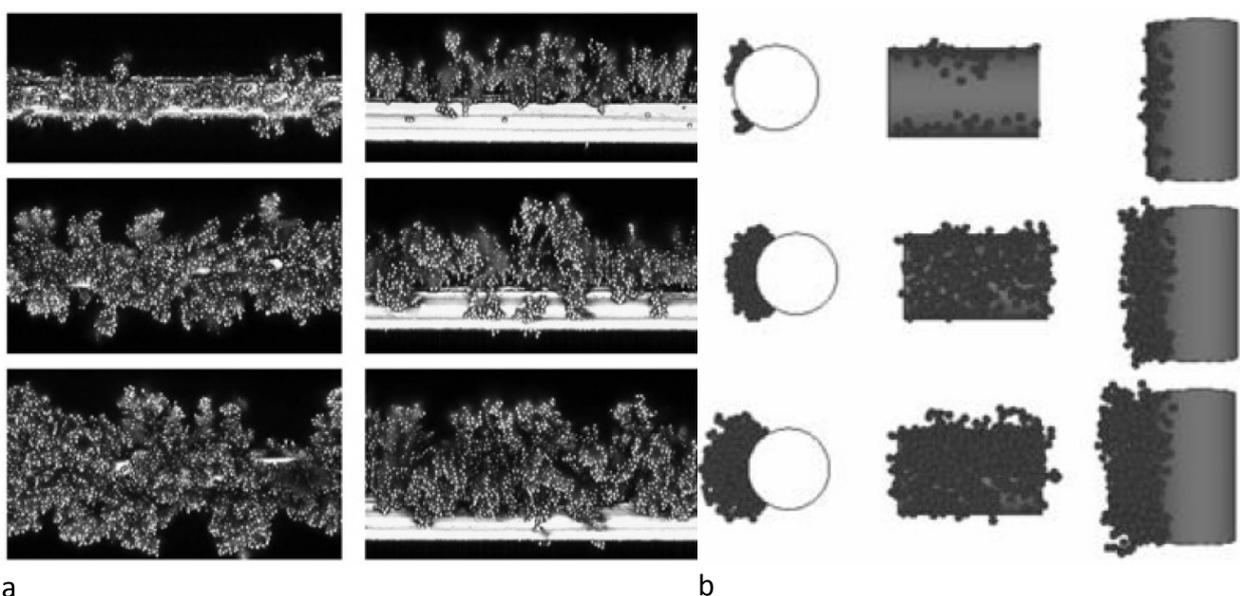


Abb. 2.26: Abscheidemorphologien von Partikeln an einer 30 μm dicken Einzelfaser:
a) Experimentelle Arbeiten von Kasper et al.: Polystyrolpartikel, $St = 0,9$ (Kasper et al. 2010);
b) Numerische Simulation mit FLUENT von LEHMANN: Latexpartikel, $St = 1$ (Lehmann 2005)

Das Einzelkolektormodell ist eine gute Vereinfachung um die Tiefenfiltration zu erklären, doch ist es sehr wichtig, die Grenzen des Ansatzes zu beachten. Das Modell setzt voraus, dass unbeladene Strukturen und ein ungestörtes Strömungsfeld um den Kollektor vorliegen. Somit gelten alle Erkenntnisse strenggenommen nur für unbeladene oder kaum beladene Filter (Lehmann 2005). Im Verlauf der Filtration wird sich ein Einzelkolektor aber beladen und somit seine Geometrie ändern, was die lokale Strömung beeinflusst und demnach eine Auswirkung auf den Partikeltransport haben wird. Nach LEHMANN ist der

Einzelkollektoransatz für die Modellierung von Tiefenfiltern spätestens im Fall der Brückenbildung zwischen zwei Fasern nicht mehr anwendbar (Lehmann 2005). LEHMANN untersuchte in seiner Dissertation den Effekt der Filterbeladung auf die Durchströmung der Filter und die Struktur der Ablagerungen mithilfe numerischer Simulationen. Die Ablagerungen bilden immer dendritische Strukturen, die entgegen der Strömungsrichtung wachsen. Mit steigender St -Zahl verbreitert sich der effektive Abscheidewinkel, und die Packungsdichte nimmt zu. Die numerischen Simulationen bestätigen demnach den Ansatz von Kiss et al., widerlegen aber das Modell von KANAOKA bezüglich des St -Einflusses in *Abb. 2.19*.

3 Materialien und Methoden

Experimentelle Arbeiten bilden einen Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit. Im Rahmen der Filtrationsversuche wird neben der Fluidgeschwindigkeit auch das Feststoffsystem variiert. Dabei gilt es herauszufinden, wie die disperse Phase und die Oberfläche bzw. Struktur des Filtermediums auf das Filtrationsergebnis wirken. Durch geeignete Beschichtungsmethoden ist es möglich, den Einfluss der Benetzung zwischen der fluiden und der dispersen Phase zu untersuchen. Weiterhin werden der Einfluss der Dichte und die Auswirkung der Partikelgrößenverteilung der dispersen Phase auf die Filtrationsleistung keramischer Filterstrukturen untersucht. Die verwendeten Materialien und deren Spezifikationen werden im Folgenden detailliert beschrieben.

3.1 Charakterisierung verwendeter Feststoffe

Als disperse Phase werden Aluminiumoxid und Polytetrafluorethylen (PTFE) verwendet. Das Aluminiumoxid ist ein Produkt der Almatis GmbH und ist in verschiedensten Körnungen erhältlich (Almatis GmbH). Für die Arbeit wurden die Körnungen $< 200 \mu\text{m}$ und $< 20 \mu\text{m}$ verwendet. Das PTFE-Pulver wurde am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik aus kompakten PTFE-Bauteilen über Zerkleinerungsprozesse selbst hergestellt, da eine Fraktion $< 200 \mu\text{m}$ kommerziell nicht zu erwerben war. Die Beschreibung der Herstellung erfolgt in Kapitel 3.1.2.

In *Abb. 3.1* sind Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen der beiden Pulver in der Körnung $< 200 \mu\text{m}$ dargestellt. Die Gegenüberstellung zeigt, dass die Partikel in Größe und Form ein subjektiv ähnliches Aussehen aufweisen. Allerdings sind die Aluminiumoxidpartikel etwas scharfkantiger, was an ihrer kristallinen Struktur liegt. Zusätzlich zeigt das REM-Bild der Aluminiumoxidpartikel, dass das Pulver nicht nur aus Einzelpartikeln, sondern auch aus festen Agglomeraten feiner Partikel besteht. Die Agglomerate entstehen wahrscheinlich bei der Herstellung des Produktes während des finalen Sinterprozesses (Almatis GmbH).

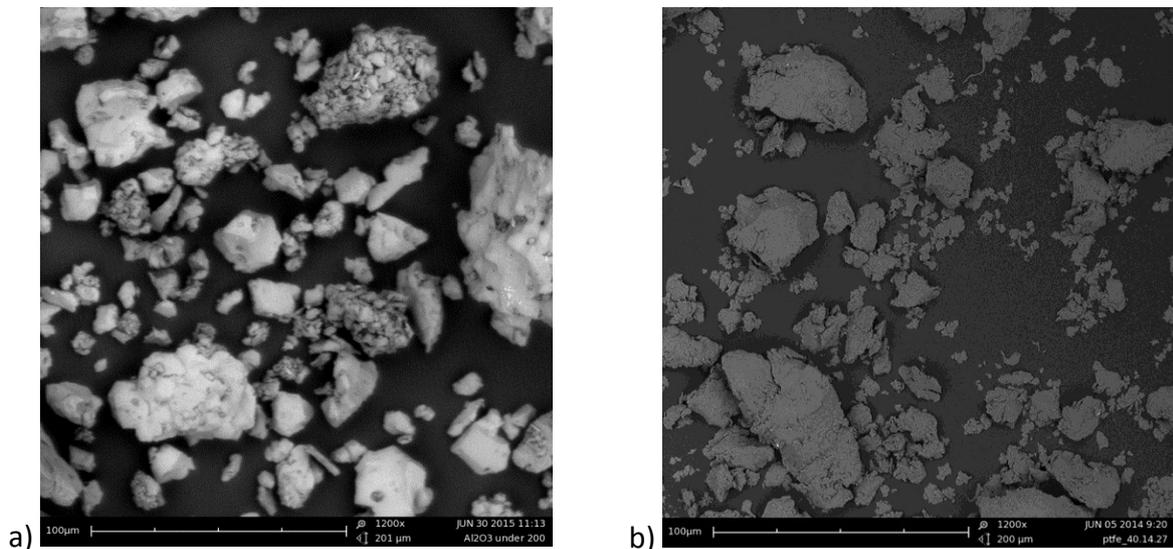


Abb. 3.1: Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen der verwendeten Partikelsysteme $d_p < 200 \mu\text{m}$: a) Aluminiumoxid (Al_2O_3); b) Polytetrafluorethylen PTFE; die Kornformen der beiden Materialien sind ähnlich und eignen sich somit für Vergleichsuntersuchungen.

Die relevanten physikalischen Eigenschaften der Pulver sind in Tab. 3.1 zusammengestellt. Die beiden Pulver unterscheiden sich in ihren physikalischen Eigenschaften deutlich. Aluminiumoxid hat ungefähr die doppelte Dichte von PTFE, ist stabiler und besitzt eine höhere Oberflächenenergie als PTFE. Die Besonderheiten des PTFE-Pulvers sind dessen geringe Dichte und die schlechte Benetzbarkeit mit Wasser. Letzteres ist von großem Interesse in der vorliegenden Arbeit. Um den Dichteinfluss auf die Abscheideleistung keramischer Schaumfilter in schlecht benetzenden Systemen zu untersuchen, wurde ein Verfahren entwickelt, um Aluminiumoxid zu hydrophobieren. Das hergestellte Al_2O_3 -F8261 zeigt ein ähnliches Benetzungsverhalten wie PTFE bei gleichbleibenden Feststoffeigenschaften.

Tab. 3.1: Stoffwerte der verwendeten Partikelsysteme und Kontaktwinkel stoffgleicher Feststoffsubstrate zu Wasser (Berg 1993; Kern GmbH; Götzinger und Peukert 2003a; Fritzsche et al. 2013) [^a Messungen am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik der TU Freiberg (IMVTAT)]

	Dichte	E-Modul	Oberflächenenergie	Kontaktwinkel
	kg/m^3	GPa	mJ/m^2	Grad
Aluminiumoxid	3902 ^a	370	47,3 ^a	54 ^a
Aluminiumoxid-F8261	3902 ^a	370	-	104 ^a
Polytetrafluorethylen	2160	0,42	18,5	101 ^a

In den folgenden Unterkapiteln werden die Partikelsysteme detaillierter diskutiert und besonders auf die Herstellung des hydrophoben Aluminiumoxides und des PTFE-Pulvers genauer eingegangen. Alle gemessenen Partikelgrößen werden mittels Laserbeugung durch ein Helos Messsystem der Firma Sympatec gemessen.

3.1.1 Aluminiumoxid

In *Abb. 3.2* sind die Partikelgrößenverteilungen des reinen Aluminiumoxids und des beschichteten Pulvers dargestellt. In beiden Pulvern sind ca. 5 % der Partikel größer als 200 μm und ca. 8 % kleiner als 5 μm . Der Kurvenverlauf unterhalb von 4 μm beruht auf der Sympatec-Auswerteroutine, kann daher eine systembedingte Ungenauigkeit sein und muss nicht dem wahren Verlauf entsprechen. Der Vergleich der beiden Partikelgrößenverteilung verdeutlicht, dass die Beschichtung keinen signifikanten Einfluss auf die Partikelgröße und deren Verteilung hat. Demnach ermöglicht die Beschichtung, den Einfluss der Benetzung auf die Filtration zu untersuchen, wobei alle übrigen Größen konstant bleiben.

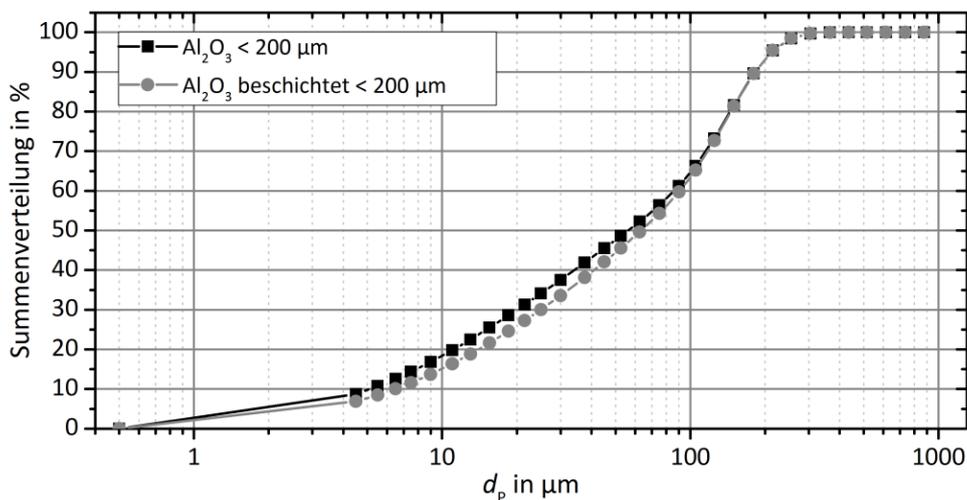


Abb. 3.2: In Ethanol gemessene Partikelgrößenverteilungen der Aluminiumoxidpulver < 200 μm vor und nach der Beschichtung

Die Art und das Verfahren der Partikelbeschichtung werden in Unterkapitel 3.1.3 detailliert beschrieben. Um den Einfluss der Beschichtung auf die Form der Partikel genauer zu untersuchen, zeigt *Abb. 3.3* zwei Detailaufnahmen von beschichtetem Aluminiumoxid. Beide REM-Aufnahmen zeigen weiterhin die kantige Struktur der Partikel, wie es für einen kristallinen Stoff üblich ist. Bei höherer Vergrößerung zeigt sich, dass die Oberflächen der größeren Partikel teilweise mit Submikrometerpartikeln besetzt sind. Die Herkunft dieser

Feinstfraktion kann nicht geklärt werden. Es wird vermutet, dass sie ihren Ursprung in der Herstellung des Pulvers hat. Eine Abreinigung der Partikel durch eine Ethanolwäsche vor der Beschichtung konnte die Beladung nicht wesentlich reduzieren. Die Anwesenheit dieser Feinstfraktion wird sich auf die wirkenden Haftkräfte negativ auswirken, da sie den Abstand des Hauptpartikels von der Filteroberfläche erhöht. Da aber sowohl die reine Al_2O_3 -Körnung als auch die modifizierte Körnung diese Anlagerung zeigen, handelt es sich um einen konstanten systematischen Fehler. Somit können die Pulver genutzt werden, um eine Parameterstudie zur Abscheideleistung von Keramikschaumfiltern durchzuführen.

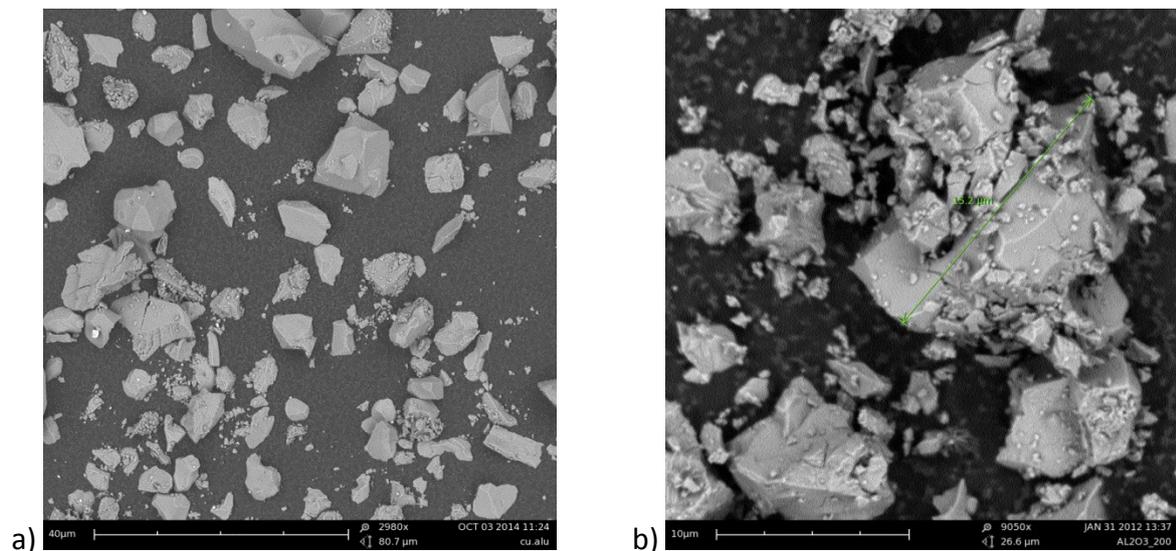


Abb. 3.3: Detailaufnahmen des beschichteten Aluminiumoxidpulvers im REM: a) Zeigt einen 80 µm Ausschnitt des $\text{Al}_2\text{O}_3 < 200 \mu\text{m}$; b) Fokus auf ein 15 µm Al_2O_3 Partikel, welches eine deutliche Beladung größerer Partikel mit Submikrometerpartikeln zeigt

Aus der reinen Aluminiumoxid-Körnung wird mit einer Siebmaschine AS 200 der Firma Retsch mittels Trockensiebung eine Fraktion $> 100 \mu\text{m}$ gewonnen. Die Partikelgrößenverteilungen der reinen und der beschichteten Körnung sind in Abb. 3.4 dargestellt. Nach der Siebung besitzt diese Fraktion einen Feinanteil $< 100 \mu\text{m}$ von unter 10 %. Die Beschichtung des Aluminiumoxides zeigt wieder keinen signifikanten Einfluss auf den Verlauf der gemessenen Partikelgrößenverteilungen.

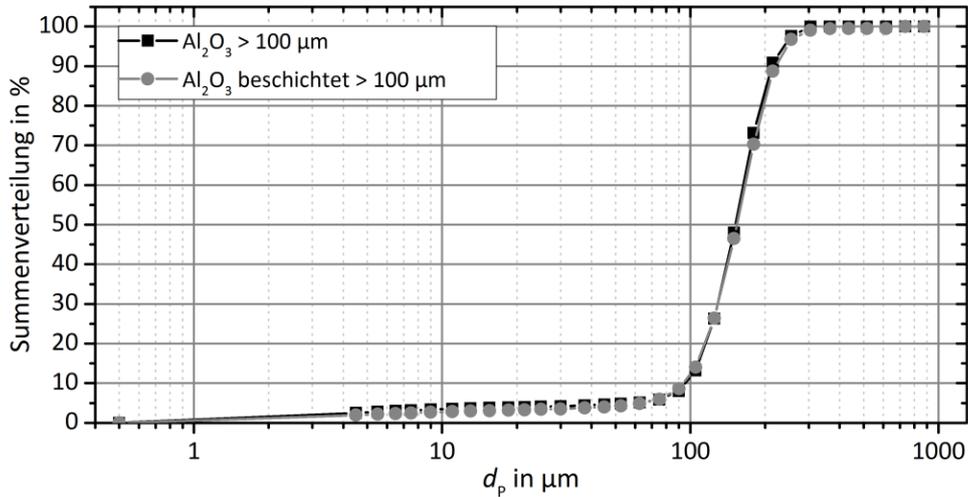


Abb. 3.4: In Ethanol gemessene Partikelgrößenverteilungen der Aluminiumoxidpulver $> 100 \mu\text{m}$ vor und nach der Beschichtung

Als dritte Fraktion wird eine Aluminiumoxidkörnung $< 20 \mu\text{m}$ verwendet. Die Partikelgrößenverteilung dieser Fraktion ist in Abb. 3.5 dargestellt. Diese Fraktion kann direkt beim Hersteller bezogen werden und muss nicht mittels Siebung hergestellt werden. 6 % der Körnung sind $< 5 \mu\text{m}$ und ca. 5 % sind $> 20 \mu\text{m}$. Auch hier verändert die Beschichtung den Verlauf der gemessenen Partikelgrößenverteilungen kaum.

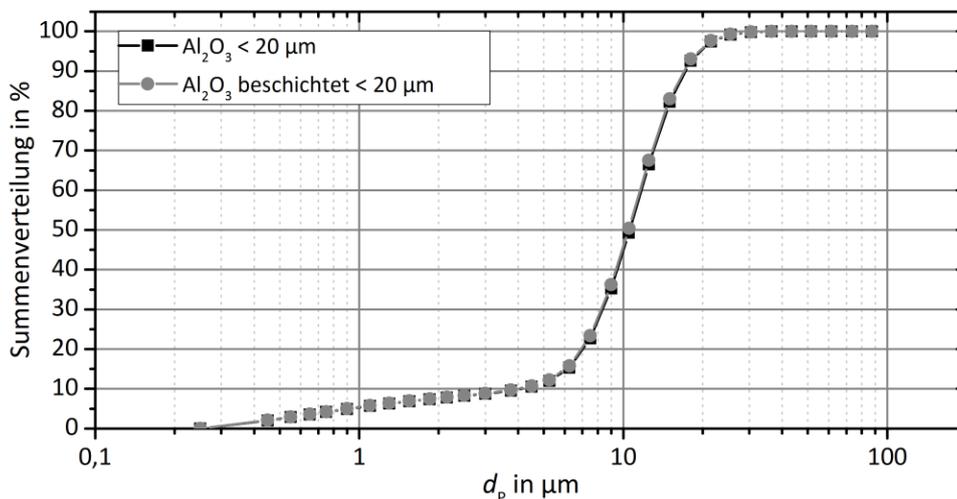


Abb. 3.5: In Ethanol gemessene Partikelgrößenverteilungen der Aluminiumoxidpulver $< 20 \mu\text{m}$ vor und nach der Beschichtung

Für die Fraktion kleiner $20 \mu\text{m}$ zeigt Abb. 3.6 REM-Detailaufnahmen. Die Aufnahmen belegen erneut die unregelmäßige, kantige Form der Partikel und die Beladung der Partikeloberfläche mit Submikrometerpartikeln. Der erneute Nachweis der Partikel im Submikrometerbereich beweist, dass diese Verunreinigung produktspezifisch ist und nicht durch die Behandlung im Vorfeld der Versuche bzw. durch Siebung oder Beschichtung erzeugt wird.

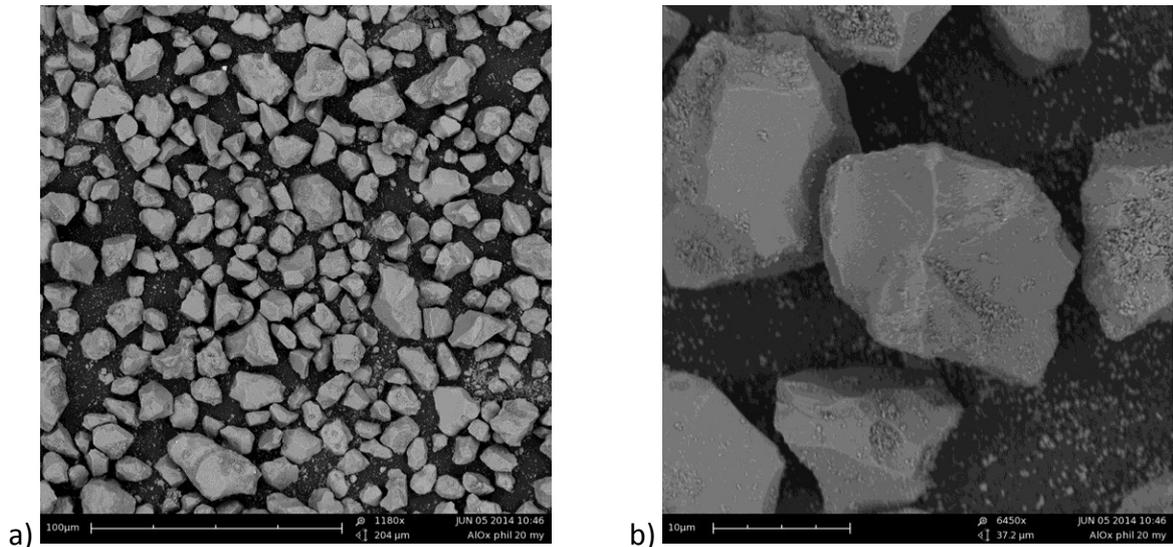


Abb. 3.6: REM-Aufnahmen der Al_2O_3 -Partikelfraktion $< 20 \mu\text{m}$: a) Überblicksbild der vorhandenen Kornformen; b) Detailaufnahme eines Al_2O_3 -Partikels mit den Anlagerungen der Submikrometerpartikel

Durch die nun eingeführten Partikelgrößenerteilungen ist es möglich, den Einfluss der Partikelgröße auf die Filtrationsleistung in Abhängigkeit von der Benetzung zu untersuchen.

3.1.2 Polytetrafluorethylen

Ein weiteres Partikelsystem ist das Polytetrafluorethylen. Um eine Vergleichbarkeit mit dem Aluminiumoxid zu erreichen, ist es notwendig eine Partikelgrößenverteilung zu nutzen, die in ihrem Verlauf einer vorhandenen Al_2O_3 -Verteilung entspricht. Da kein Anbieter für ein solches Pulver gefunden werden konnte, wird das Pulver am IMVTAT selbst hergestellt (Schilling 2014). Zur Herstellung des PTFE-Pulvers wird eine Cryomill MM 200 der Firma Retsch verwendet. Dafür ist ein Mahlzyklus entwickelt worden, der aus einer Vorkühlphase, fünf Zerkleinerungsphasen und drei Zwischenkühlphasen besteht. Eine stichpunktartige Anleitung der Versuchsdurchführung ist im Anhang 11.1 zu finden. Die resultierende Partikelgrößenverteilung des zerkleinerten PTFE ist in Abb. 3.7 im Vergleich mit der Partikelgrößenverteilung des Aluminiumoxides dargestellt. Die erzeugte PTFE-Fraktion erfüllt die Anforderung $< 200 \mu\text{m}$ sehr gut, jedoch unterscheidet sich der Verlauf der Verteilung deutlich von der $< 200 \mu\text{m}$ Aluminiumoxidverteilung. Die PTFE-Partikelgrößenverteilung verläuft steiler als die Al_2O_3 -Verteilung und hat demzufolge einen geringeren Feinanteil ($< 40 \mu\text{m}$) und ein leicht höheren Grobanteil ($> 40 \mu\text{m}$).

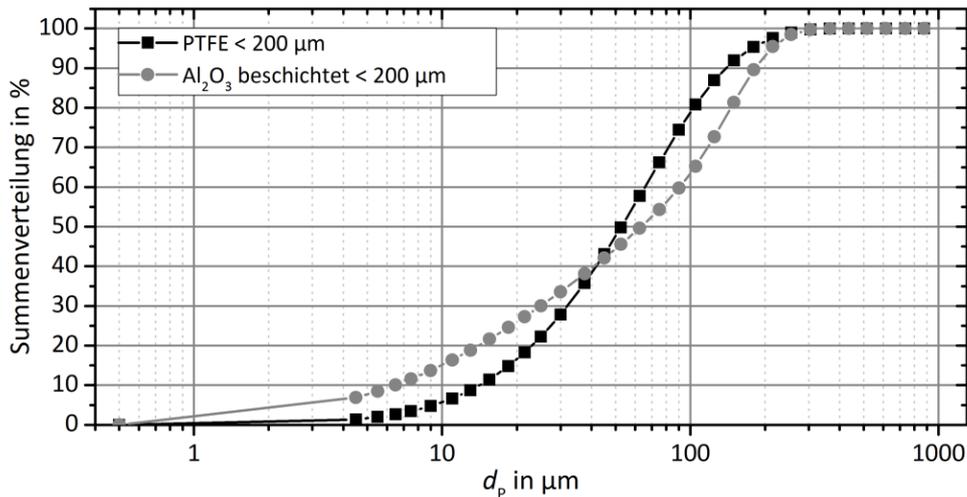


Abb. 3.7: In Ethanol gemessene Partikelgrößenverteilungen von Polytetrafluorethylen < 200 μm und des beschichteten Aluminiumoxidpulvers < 200 μm

Zusammenfassend stellt Tab. 3.2 die massebezogenen Oberflächen der vorgestellten Pulver im hydrophobierten Zustand dar. Die Werte sind berechnet aus Partikelgrößenverteilungen die in Ethanol gemessen werden. Für die Berechnung der massebezogenen Oberflächen werden die Partikel als Kugeln angenommen. Die beschichtete Aluminiumoxidfraktion < 200 μm bildet den Ausgangspunkt aller experimentellen Untersuchungen und wird deswegen als Referenzverteilung bezeichnet. Das PTFE-Pulver und die beschichtete Referenzverteilung (Aluminiumoxid < 200 μm) besitzen ähnliche massespezifische Oberflächen, wobei PTFE aufgrund der geringen Materialdichte eine größere volumenspezifische Oberfläche aufweist. Die grobe Aluminiumoxidfraktion (> 100 μm) hat eine wesentlich kleinere massespezifische Oberfläche als die Referenzverteilung und die feine Fraktion (< 20 μm) hat eine entsprechend höhere massespezifische Oberfläche.

Tab. 3.2: Übersicht der massebezogenen Oberfläche der verwendeten Pulver berechnet anhand der in Ethanol gemessenen Partikelgrößenverteilung

Stoff	Körnung μm	massespezifische Oberfläche m^2/g
-	< 200	0,0896
Al_2O_3 -F8261	> 100	0,0249
Al_2O_3 -F8261	< 20	0,3426
PTFE	< 200	0,0988

3.1.3 Beschichtung des Aluminiumoxids

Das zu entwickelnde Modellsystem soll neben den klassischen Filtrationsparametern wie der Partikelgröße der Verunreinigungen, der Hauptfluidgeschwindigkeit und der Partikeldichte auch den Einfluss der Benetzung auf die Tiefenfiltration untersuchen. Wie bereits eingeführt, ist die Benetzung zwischen einem Feststoff und einer fluiden Phase das Ergebnis der wirkenden Oberflächenenergien. Im Rahmen dieser Arbeit wird Wasser als kontinuierliches Medium verwendet. Um den Einfluss der Benetzung zu untersuchen, wird ein Feststoffsystem benötigt, welches sowohl hydrophil ($\theta < 90^\circ$) als auch hydrophob ($\theta > 90^\circ$) hergestellt werden kann. Durch die Verwendung von Dynasylan® der Firma Evonik ist es möglich oxydische Oberflächen zu beschichten und somit die Oberflächenenergie der Feststoffe zu beeinflussen. *Abb. 3.8* zeigt die chemischen Vorgänge während der Beschichtung (Evonik Industries AG 2011). Dynasylan bestehen aus einer funktionellen Gruppe (FG), die an ein Siliziumatom gebunden ist, welches wiederum an drei Sauerstoffatome gebunden ist. Die flüssige Dynasylanlösung wird in eine Isopropanol-Wasser-Salzsäure Mischung gegeben und nach Ablauf einer definierten Rührzeit wird der Feststoff zugegeben. Die Rezeptur und die Beschichtungsanweisung sind im Anhang 11.3 beschrieben. Es kommt dann zur Reaktion zwischen den direkt am Siliziumatom gebundenen Sauerstoffatomen und dem Feststoff. Dabei bildet sich eine chemische Bindung zwischen dem Silan und dem Feststoff sowie unter den Silanmolekülen aus.

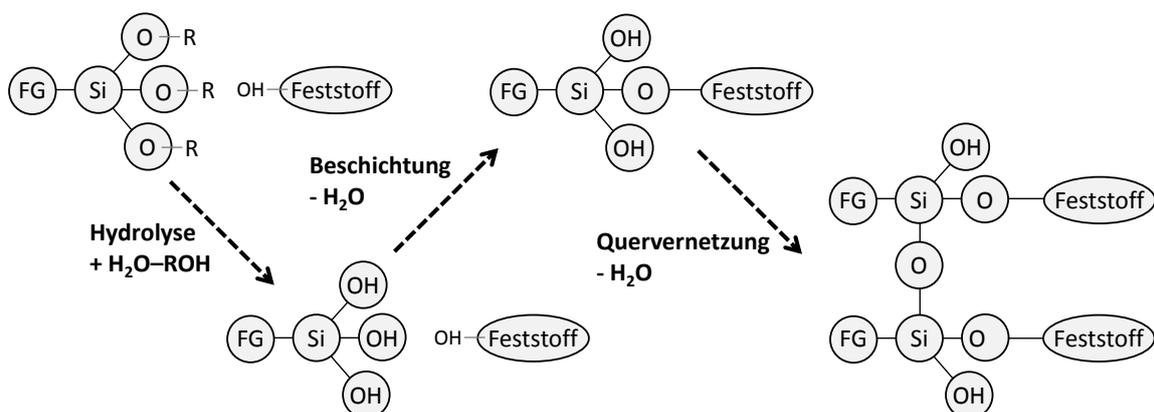


Abb. 3.8: Chemische Mechanismen während der Beschichtung von Feststoffen mit Dynasylan® Produkten der Firma Evonik, Deutschland. (Evonik Industries AG 2011)

Für die vorliegende Arbeit wird Dynasylan® F8261 verwendet. Die funktionelle Gruppe dieses Silanes ähnelt der PTFE-Struktur (Heuzeroth et al. 2015a). Die makroskopische Auswirkung der Beschichtung des Aluminiumoxides wird mittels Kontaktwinkelmessung an ebenen Substraten gemessen. Durch die Beschichtung mit Dynasylan® F8261 erhöht sich der

Kontaktwinkel eines Aluminiumoxidsubstrates auf $> 100^\circ$ (Tab. 3.1). Somit steht ein Modellsystem zur Verfügung, bei dem die Benetzbarkeit zu Wasser gezielt verändert werden kann, ohne dass andere Stoffparameter beeinflusst werden.

3.2 Keramische Filterstrukturen

Für die experimentellen Arbeiten werden Versuche mit keramischen Schaumfiltern und mit keramischen Einzelkollektoren durchgeführt. Die Verwendung der Einzelkollektoren ermöglicht den Zusammenhang zwischen relevanten Prozessparametern und der Filtrationseffizienz zu untersuchen. Im Vergleich zu den Untersuchungen an Keramikschaumfiltern werden die Ergebnisse nicht durch zufällige Strukturschwankungen der Abscheidegeometrie beeinflusst.

3.2.1 Schaumfilter

Alle verwendeten Schaumfilter in dieser Arbeit sind Aluminiumoxidfilter. Ihre Herstellung erfolgt über die Replikatechnik, die auf das Patent von SCHWARTZWALDER und SOMERS zurückgeht (Schwartzwalder und Somers 1963). Die Herstellung der Filter erfolgt am Institut für Keramik, Glas und Baustofftechnik im Rahmen des SFB 920 (Voigt et al. 2013). Hierfür werden Polyurethanschäume (PU) mit einem Keramikschlicker beschichtet und anschließend gebrannt. Die Polyurethanschäume werden aus einer flüssigen Lösung aufgeschäumt. Die Struktur des Schaumes und somit auch des späteren Filters sind das Resultat der Bewegung der Blasen innerhalb der noch flüssigen PU-Lösung. Somit besitzt jeder geschäumte PU-Filter eine eigene zufällige innere Struktur. Zudem ist es schwierig, eine gleichmäßige Keramikschicht auf das PU-Gerüst aufzubringen (Colombo 2006; Colombo und Degischer 2012). Die fertigen Filter unterliegen deswegen herstellungsbedingten Schwankungen in ihren Eigenschaften. Um eventuelle Abhängigkeiten zwischen den variierenden Filtergeometrien und dem Filtrationsergebnis bestimmen zu können, wird jeder Filter vor den Filtrationsversuchen genau charakterisiert.

Schaumfilter bestehen, anders als typische Tiefenfilter, wie Schüttungen, nicht aus kleinen Kapillaren zwischen zufällig angeordneten Partikeln oder Fasern, sondern aus einem Gerüst aus Stegen, die sehr große ovale Kapillaren bilden. APELIAN stellte diesen Unterschied in

Abb. 3.9 a dar. Allerdings zeichnet APELIAN die Zu- und Abflüsse der einzelnen Kapillaren extrem klein, was in der Realität so nicht vorkommt. Dennoch wirkt die unterschiedliche Kapillarform auf die Strömung im Schaumfilter und somit auf den Transport der Partikel an die Oberfläche des Filters.

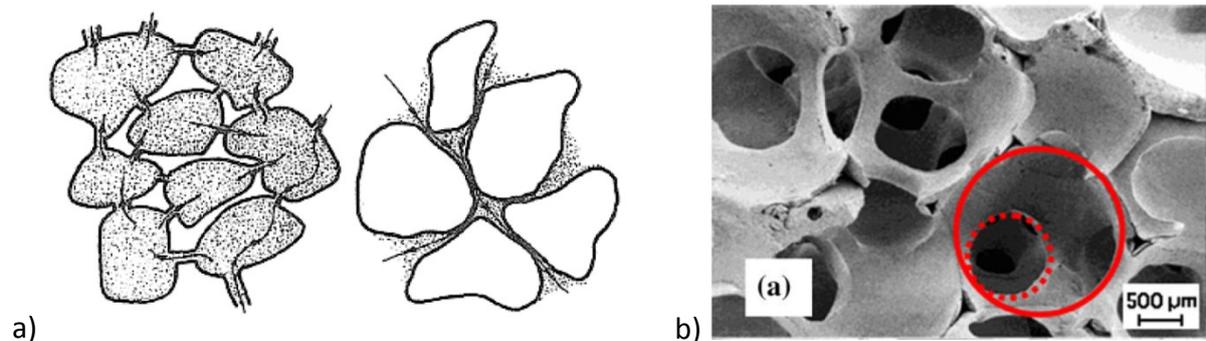


Abb. 3.9: Charakterisierung eines Schaumfilters: a) Schematische Darstellung der Kapillarform und des effektiven Strömungsquerschnittes eines Schaumfilters und einer Schüttschicht nach APELIAN (Bao 2011); b) REM-Analyse eines 30 ppi Schaumfilters zur Bestimmung der Porenweite (durchgezogener Kreis) und des Porenausgangsdurchmessers (gestrichelter Kreis) (Kennedy et al. 2013)

Keramische Schaumfilter werden in der Regel wie Tiefenfilter charakterisiert. Zentrale Charakteristika sind deren Druckverlust und die Porenweiten der Strukturen. Die Poren der Schaumfilter können nur auf der Oberfläche des Filters gemessen werden. Typische Charakteristika sind die Öffnung der Pore und deren Porenausgangsdurchmesser. Abb. 3.9 b zeigt die Porenanalyse eines 30 ppi Schaumes von KENNEDY et al. (Kennedy et al. 2013). Der durchgezogene rote Kreis beschreibt die Porenöffnung und der gestrichelte Kreis den Ausgangsdurchmesser der Pore.

In der vorliegenden Arbeit werden sowohl die physikalischen Eigenschaften wie Masse und Volumen gemessen als auch Durchlichtuntersuchungen, Durchströmungsversuche und eine Computertomographie(CT)-Analyse durchgeführt. In Abb. 3.10 a ist ein 20 ppi Aluminiumoxidfilter abgebildet. Für die Arbeit werden Filter mit 50 mm Breite und Tiefe sowie 20 mm Höhe verwendet. Die Maße der einzelnen Filter schwanken um bis zu $\pm 10\%$. Um die Porengrößen der 20 ppi Filter abschätzen zu können, ist in Abb. 3.10 b eine Draufsicht mit Maßstab dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Porenweiten bis zu 3 mm betragen, was der Größenordnung der Literaturangaben entspricht (Conti und Netter 1992; Hübschen 2004; Acchar et al. 2008; Kennedy et al. 2013). Für die experimentellen Arbeiten werden über 70 Filter verwendet, die alle einzeln charakterisiert werden. Die Masse der Filter wird mit einer Analysewaage PH204S/M der Firma Mettler-Toledo bestimmt.

Abb. 3.11 a zeigt die Massen der 20 ppi Filter nach der Herstellung. Die Massen schwanken über alle Filter um $\pm 13,7\%$. Alle drei Hauptabmessungen der Filter werden mit einem Messschieber bestimmt und daraus das Volumen der Filterstruktur errechnet. Der Quotient aus der Filtermasse m_F und dem Filtervolumen V_F ermöglicht die Berechnung der Raumdichte des Filters ρ_R nach Gl. 3.1.

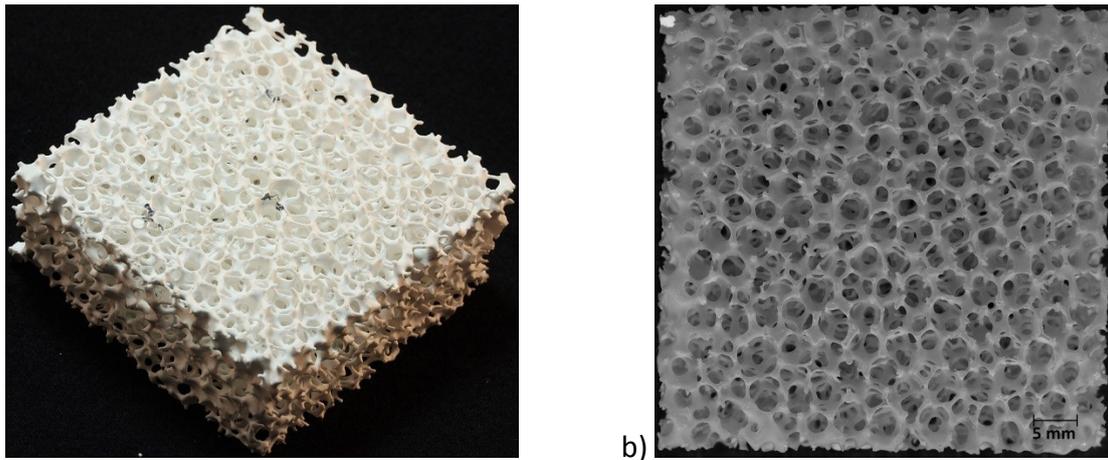


Abb. 3.10: Photographien eines 20 ppi Aluminiumoxidfilters: a) Beispiel für die verwendeten Filter (TxBxH:50 mm x 50 mm x 20 mm; b) Draufsicht auf einen Filter: Es sind die Stege des Filters und die entstehenden Poren zu erkennen, die bis zu 3 mm Durchmesser haben

Die Raumdichte ermöglicht eine Aussage über die innere Filterstruktur. Unter der Annahme, dass Filterstege annähernd konstant beschichtet wären und jeder Filter eine ähnliche innere Struktur besitzen würde, müsste die Raumdichte trotz schwankender Abmessung konstant bleiben.

$$\rho_R = \frac{m_F}{V_F} \quad \text{Gl. 3.1}$$

Abb. 3.11 b zeigt die berechneten Raumdichten in gleicher Reihenfolge wie die Massen der Filter. Die Raumdichte schwankt unabhängig von der Filtermasse um $\pm 14,4\%$. Das zeigt, dass die innere Struktur der Filter unterschiedlich ist, was die Filtrationsexperimente beeinflussen wird. Denn eine höhere Anzahl von Stegen oder die Anzahl besonders breiter Stege beeinflussen sowohl die Strömung als auch die Abscheidung der dispersen Phase. Weiterhin wird für alle Filter die Porosität nach Gl. 3.2 berechnet.

$$\varepsilon_F = \frac{V_F - \frac{m_F}{\rho_S}}{V_F} \quad \text{Gl. 3.2}$$

Die Porosität der untersuchten Filter beträgt im Mittel $85 \% \pm 3,6 \%$.

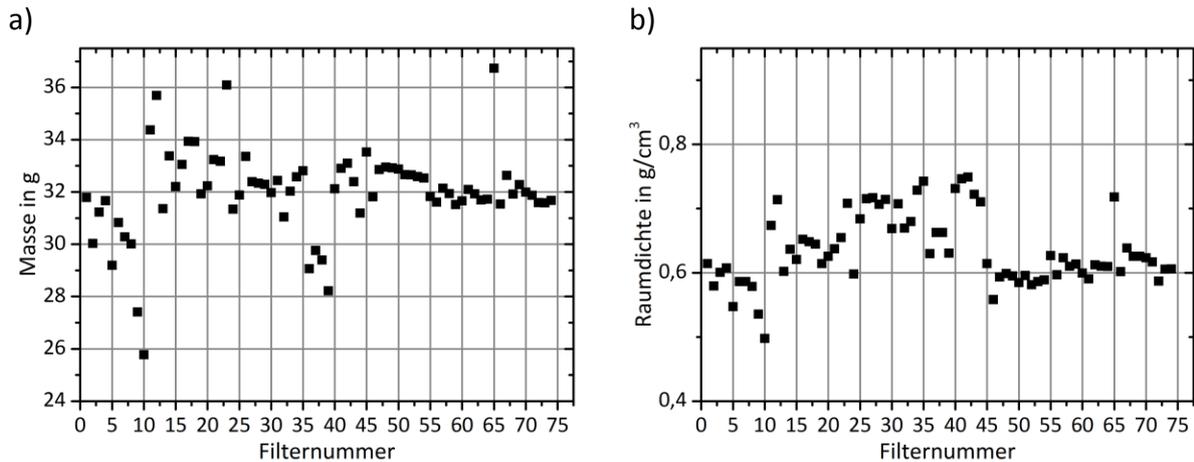


Abb. 3.11: Physikalische Eigenschaften der verwendeten 20 ppi Filter: a) Schwankungsbreite der Filtermassen über die verwendeten Filter; b) Raumdichte der Filter: die Raumdichten ρ_R der Filter schwanken signifikant anders als die Massen der Filter, was darauf hindeutet, dass auch die innere Struktur zwischen den Filtern schwankt (Stegbreiten, Materialdicke, Struktur des Filters)

Neben den direkt messbaren physikalischen Eigenschaften der Filter wird jeder Filter durch eine fotografische Analyse charakterisiert. Ziel ist es, die Größe und die Anzahl der durchgängigen Poren der verwendeten Filter zu quantifizieren. Die Anlage und die Durchführung der Auswertung der fotografischen Analyse wird in Unterkapitel 3.4 genau beschrieben. Die Idee der Durchlichtanalyse ist, dass Poren, die annähernd direkt durch den Filter verlaufen, das Licht kaum abschwächen und somit auf dem Foto sehr hell beleuchtet erscheinen. Die Fotos der Filter werden in einer Matlab-Routine zunächst binarisiert. Dann wird der Rand abgeschnitten und im Anschluss die Poren vermessen und gezählt. Die Poren werden anhand des Grauwertes des Originalfotos bestimmt und durch die weißen Flächen in Abb. 3.12 b dargestellt. Die gesamte Bilderreihenfolge in Abb. 3.12 zeigt die Bearbeitung eines Beispielfotos innerhalb der Matlab-Routine.

Die Matlab-Routine bestimmt die Größe durchgängiger Poren und errechnet daraus einen äquivalenten Porendurchmesser sowie die Gesamtfläche der als durchgängig detektierten Poren auf der Anströmfläche des Filters.

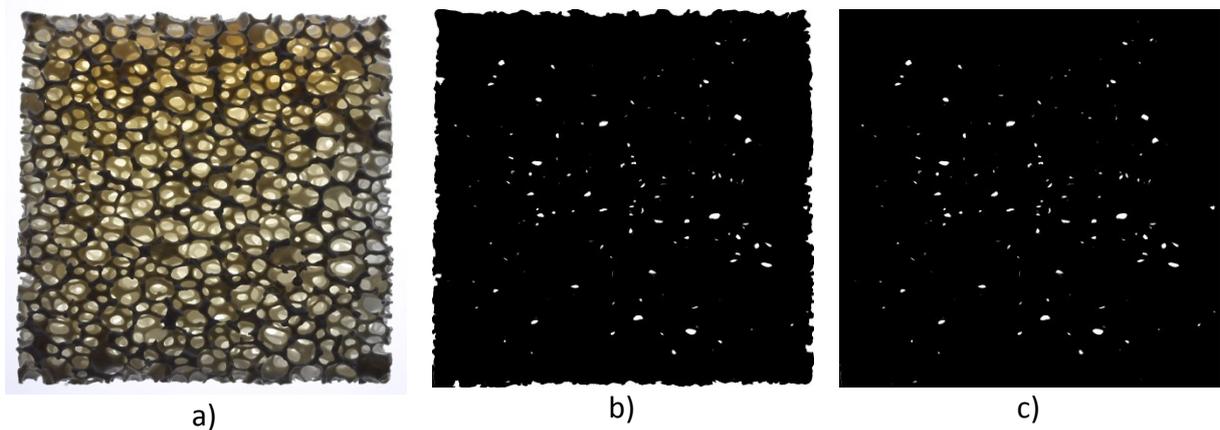


Abb. 3.12: Charakterisierung der Keramikschaumfilter über das Durchlichtprinzip:
 a) Originalaufnahme mit der Durchlichtapparatur; b) Binarisiertes Bild: die weißen Flächen entsprechen den durchgängigen Poren; c) Randfreies binarisiertes Bild zur Auswertung von Anzahl und Größe der durchgängigen Poren

Die Durchlichtuntersuchungen werden für jeden verwendeten Filter durchgeführt. Die Ergebnisse der Analyse ermöglichen einen Vergleich der Filter untereinander und könnten zukünftig als Qualitätsmerkmal für die Keramikfilter verwendet werden. Abb. 3.13 fasst die Ergebnisse der Durchlichtuntersuchungen zusammen. Abb. 3.13 a soll die Funktionalität der Analyse beweisen. Dafür werden die Größenverteilungen der durchgehenden Poren von drei 20 ppi Filtern mit zwei Filtern unterschiedlicher Porenanzahl je Inch verglichen. Die Verteilungen der 20 ppi Filter stimmen untereinander gut überein. Der 30 ppi Filter, der die geringsten Porengrößen aufweisen müsste, liegt links von der 20 ppi Filtern und der 10 ppi Filter zeigt eine deutlich gröbere Porenweitenverteilung. Die detektieren durchgängigen Poren beim 20 ppi Filter liegen unter einem Millimeter und sind somit halb so groß wie die gemessenen Porenweiten auf der Oberfläche des Filters. Abb. 3.13 b zeigt die charakteristischen Porendurchmesser von 40 der untersuchten 20 ppi Filter. Im Mittel liegt der 90 %-Wert der Porenweitenverteilung bei $d_{\text{Pore},90}=718 \mu\text{m}$. Für den 50 %-Wert gilt $d_{\text{Pore},50}=298 \mu\text{m}$ und für den 10 %-Wert $d_{\text{Pore},10}=121 \mu\text{m}$. Die charakteristischen Porenweiten schwanken um maximal 13 % zwischen den einzelnen Filtern. Die gemittelten Durchmesser der durchgängigen Poren können somit als charakteristisch für 20 ppi Filter angenommen werden.

a)

b)

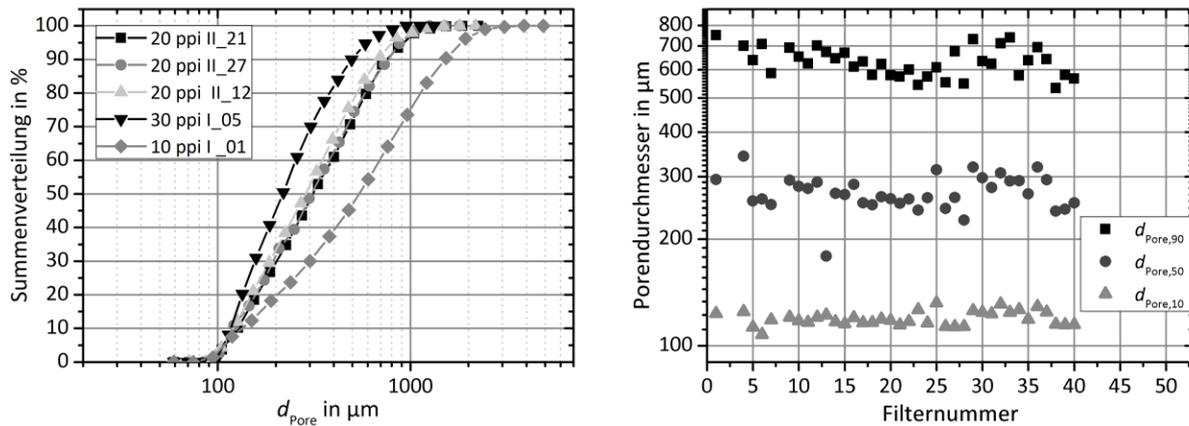


Abb. 3.13: Charakterisierung der Keramikschaumfilter durch das Durchlichtprinzip:
 a) Berechnete Porengrößenverteilung anhand der Porengrößenanalyse: Die Darstellung beweist die Funktionalität der Methode, da feine Filter (30 ppi) eine kleinere Porengrößenverteilung und gröbere Filter (10 ppi) eine gröbere Porengrößenverteilung ergeben; b) Darstellung der mittleren charakteristischen Porendurchmesser der durchgängigen Poren $d_{\text{Pore},i}$

Weiterhin werden die Filter anhand von Durchströmungsversuchen charakterisiert. Dafür werden die Filter mit einer bestimmten Menge an Flüssigkeit durchströmt. Zu Beginn der Untersuchungen erfolgte die Charakterisierung über die Messung der Filtratmasse und der Durchströmungszeit. Aktuell erfolgt die Messung kontinuierlich durch ein Computererfassungssystem, welches das Massesignal online misst. Abb. 3.14 a zeigt beispielhafte Durchströmungsmessungen für fünf verschiedene 20 ppi Filter. Die Messungen wurden an der Großanlage vorgenommen, wobei für jeden Filter je zwei Messungen unter konstanten Bedingungen durchgeführt wurden. In Abb. 3.14 a sind die Durchflussgeschwindigkeiten u_L durch die Filter unbeschichtet (volle Quadrate) und beschichtet (hydrophob) vergleichend dargestellt. Zum Vergleich ist auch die Durchflussgeschwindigkeit ohne Filter mit der Filternummer 0 dargestellt. Die Messungen zeigen, dass die Filter trotz unterschiedlicher Charakteristika annähernd gleiche u_L bewirken. Die Durchströmungsgeschwindigkeit variiert zwischen den Filtern um weniger als 5 %. Die Abweichungen bei den Wiederholungsmessungen je Filter sind $\ll 1\%$. Die Ergebnisse deuten darauf hin, dass die deutlich schwankenden Filtereigenschaften keinen signifikanten Einfluss auf die Durchströmungsgeschwindigkeit in der Großanlage haben.

Zusätzlich zu den reinen Durchströmungsmessungen visualisiert Abb. 3.14 a den Einfluss der Beschichtung der Filter auf die Durchströmung (graue Quadrate). Durch die Beschichtung der Filter reduziert sich die Durchflussgeschwindigkeit um maximal 3 % (graue Hohlkreise in Abb. 3.14 a). Die Ursache für diese leichte Durchflussreduktion konnte mit den vorhandenen

Versuchsanlagen nicht geklärt werden. Die Vermutung liegt aber nahe, dass im Filter haftende Gasbläschen die Poren des Filters reduzieren und somit den Durchfluss hemmen. Eine weitere mögliche Ursache ist das veränderte Benetzungsverhalten zwischen Filter und der kontinuierlichen Phase. Für die nachfolgenden Untersuchungen wird angenommen, dass die Änderung der Strömungsgeschwindigkeit durch die Beschichtung vernachlässigt werden kann. Somit beeinflusst die Beschichtung nur die Haftkräfte im Kontaktfall.

Ein wichtiges Ziel der Filtercharakterisierung ist die Korrelation von Messdaten der Filtrationsversuche mit den messbaren Eigenschaften der Filter. In *Abb. 3.14 b* ist die gemessene Durchströmungsgeschwindigkeit der Filter als Funktion der ermittelten Filterparameter Masse, Porosität und freier Filterfläche aufgetragen. Um alle Abhängigkeiten in einem Diagramm darstellen zu können, sind die Filterparameter über ihr jeweiliges Maximum normiert. Die Absolutwerte der Filterparameter sind in *Tab. 3.3* zusammengefasst. Anhand von *Abb. 3.14* kann kein Zusammenhang zwischen den messbaren Filtergrößen und der gemessenen Durchflussgeschwindigkeiten ermittelt werden.

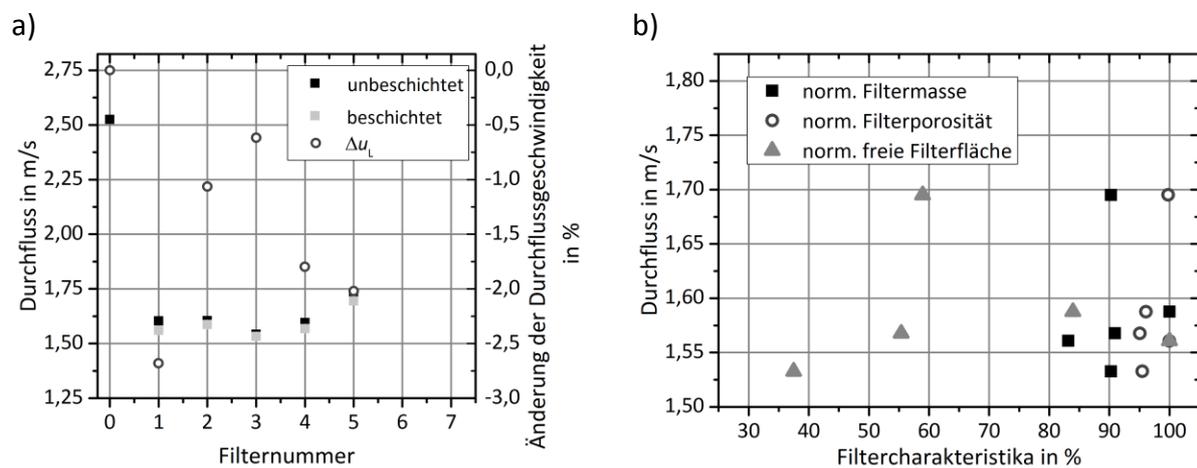


Abb. 3.14: Charakterisierung fünf beispielhafter 20 ppi Aluminiumoxidfilter mittels Durchströmungsversuche in der Großanlage: a) Die Beschichtung der Filter reduziert die resultierende Durchströmungsgeschwindigkeit um maximal 3 %; b) Zwischen den messbaren Eigenschaften der Filter und der resultierenden Durchströmungsgeschwindigkeit ist keine Abhängigkeit zu erkennen – die Filtercharakteristika sind über ihr jeweiliges Maximum normiert

Der Druckverlust eines Filters wurde über die vereinfachte BERNOULLI-Gleichung in Gl. 3.3 berechnet. Dafür wird im Vorfeld die Durchflussgeschwindigkeit der Anlage ohne Filter $u_{L,Leer}$ ermittelt. Die Differenz zwischen $u_{L,Leer}$ und der Fluidgeschwindigkeit nach dem Filtereinbau $u_{L,F}$ beschreibt den Druckverlust des Filters.

$$\Delta p = \frac{\rho_L}{2} (u_{L,Leer}^2 - u_{L,F}^2) \quad \text{Gl. 3.3}$$

Die berechneten Druckverluste aus Gl. 3.3 liegen im Bereich von 6800 bis 7850 Pa und sind sehr gering, was aufgrund der hohen Porosität der Filter zu erwarten war. Vergleichswerte aus der Literatur für die 20 ppi Filter konnten nicht gefunden werden. Die Berechnung des Druckverlustes nach HAPPEL ergibt für die Daten der Filter einen theoretischen Druckverlust von 766,4 Pa, was etwa eine Zehnerpotenz unter den experimentellen Ergebnissen liegt. Die Ursachen dafür liegen wahrscheinlich in den Annahmen des HAPPEL-Modells und dem hochporösen Aufbau der Filter.

Tab. 3.3: Filterparameter der beschichteten 20 ppi Filter und der ermittelte Druckverlust aus den Durchströmungsversuchen mit einer Durchflussgeschwindigkeit von ca. 1,6 m/s

Filternummer	Masse	Porosität	freie Fläche	Druckverlust
-	g	-	%	Pa
8	30,0122	85,2	0,56	7681,0
27	36,0878	81,8	0,47	7515,8
38	32,572	81,3	0,21	7850,2
39	32,8071	81,0	0,31	7638,3
57	32,5821	85,0	0,33	6827,4

3.2.2 Einzelkollektoren

Im Rahmen der experimentellen Arbeiten wird auch das Einzelkollektormodell verwendet. Die Grundidee ist, dass man die Stege (siehe *Abb. 3.9* und *Abb. 3.10*) des Schaumes durch Einzelkollektoren modelliert, deren Geometrie und Anordnung genau beschrieben werden kann. Durch die Verwendung gut beschreibbarer Filtergeometrien lassen sich die Einflüsse der Prozessparameter auf die Abscheideprozesse untersuchen. Da die Einzelkollektoren eine einfache, annähernd konstante Geometrie haben, können die Auswirkungen geometrischer bzw. struktureller Schwankungen der Abscheidegeometrien auf die Filtrationsleistung vernachlässigt werden. Im Rahmen einer Parameterstudie lassen sich somit Abhängigkeiten

zwischen den Filtrationsergebnissen und den variierten Parametern erkennen. Die verwendeten Einzelkollektoren werden im Institut für Keramik, Glas und Baustofftechnik hergestellt und sind aus dem gleichen Material wie die Keramikschaumfilter. Die geometrischen Abmessungen der Einzelkollektoren sind in *Abb. 3.15 a* dargestellt und schwanken produktionsbedingt um maximal 10 %. Ein weiterer Vorteil der Einzelkollektoren sind die ebenen Oberflächen, die eine einfache Rauheitsmessung ermöglichen. Die mittlere quadratische Rauheit der Kollektoren wird mit dem Hommel-Etamic W 20 der Firma Jenoptik über eine Strecke von 1 cm bestimmt. Die Messungen ergeben eine Rauheit $rms_K = 2,16 \mu\text{m} \pm 1,1 \mu\text{m}$ (Schöbel 2014). Um den Einfluss der Rauheit auf die Abscheidung genauer quantifizieren zu können, werden einzelne Stäbe nach deren Brennprozess mit einer zusätzlichen Schlickermasse beschichtet. Die Schlicker unterscheiden sich in ihrer Körnung und so können Kollektoroberflächen mit unterschiedlichen Rauheiten hergestellt werden (Schilling 2014). In *Abb. 3.15 b* sind die hergestellten Oberflächenrauheiten dargestellt. Die Rauheitswerte der vier hergestellten Kollektoroberflächen sind in *Tab. 3.4* zusammengefasst. Für die beiden rauesten Oberflächen wird die Rauheit mit einem Lichtmikroskop Axio Lab.A1 der Firma Zeiss und der Bildauswertung IMAGE J ermittelt, da deren Höhenunterschiede den Messbereich des Hommel-Etamic überschreiten.

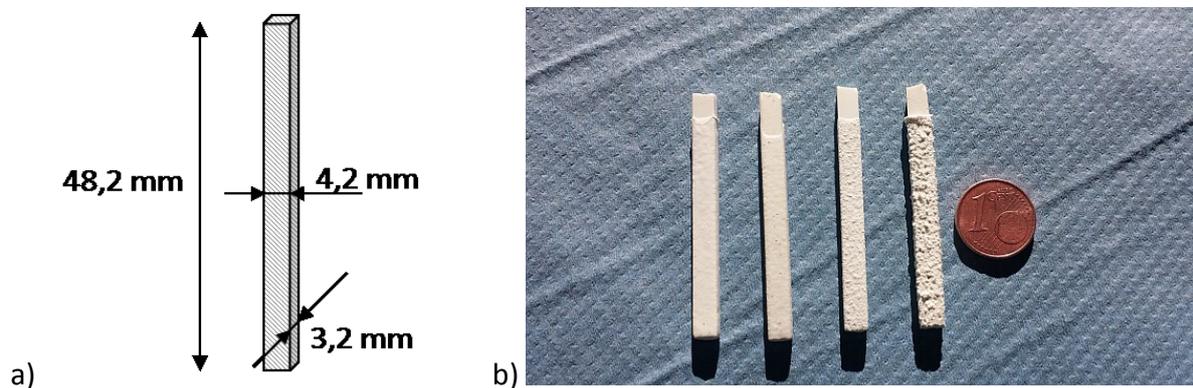


Abb. 3.15: Verwendete Aluminiumoxid Kollektoren: a) Gemittelte Geometrische Abmessungen der Stäbe; b) Variation der Oberflächenrauheit durch Beschichtung mit Keramikschlickern unterschiedlicher Partikelgrößenverteilung (Schilling 2014)

Durch geeignete Schlicker können rms -Oberflächenrauheiten zwischen $1,75$ und $101 \mu\text{m}$ erzeugt werden. Um den Einfluss der Benetzung auch mit den Einzelkollektoren untersuchen zu können, werden die Kollektoren mit dem Dynasylan® F8261 der Firma Evonik beschichtet.

Tab. 3.4: Mittlere quadratische Rauheiten (rms) der verwendeten Kollektoren nach einer zusätzlichen Beschichtung mit Keramikslicker, um definierte Rauheiten zu erzeugen. Ausgangswert der Kollektoren: rms = 2,16 µm (Schilling 2014; Schöbel 2014)

Keramikslicker	1	2	3	4
rms-Rauheit in µm	1,75	2	11	101

Der verwendete Aufbau für die Einzelkollektorversuche wird in Unterkapitel 3.4.2 genauer beschrieben.

3.3 Eigenschaften der kontinuierlichen Phase

Als kontinuierliches Medium wird in allen Versuchen Wasser verwendet. Um vergleichbare Bedingungen zu erhalten wird für jeden Versuch frisches Leitungswasser verwendet, welches durch ein mehrlagiges Filterpapier mit 6 µm Nennmaschenweite filtriert wird. Aufgrund der Oberflächenenergie von Wasser ist es möglich, in Kombination mit der Beschichtung der Feststoffe ähnliche Kontaktwinkel wie bei der Metallschmelze zu erzeugen. Durch die Verwendung von Wasser als kontinuierliche Phase ist es zudem möglich, den Filtrationsprozess optisch zu bewerten und den Dispersitätszustand der Partikel optisch abzuschätzen. Diese Ausgangssituation ermöglicht eine sofortige Bewertung, wie sich die disperse Phase in der kontinuierlichen Phase homogenisieren lässt.

3.4 Versuchsanlagen und Analytik

Für die experimentellen Arbeiten innerhalb des Sonderforschungsbereiches existieren drei speziell entwickelte Anlagen. Es gibt eine kleine Filtrationsanlage, die zu Beginn der Arbeiten gebaut wurde, um ein geeignetes Modellsystem zu entwickeln, erste Versuche der Filtercharakterisierung durchzuführen und Abscheideuntersuchungen an den keramischen Schaumfiltern machen zu können. Die Optimierung der Kleinanlage hat sich über zwei Jahre erstreckt und ermöglicht es nun, reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Zusätzlich diente die Kleinanlage als Pilotanlage für den Bau einer wesentlich größeren halbautomatischen Großanlage, die in den Folgeförderperioden des SFB genutzt wird. Alle Erkenntnisse und Erfahrungen der Kleinanlage sind in die Konzeptionierung und den Bau der Großanlage mit eingeflossen.

Die dritte Versuchsanlage ist der Einzelkollektoraufbau. Hier können mit kleinen Volumina und definierten Abscheidegeometrien detaillierte Parameterstudien durchgeführt werden.

In den folgenden Anlagenbeschreibungen wird jeweils der aktuellste Bauzustand beschrieben. Wenn Versuche beschrieben werden, die mit einer früheren Anlagenversion durchgeführt wurden, wird das explizit erwähnt.

3.4.1 Filtrationsanlagen

Ein Anlagenschema der Kleinanlage ist in *Abb. 3.16 a* dargestellt. Das Fassungsvermögen des Suspensionstanks beträgt 5 l. Im Suspensionstank sind drei Stromstörer und ein Rührgerät Eurostar 20 digital der IKA GmbH montiert. Die Auslegung der Stromstörer erfolgte auf Basis von Literaturangaben (Zlokarnik 1999). Die Breite der Stromstörer beträgt $b = 15$ mm, die Höhe $H_S = 160$ mm und der Abstand zum Gefäßmantel beträgt $a_S = 3$ mm. Als Rührer wird ein drei blättriger Schrägblattrührer mit einem Durchmesser von 100 mm verwendet. Die Rohrleitung ist durchsichtig und hat einen Innendurchmesser von 40 mm. Als Ventile werden in der gesamten Anlage Quetschventile DN40 der Firma AKO Armaturen & Separationstechnik GmbH eingesetzt. Der Vorteil der Quetschventile ist, dass sie nahezu keinen Verschleiß durch das Aluminiumoxid erfahren und sich die Dauer des Öffnungs- und Schließvorganges einstellen lässt. Die Ventile werden mit Druckluft betrieben. Zusätzlich ist vor jedem Ventil eine Druckluftdrossel montiert. Somit können Druckstöße in der Messstrecke beim Öffnen und Schließen der Ventile kompensiert werden. Die Messstrecke zwischen dem Suspensionstank und der Filterhalterung ist ein Meter lang und soll gewährleisten, dass sich bis zum Erreichen des Filters ein stationäres Strömungsbild ausgebildet hat. Direkt unterhalb der Filterhalterung sowie am Ende der Messstrecke sind weitere Quetschventile montiert. Unterhalb des Ventils V04 ist eine Halterung für eine Lochblende angebaut. Die Lochblende ermöglicht es, konstante Strömungsgeschwindigkeiten trotz verschiedener Filter zu gewährleisten. Dies soll den Einfluss der schwankenden Filtereigenschaften auf die Fluidgeschwindigkeit und somit auf die dominanten Abscheidemechanismen reduzieren. Darüber hinaus kann mithilfe verschiedener Blendendurchmesser die Strömungsgeschwindigkeit in der Anlage beliebig variiert werden. Seit Anfang 2013 ist die Filtratwaage mit einer Computeraufzeichnung gekoppelt, sodass alle folgenden Versuche auch in der DIAdem Versuchsdatenbank einsehbar sind.

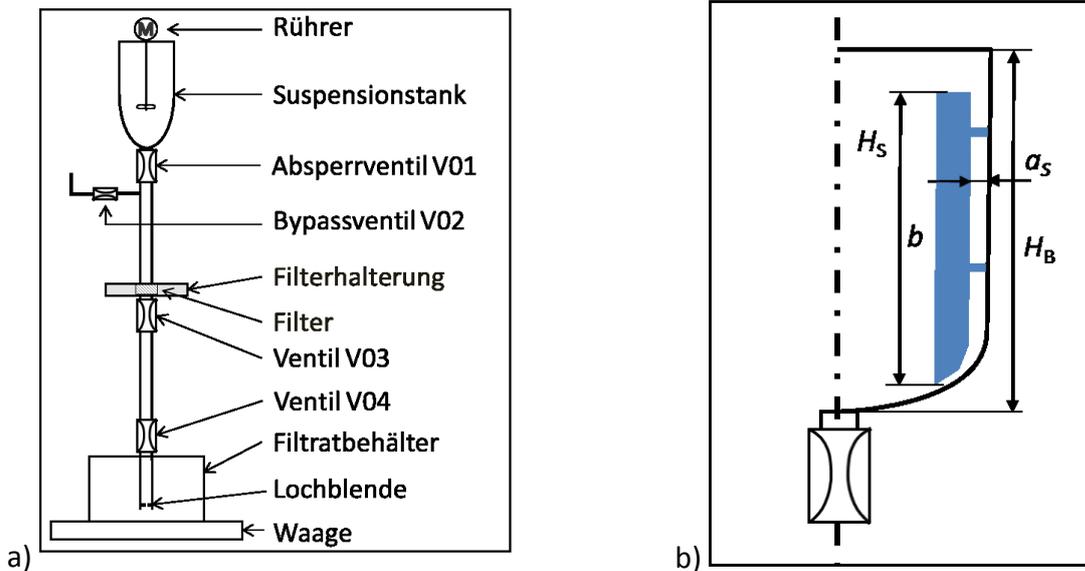


Abb. 3.16: Schematische Darstellung der kleinen Filtrationsversuchsanlage im finalen Zustand: a) Anordnung der Hauptkomponenten und der Quetschventile der Kleinanlage; b) Detailskizze des Suspensionstanks an einem der drei Stromstörer, welche eine möglichst intensive Dispergierung der Partikel erreichen sollen

Aufbauend auf den Erkenntnissen der kleinen Versuchsanlage wurde die Großanlage konzipiert. Abb. 3.17 zeigt das Fließbild der Anlage. Sie besteht aus je einem Spül- und Vorlagebehälter sowie einem Druckbehälter und einem Waagenbehälter. Das Volumen der ersten beiden Behälter beträgt ca. 240 l, der Druckbehälter hat ein Nennvolumen von 80 l und der Waagenbehälter fasst ca. 190 l. Zur Steuerung der Anlage wurde ein Labview-Programm geschrieben, welches Teilprozesse eines Filtrationsversuches automatisiert abarbeiten kann. Die Messstrecke vom Druckbehälter bis zum Waagenbehälter ist genauso wie die Messstrecke der Kleinanlage ausgeführt, sodass die Ergebnisse zwischen den Anlagen verglichen werden können. Zusätzlich verfügt die Großanlage über ein weiterentwickeltes Sicherheitssystem sowie eine benutzerfreundliche Bedienoberfläche der Anlagensteuerung. Die Großanlage ist im 2.Quartal 2015 fertiggestellt worden. Für die vorliegende Arbeit konnten somit nur punktuell Untersuchungen an der Großanlage durchgeführt werden. Bis auf die in Unterkapitel 3.2.1 beschriebenen Durchströmungsuntersuchungen wurden alle folgenden Filtrationsexperimente mit der Kleinanlage durchgeführt.

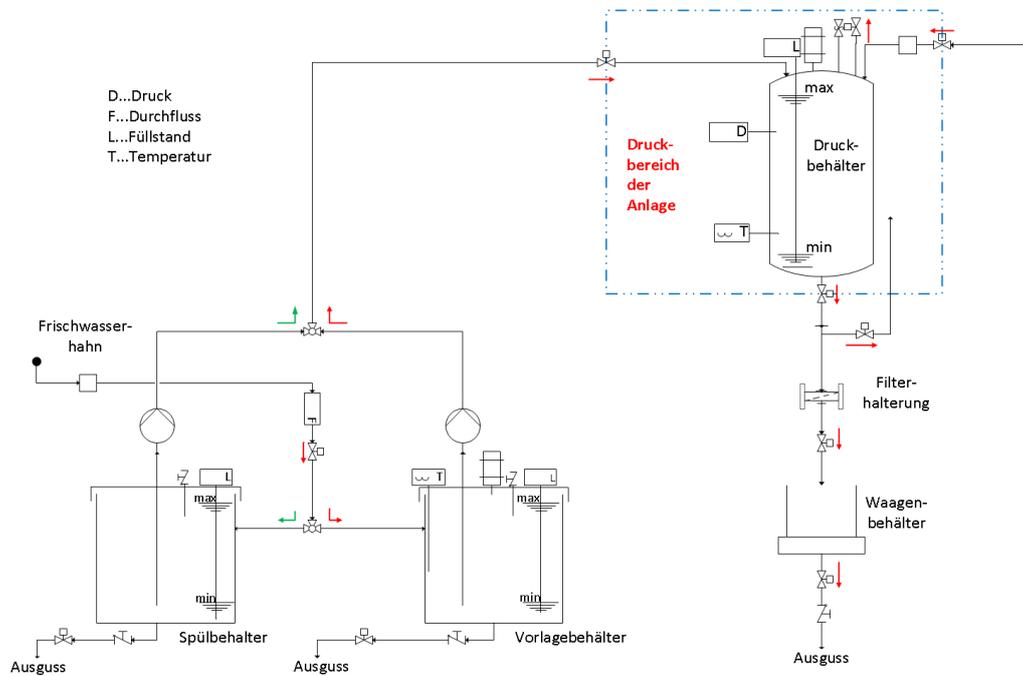


Abb. 3.17: Fließbild der halbautomatischen Großanlage

3.4.2 Einzelkollektorversuchsstand

Der Einzelkollektorversuchsstand ist auf einem Magnetrührer RCT Basic der Firma IKA GmbH aufgebaut. Auf der Plattform des Magnetrührers befindet sich ein Suspensionsgefäß aus Glas mit einem Volumen von ca. 600 ml. Das Gefäß hat einen Durchmesser von 115 mm und eine Höhe von 65 mm. Als Rührorgan wird ein PTFE ummantelter Magnetstab verwendet mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Länge von 80 mm. Die Drehzahl des Magnetrührers kann stufenlos zwischen 50 und 2000 U/min eingestellt werden. Um eine bestmögliche Dispergierung der Partikel im Suspensionsbehälter zu erreichen, wurde ein Podest in das Rührgefäß eingeklebt. Das Podest ist 10 mm hoch und hat einen Durchmesser von 45 mm. Durch das Podest hat der Magnetstab eine reduzierte Reibung mit dem Boden und aussedimentierte Teilchen können wieder aufgewirbelt werden. Abb. 3.18 zeigt das Schema der Einzelkollektoranlage. Die Kollektoren werden in gummierte Löcher der Kollektorhalterung eingepresst. Diese Kollektorhalterung ist an einem Item-Stativ befestigt, welches ein definiertes Bewegen der Kollektoren in der z-Achse ermöglicht.

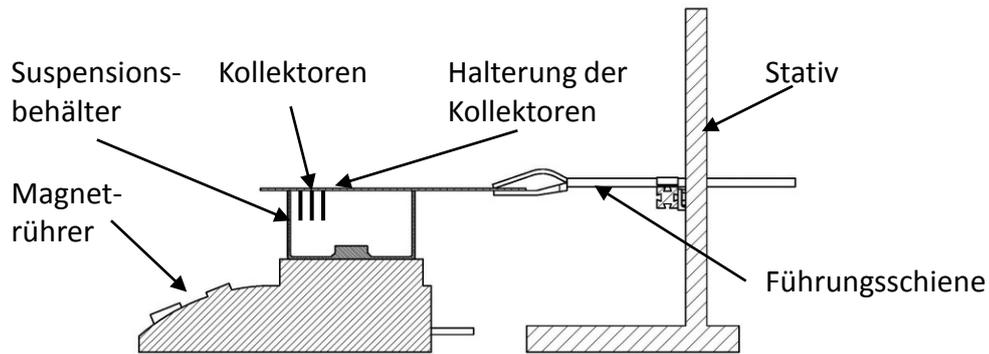


Abb. 3.18: Experimenteller Aufbau des Einzelkollektorkonzepts zur Untersuchung der Abscheidung: Schnittdarstellung der Apparatur bestehend aus einem Magnet-rührer, einem Suspensionsbehälter mit Podest und der Kollektorhalterung zum Einspannen der Kollektoren nach SCHILLING (Schilling 2014)

Die Strömung im Einzelkollektoraufbau wird durch den drehenden Magnetstab erzeugt. Die genaue Strömung innerhalb der Einzelkollektoranordnung kann leider nicht ermittelt werden. Es wird vereinfacht davon ausgegangen, dass die Kollektoren durch eine laminare Ringströmung angeströmt werden. Die Geschwindigkeit im Einzelkollektoraufbau u_{EK} kann allgemein für jeden beliebigen Radius r_{EK} über die Drehzahl des Magnetstabes n_{MS} nach Gl. 3.4 berechnet werden.

$$u_{EK} = 2\pi \cdot n_{MS} \cdot r_{EK} \quad \text{Gl. 3.4}$$

Der Einzelkollektoraufbau bietet viele Vorteile. Neben der bekannten Geometrie der Kollektoren und der beliebigen Anordnung der Stäbe ermöglicht das kleine Versuchsvolumen auch, den Gasgehalt der Suspension genau einzustellen. Dafür wird der gefüllte Suspensionsbehälter in einen Exsikkator gestellt. Der Druck im Exsikkator wird mithilfe einer Vakuumpumpe MZ 2C der Firma Vacuubrand auf 0,2 bar absolut abgesenkt. Die Druckminderung verschiebt den Partialdruck eines Gases über der Flüssigkeit und dadurch ändert sich die Konzentration des Gases in der Flüssigkeit nach dem HENRY-Gesetz (Henry 1803). Die Gassättigung der Suspension wird mit einer Sauerstoffmesssonde HI 9146 der Firma Hanna Instruments gemessen.

Für die Abscheideversuche im Einzelkollektoraufbau werden vier Kollektoranordnungen getestet, die in Abb. 3.19 dargestellt sind. Die Basisanordnung besteht aus drei in einer Reihe angeordneten Stäben, die senkrecht zur Hauptströmungsrichtung ausgerichtet sind. Die zweite Anordnung besteht aus vier Stäben in Reihe, was die verfügbare Kollektorfläche erhöht. Anordnung (III) besteht aus drei Kollektorreihen, die fluchtend angeordnet sind.

Diese versetzte Anordnung ermöglicht es den Einfluss hintereinander folgender Kollektoren zu untersuchen. In der vierten Anordnung sind vier Kollektoren in Reihe um 45° gedreht, sodass eine Kollektorecke genau in Strömungsrichtung ausgerichtet ist. Somit entsteht ein wesentlich kleinerer Staupunkt vor dem Kollektor und die direkt angeströmte Kollektorfläche je Kollektor verdoppelt sich im Vergleich zu Anordnung (II).

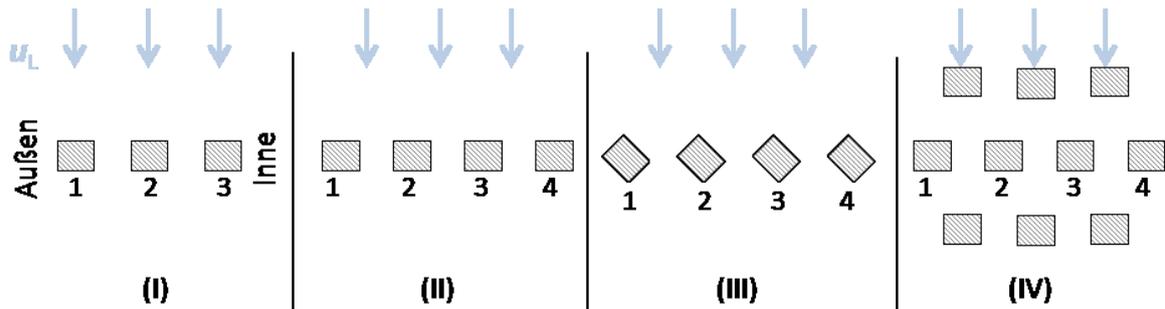


Abb. 3.19: Getestete Stabanordnungen in der Einzelkollektorapparatur: (I) Drei Kollektoren in Reihe; (II) Vier Kollektoren in Reihe; (III) Mehrreihige und versetzte Kollektoranordnung; (IV) Vier Kollektoren in Reihe 45°gedreht

Auf Basis der eingestellten Drehzahl des Magnetrührers wurden die Umfangsgeschwindigkeiten der Flüssigkeit berechnet. In Tab. 3.5 sind die Geschwindigkeiten für Reihenanordnung mit vier Kollektoren zusammengefasst. Zur Auswertung und für die Darstellung der Ergebnisse wird im weiteren Verlauf immer die berechnete Geschwindigkeit am halben Radius des Gefäßes ($r_G/2$) verwendet.

Tab. 3.5: Berechnete Umfangsgeschwindigkeit der Flüssigkeit im Einzelkollektorversuchsstand unter der Annahme, dass die Flüssigkeit nach 60 s rühren, die gleiche Geschwindigkeit besitzt, wie der Rührstab

Drehzahl min^{-1} / Radien in mm	r_G	Umfangsgeschwindigkeit in m/s				
		Stab 1	Stab 2	$r_G/2$	Stab 3	Stab 4
	57,5	44,5	32,5	28,75	20,5	8,5
200	1,204	0,932	0,681	0,602	0,429	0,178
160	0,963	0,746	0,545	0,482	0,343	0,142
120	0,723	0,559	0,408	0,361	0,258	0,107
100	0,602	0,466	0,340	0,301	0,215	0,089
50	0,301	0,233	0,170	0,151	0,107	0,045

3.4.3 Analytik

Im Rahmen der Arbeit werden Ergebnisse verschiedener Analysegeräte verwendet, deren Aufbau und Wirkprinzip im Folgenden kurz erläutert werden.

Ein Rasterkraftmikroskop (AFM) XE-100 der Firma Park Systems, Südkorea, wurde verwendet, um Topographieuntersuchungen an Oberflächen durchzuführen (Park Systems 2011). Anhand der Topographiemessungen können die mikroskopischen Rauheiten bestimmt werden. Zusätzlich ermöglicht das AFM die Messung von Haftkräften zwischen Feststoffen (Butt 1994). Zentraler Bestandteil des AFM ist der Cantilever. Der Cantilever ist eine sehr feine Blattfeder, auf deren Oberseite ein Laser fokussiert wird. Befindet sich der Cantilever in der Nähe einer Feststoffoberfläche, erfährt er anziehende oder abstoßende Kräfte. Diese Kräfte führen zur Auslenkung des Cantilevers und ändern den Weg des reflektierten Laserstrahles. Die Auslenkung des reflektierten Laserstrahls wird über einen Sensor detektiert. Das Maß der Auslenkung in Kombination mit der Federkonstante des Cantilevers ermöglicht die Berechnung einer wirkenden Kraft. Um Haftkräfte zwischen zwei Feststoffen messen zu können, wird die „Partikel-an-Cantilever“ (engl.: colloidal probe (cp)) Methode verwendet, welche in *Abb. 3.20* dargestellt ist. An die Spitze des Cantilevers wird ein Partikel geklebt. Dieses Partikel interagiert mit dem Substrat und führt somit zur Auslenkung des Cantilevers. Die Haftkraftmessung kann unter Gasatmosphäre oder in Flüssigkeiten durchgeführt werden. Alle Messungen, die für die folgenden Auswertungen nötig sind, wurden in dem Teilprojekt B 04 des Sonderforschungsbereiches 920 durchgeführt. Detaillierte Versuchsbeschreibungen sind in der Literatur zu finden (Fritzsche et al. 2013; Heuzeroth et al. 2014; Fritzsche und Peuker 2014a, 2015; Heuzeroth et al. 2015a). Für grundlegende Angaben zum Wirkprinzip und möglichen Messprinzipien sei an dieser Stelle auf die Spezialliteratur verwiesen (Butt 1994; Butt et al. 2005; Bowen und Hilal 2009).

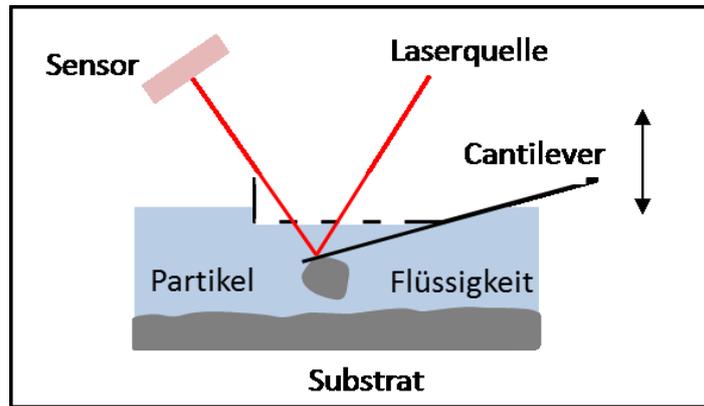


Abb. 3.20: Schematische Darstellung einer Rasterkraftmikroskopmessung mit der „Partikel-an-Cantilever“ Methode (engl.: colloidal probe)

Zur Charakterisierung der keramische Schaumfilter wurde eine Durchlichtapparatur entwickelt. Durch den Durchlichtaufbau, der in *Abb. 3.21 a* dargestellt ist, sollen Rückschlüsse auf die Durchlässigkeit eines Filters gezogen werden. Dabei wird ein Filter von unten mit einer starken Lichtquelle bestrahlt. Oberhalb des Filters befindet sich eine Kamera, mit der die Filteroberseite fotografiert wird. Die Annahme ist, dass Poren, die direkt durch den Filter durchgehen, das Licht nur geringfügig schwächen und somit auf dem Digitalfoto als ein Bereich mit hoher Lichtintensität erkannt werden. Je Filter werden acht Fotos gemacht, 4 pro Seite und zwischen jedem Foto wird der Filter um 90° gedreht. Die acht Fotos pro Filter werden mittels einer Matlab-Routine binarisiert. Zusätzlich schneidet die Matlab-Routine den Rand der Filter, sodass die unregelmäßigen Kanten des Filters die automatisierte Auswertung nicht verfälschen können. Nach der Binarisierung besteht das Foto aus schwarzen Flächen und weißen Flächen. Die weißen Flächen beschreiben Punkte auf dem Filter, bei denen nur eine sehr geringe Lichtschwächung auftritt, weshalb davon ausgegangen wird, dass dort eine Pore durch den ganzen Filter durchgeht. Das Ergebnis der Auswertung ist eine Porengrößenverteilung und die summierte Fläche der durchgängigen Poren. Der gesamte Aufbau ist mit schwarzem Leinwandstoff abgehängt, damit das Tageslicht die Analyse nicht verfälscht.

Zusätzlich ist in *Abb. 3.21 b* der schematische Aufbau eines Kontaktwinkelmessgerätes G 40 der Firma Krüss abgebildet. Die Kontaktwinkelmessmethode wird zur Charakterisierung des Benetzungsverhaltens einer Flüssigkeit auf einem Feststoffsubstrat verwendet. Die Ergebnisgröße der Messung sind zwei Kontaktwinkel, die jeweils am linken und rechten Rand des Tropfens an den Kontaktbereich zwischen Tropfen und Oberfläche ermittelt werden. Der Kontaktwinkel wird zwischen der Feststoffoberfläche und der Tangente des

Dreiphasenkontaktes ermittelt (siehe Gl. 2.11). Zur Beschreibung der Benetzung wird der Mittelwert aus den beiden gemessenen Randwinkeln berechnet.

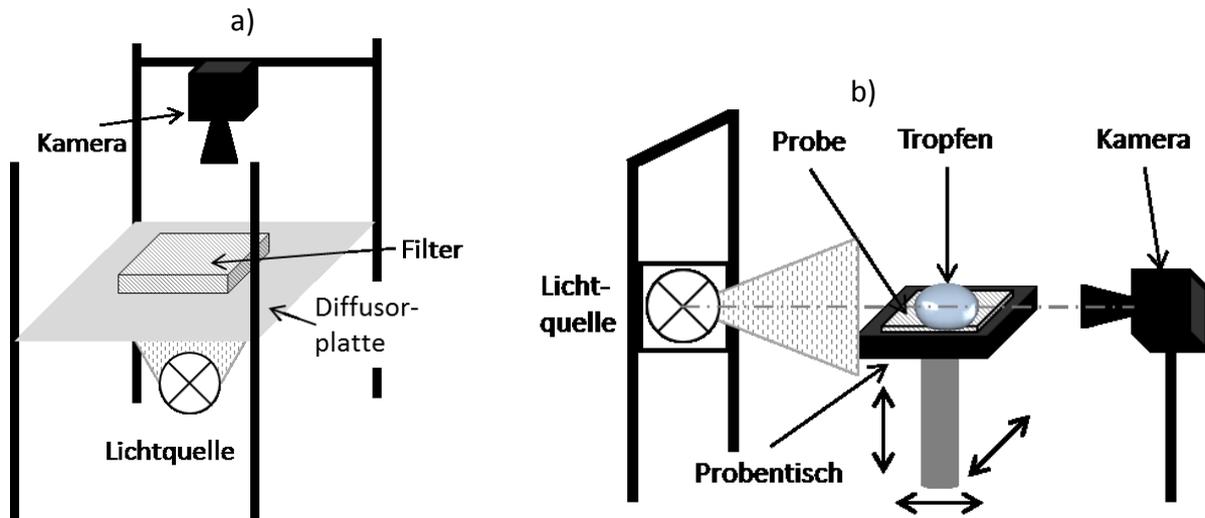


Abb. 3.21: Schematische Darstellungen der optischen Messgeräte:
a) Durchleuchtungsapparat zur Charakterisierung der Schaumfilter;
b) Kontaktwinkelmessgerät G 40 der Firma Krüss zur Charakterisierung der Benetzung zwischen einem Fluid und einem Feststoff

Zur Charakterisierung der verwendeten Partikel werden ein Rasterelektronenmikroskop Phenom der Firma Phenom World und ein Laserbeugungsmessgerät Helos der Firma Sympatec verwendet. Die Dichten der Feststoffe werden mit einem Multivolume Pyknometer 1305 der Firma Micromeritics bestimmt.

3.5 Versuchsdurchführung

Die Abläufe der Versuchsdurchführung sind, ähnlich wie der Aufbau der experimentellen Anlagen, über die Dauer der Forschungsarbeit stetig weiterentwickelt und optimiert wurden. Im Folgenden werden nur die aktuell gültigen Durchführungsschritte im Referenzsystem beschrieben. Sollten im Ergebnisteil Experimente ausgewertet werden, bei denen eine abweichende Versuchsdurchführung angewendet wurde, wird explizit darauf hingewiesen. Ein besonderer Aspekt ist dabei die geeignete Zugabe der Feststoffpartikel und deren möglichst homogene Dispergierung in der kontinuierlichen Phase. Diese Untersuchungen werden zu Beginn des Ergebnisteils ausführlich beschrieben.

3.5.1 Kleine Filtrationsversuchsanlage

Vor jedem Versuch wird die Anlage komplett mit Wasser gefüllt. Dabei wird darauf geachtet, dass sich der Auslauf der Messstrecke immer unterhalb der Wasseroberfläche befindet. Dies verhindert zum einen den Einzug von Blasen in die Messstrecke, es sorgt für einen druckstoßfreien Ablauf der Flüssigkeit, und zum anderen wird das Signal der Waage stabilisiert, was auch von TICHY berichtet wird (Tichy 2007). Um den Filter in die Filterhalterung einzubauen, wird die Anlage bis Ventil V03 entleert. Der Filter wird mit Teflonband umwickelt, damit das Fluid durch den Filter strömen muss und Randeffekte reduziert werden. Der eingewickelte Filter wird von Hand in eine Silikonform eingepresst, welche von einem Edelstahlring umgeben ist. Die Silikonform gibt es in verschiedenen Abmessungen, damit trotz schwankender Filterabmessung eine Bypassströmung des Fluides am Filter verhindert werden kann. *Abb. 3.22 a* zeigt den seitlich abgedichteten Filter nach dem Einbau in die Filtrationsanlage. Anschließend wird die Filterhalterung geschlossen und die Anlage wieder komplett mit Wasser gefüllt. Nach dem Füllen der Anlage befinden sich in der Filterstruktur noch Gasblasen, die durch das Öffnen und Schließen des Ventils V04 mobilisiert werden. Die Entlüftung der Filter wird abgebrochen, wenn trotz Betätigung des Ventils keine Gasblasen aus dem Filter austreten. Um sicherzugehen, dass in der Filterhalterung keine makroskopischen Blasen hängen, die die Filtration beeinflussen würden, wird der Filter im Anschluss mit 3 l Wasser durchströmt. Danach wird die Anlage wieder komplett gefüllt, sodass sich im Suspensionstank 3 l befinden, und das Ventil V01 geschlossen. Die Feststoffzugabe erfolgt mit einer Spritze unterhalb der Wasseroberfläche. Dafür werden die Partikel mit 5 ml Ethanol in einer Spritze vordispersiert und dann in das Wasser gespritzt. Dieses Verfahren ist notwendig, weil sich die hydrophoben Partikel sonst nur auf der Wasseroberfläche ansammeln und somit nicht in das Fluid dispersiert werden können. Während der Partikelzugabe rührt der Rührer mit einer Umfangsgeschwindigkeit von $u_R = 1,83$ m/s. Innerhalb der Homogenisierungsphase wird die Datenerfassung gestartet. Die Rührdauer beträgt eine Minute. Danach wird der Rührer abgeschaltet und die Ventile V01 und V04 geöffnet. Die Ventile V02 und V03 sind in der Grundstellung offen. Während der Rührphase bildet sich ein deutlich sichtbarer Partikelfilm auf der Wasseroberfläche, der im Weiteren als Schlacke bezeichnet wird. Bevor die Schlacke das Absperrventil V01 erreicht, wird dieses Ventil mittels einer Drossel langsam geschlossen und die Schlacke somit abgetrennt. Die Drosselung reduziert die Intensität des Druckstoßes in der Wassersäule

während des Schließvorgangs, was das Ablösen bereits abgeschiedener Partikel von der Filteroberfläche minimiert. Durch das offene Bypassventil V02 kann die Suspension, trotz geschlossenem Ventil V01, ungebremst weiterfließen. Wenn die Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche die Filterhalterung erreicht, wird das Ventil V03 geschlossen und die Datenerfassung gestoppt. *Abb. 3.22 b* zeigt eine Detailskizze der Filterhalterung mit dem Ventil V03 und der eingebauten Ablassöffnung. Der Verschluss des Ventils V03 wird erneut über eine Drossel verlangsamt. Im Anschluss wird die Ablassöffnung geöffnet und ein Becherglas (B1_i) unter dem Ventil V03 positioniert. Nach dem Öffnen des Ventils V03 fließt die Flüssigkeit aus der Filterhalterung in das Becherglas. Nach der Entleerung der Filterhalterung wird der verwendete Filter ausgebaut und in eine Aluschale gelegt. Danach wird ein zweites Becherglas (B2_i) unter die Filterhalterung gestellt. Mit diesem Becherglas werden die Schlacke aus dem Suspensionstank und das Spülwasser des Suspensionstanks aufgefangen. Der Filter und die beiden Bechergläser je Versuch werden bei 70°C in einem Trockenschrank bis zur Massekonstanz getrocknet. Am Ende des Versuches wird die Anlage wieder zusammengebaut und mit Frischwasser gereinigt.

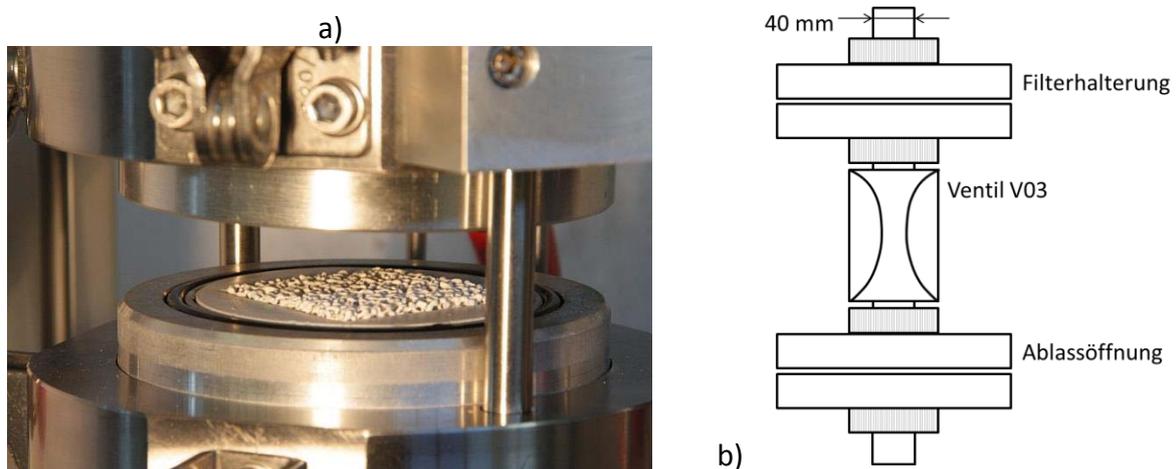


Abb. 3.22: Detailabbildung des Filtrationsstandes: a) Filterhalterung geöffnet; b) Quantifizierung der Partikelredispergierung durch Verwendung der Ablassöffnung unterhalb Ventil V03

Nach der Trocknung des Behälters B1 wird die aufgefangene Feststoffmasse m_{B1} bestimmt. Die Feststoffmasse setzt sich aus dem dispergierten Feststoff in der Suspension m_S und aus der Masse an Partikeln m_R zusammen, die sich beim Leerlaufen des Filters von der Filteroberfläche ablösen. Die Existenz eines Redispergierungseffektes wird in den Experimenten beobachtet und im Ergebnis teil genauer beschrieben. Um den Anteil der Redispergierung bestimmen zu können, werden für jede getestete Fluideschwindigkeit, jede

Partikelgrößenverteilung und jeden Feststoff Blindversuche durchgeführt. Bei den Blindversuchen wird kein Filter in die Anlage eingebaut und die Versuchsdurchführung, wie oben beschrieben, abgearbeitet. Die in den Blindversuchen ermittelte Feststoffmasse m_{B1} entspricht der Partikelmasse in der Suspension m_s , ohne Redispergierungseffekte. Um einen statistisch belastbaren Wert zu bekommen, wird jedes Parameterset mindestens sechsmal wiederholt. Aus den Ergebnissen der Blindversuche wird eine mittlere Feststoffmasse der Suspension ermittelt. Somit kann über Gl. 3.5 die Masse der redispergierten Partikel für jeden Versuch berechnet werden.

$$m_R = m_{B1} - \overline{m_s} \quad \text{Gl. 3.5}$$

Durch die Verwendung der Lochblenden im Auslauf der Messstrecke kann der Einfluss des fehlenden Filters auf die Durchströmungsgeschwindigkeit der Anlage vernachlässigt werden. Somit sind die Strömungsgeschwindigkeiten der Blindversuche gleich denen der Abscheideversuche.

Nach der Trocknung des Behälters B2 wird die Feststoffmasse der Schlacke m_{Sch} bestimmt. Dieser Wert ist notwendig, weil diese Feststoffmasse nicht bis zum Filter gekommen ist. Somit muss die Berechnung der Filtrationseffizienz angepasst werden. Die korrigierte Filtrationseffizienz e_k wird aus dem Quotient der Massebilanz des trockenen Filters vor und nach dem Versuch bestimmt sowie der Summe aus der ursprünglich zugegebenen Feststoffmasse m_p und der gemessenen Schlackemasse m_{Sch} in Behälter B2, siehe Gl. 3.6.

$$e_k = \frac{m_{F,1} - m_{F,0}}{m_p - m_{Sch}} \cdot 100\% \quad \text{Gl. 3.6}$$

Für die Versuche, bei denen die Redispergierung mit erfasst wurde, kann mit Gl. 3.7 die effektive Filtrationseffizienz des Filters berechnet werden.

$$e_{eff} = \frac{(m_{F,1} + m_R) - m_{F,0}}{m_p - m_{Sch}} \cdot 100\% \quad \text{Gl. 3.7}$$

Über den Massezuwachs des Filters zwischen dem trockenen Zustand vor dem Versuch und nach dem Versuch wird die absolute massenspezifische Filtrationseffizienz mit Gl. 3.8 berechnet.

$$e_a = \frac{m_{F,1} - m_{F,0}}{m_p} \cdot 100\%$$

Gl. 3.8

3.5.2 Einzelkollektorversuchsstand

Die Einzelkollektoruntersuchungen sind in ihrem Ablauf an die Filtrationsversuche angelehnt. Zu Beginn des Versuchs wird der Suspensionsbehälter mit 500 ml Wasser gefüllt. In Abhängigkeit von den gewünschten Parametern kann der gefüllte Suspensionsbehälter vor dem Versuch in einem Exsikkator gelagert werden. Durch die Lagerung der Suspension im evakuierten Exsikkator sinkt deren Gasgehalt, was die Größe und die Anzahl von Gasbläschen im Fluid verringert. Der gefüllte Suspensionsbehälter wird auf dem Magnetrührer positioniert und der Magnetstab auf dem Podest abgelegt. Dann werden die Kollektoren bei drehendem Magnetrührer für eine Minute eingetaucht und somit befeuchtet. Anschließend werden die Kollektoren wieder entnommen und der vordispersierte Feststoff mit einer Spritze zugegeben. Nach Ablauf einer weiteren Minute werden die befeuchteten Kollektoren erneut in die Suspension getaucht. Die Abscheidephase beträgt eine Minute. Danach wird die Kollektorhalterung vorsichtig aus der Suspension gezogen und jeder Kollektor in einer Aluminiumschale abgelegt. Über die Massebilanz für jeden Kollektor wird die Filtrationsleistung eines jeden Stabes bestimmt sowie die Summe der abgeschiedenen Massen von allen Kollektoren errechnet.

Damit die Versuchsreihen miteinander vergleichbar sind, wird die erreichte Beladung der eingesetzten Kollektoren über die flächenbezogene maximale Abscheidemasse $m_{p,max}$ beschrieben. Diese maximale Abscheidemasse wird über die zur Verfügung stehende Abscheidefläche berechnet. Dafür wird die Eintauchtiefe $h_{EK,b}$ der Kollektoren im Rührbehälter bei einer mittleren Umfangsgeschwindigkeit von 0,602 m/s gemessen. Die gemessene mittlere Eintauchtiefe beträgt 37,5 mm. Die Eintauchtiefe berücksichtigt Niveauschwankungen aufgrund der entstehenden Trombe, den Unterschied zwischen An- und Abströmseite sowie den Flüssigkeitsverlauf an den Seitenflächen der Kollektoren. Um die Auswertung zu vereinheitlichen, wird angenommen, dass diese Eintauchtiefe für alle folgenden Versuche konstant ist.

Mit der Breite b und der Tiefe t_K des Kollektors kann die eingetauchte Kollektorfläche $A_{EK,b}$ nach Gl. 3.9 berechnet werden. Die Kollektorabmessungen entsprechen den gemittelten Werten aus *Abb. 3.15 a*.

$$A_{EK,b} = b \cdot t_K + 2b \cdot h_{EK,b} + 2t_K \cdot h_{EK,b} \quad \text{Gl. 3.9}$$

In Abhängigkeit von der verwendeten Kollektorzahl wird mit Gl. 3.10 die gesamte Abscheidefläche A_{EK} berechnet, die zur Abscheidung zur Verfügung steht.

$$A_{EK} = \sum_i^n A_{EK,b} \quad \text{Gl. 3.10}$$

Mit der abscheidefähigen Kollektorfläche wird die maximale Partikelanzahl n_p ermittelt. Unter der Annahme, dass die verwendeten Partikel eine ideale Kugelform besitzen und sich in einer Monoschicht anlagern, kann die maximale Partikelanzahl mit Gl. 3.11 berechnet werden. Dass die Kugelform der Partikel als Annahme gerechtfertigt ist, zeigen die REM-Untersuchungen aus Kapitel 3.1. Zwischen den Partikeln wird eine Porosität $\varepsilon_{KS}=0,215$ geschätzt, was einer zufälligen Anordnung von Kugeln in der Ebene entspricht. Die Partikelfläche $A_{P,50}$ wird mit dem d_{50} der verwendeten Partikelgrößenverteilung, siehe *Tab. 5.1*, berechnet.

$$n_p = \frac{A_{EK} \cdot (1 - \varepsilon_{KS})}{A_{P,50}} \quad \text{Gl. 3.11}$$

Durch die Kenntnis der abscheidbaren Partikelanzahl ermöglicht Gl. 3.12 die Berechnung der maximal erreichbaren Abscheidemasse $m_{P,max}$. Die Dichten der verwendeten Stoffsysteme sind in Kapitel 3.1 eingeführt.

$$m_{P,max} = \frac{\pi}{6} d_{P,50}^3 \cdot \rho_P \cdot n_p \quad \text{Gl. 3.12}$$

Der Quotient aus der maximal möglichen Abscheidemasse und der im Versuch ermittelten abgeschiedenen Partikelmasse $m_{P,A}$, ermöglicht die Berechnung der flächenspezifischen Filtrationseffizienz $e_{EK,F}$ anhand Gl. 3.13. Der Bezug auf die vorhandene Abscheidefläche hat den Vorteil, dass auch Messreihen mit unterschiedlichen Stabanordnungen miteinander vergleichbar sind.

$$e_{\text{EK,F}} = \frac{m_{\text{p,A}}}{m_{\text{p,max}}} \cdot 100\% \quad \text{Gl. 3.13}$$

Die Definition der flächenspezifischen Filtrationseffizienz ermöglicht es zusätzlich, auch die Abscheideleistung der einzelnen Kollektoren im Prüfaufbau untereinander zu vergleichen.

Setzt man in Gl. 3.13 anstelle der flächenmäßig maximal möglichen Abscheidemasse $m_{\text{p,max}}$ die zugegebene Partikelmasse m_{p} ein, so erhält man die massespezifische Filtrationseffizienz $e_{\text{EK,M}}$ (Gl. 3.14).

$$e_{\text{EK,M}} = \frac{m_{\text{p,A}}}{m_{\text{p}}} \cdot 100\% \quad \text{Gl. 3.14}$$

3.5.3 Statistische Versuchsplanung

Ein Hauptargument gegen detaillierte experimentelle Untersuchung ist deren zeitlicher und arbeitstechnischer Aufwand. Je mehr relevante Parameter ein System besitzt, desto höher ist der Aufwand der betrieben werden muss, um ein mögliches Prozessoptimum zu finden. Klassische Versuchspläne ändern pro Versuch je ein Parameter (engl.: OFAT – one factor at time) (Siebertz et al. 2010). Der Umfang des resultierenden Versuchsplans steigt somit durch die Anzahl der Parameter exponentiell an, siehe Gl. 3.15.

$$n_{\text{V}} = n_{\text{F}}^{n_{\text{s}}} \quad \text{Gl. 3.15}$$

Für drei Parameter mit drei Einstellungen wären ohne Messwiederholungen 27 Versuche nötig. Um den Arbeitsaufwand zu reduzieren, kann die statistische Versuchsplanung angewendet werden (Scheffler 1986; Siebertz et al. 2010; Huhtanen 2012). Das Ziel der statistischen Versuchsplanung (engl.: DOE – Design of experiments) ist es, mit so wenig wie möglich Experimenten möglichst viele Informationen über den untersuchten Prozess zu erhalten (Siebertz et al. 2010). Vor der Planung einer DOE sollte eine Parameteranalyse durchgeführt werden. Dabei gilt es herauszufinden, welche Parameter relevant sind und welcher Wertebereich dieser Parameter zu untersuchen ist. Die in der DOE verwendeten Prozessparameter werden Faktoren genannt und müssen kontinuierlich und skalar sein. Die Zielgröße der Versuche, in dieser Arbeit die Filtrationseffizienz, wird als Qualitätsmerkmal bezeichnet (Siebertz et al. 2010). Die Anzahl der getesteten Einstellungen je Faktor wird

durch die Stufenzahl beschrieben. Über die Werte der Faktoren werden die Systemgrenzen der DOE bestimmt. *Tab. 3.6* zeigt den Unterschied zwischen einem OFAT-Versuchsplan mit drei Parametern und drei Stufen, einer DOE mit drei Faktoren und einer DOE mit drei Faktoren inklusive einer Zentralpunktbestimmung. Der Zentralpunkt ist definiert durch den Mittelwert der betrachteten Parameterbereiche und dient der Überprüfung, ob das Qualitätsmerkmal linear abhängig von den getesteten Faktoren ist (Schilling 2014). Wiederholt man den Zentralpunkt x -mal, erhält man zusätzlich ein Maß um die Standardabweichung des Systems zu beschreiben.

Tab. 3.6: Versuchsanzahl zur vollständigen Analyse einer Parameterstudie mit drei Variablen

Methode der Versuchsplanung	OFAT	OFAT mit n -Wiederholungen	DOE	DOE mit x -facher Zentralpunkt Bestimmung
Anzahl der Versuche	27	$27 \cdot n$	8	$8+x$

Abb. 3.23 zeigt die Systemgrenzen einer DOE mit drei Faktoren zu je zwei Stufen. Die Eckpunkte des Würfels symbolisieren die Messpunkte y_i und jede Dimension entspricht einem Faktor. Im Zentralpunkt nehmen alle Faktoren ihren Mittelwert an und an den Eckpunkten entweder ihren Maximal (1)- oder Minimal (-1)-Wert. In der Regel werden die Eckpunkte mit -1 und 1 kodiert, sodass die x -Achse der Ergebnisse in der Regel dimensionslos dargestellt wird. Das ermöglicht eine übersichtliche und vergleichende Auswertung aller Faktoren (Bspw. *Abb. 3.24 a*) unabhängig von den ursprünglichen Dimensionen der Faktoren.

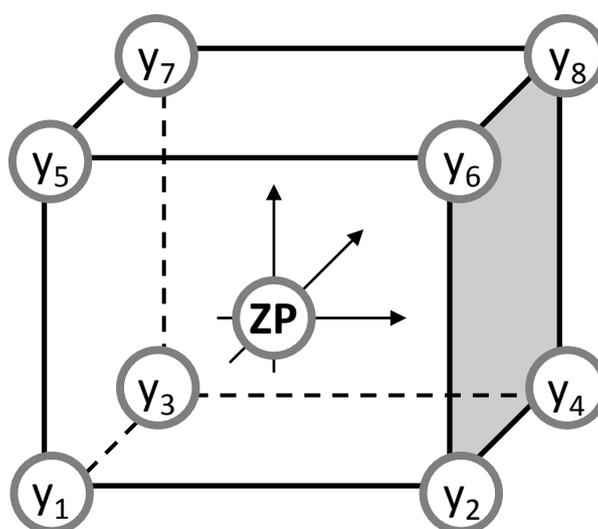


Abb. 3.23: Systemgrenzen einer DOE mit drei Faktoren je zwei Stufen. Zusätzlich ist der Zentralpunkt des Systems dargestellt, in dem alle Faktoren ihren Mittelwert einnehmen

Zur Interpretation einer DOE wird eine Ergebnistabelle verwendet, siehe *Tab. 3.7*. Sie enthält die Stufe der Faktoren für jeden Versuchspunkt y_i und den Wert des ermittelten Qualitätsmerkmals e_i . Um eine DOE auswerten zu können, ist es notwendig, dass alle geplanten Versuche abgeschlossen sind. Diese Voraussetzung ergibt sich aus der Berechnung der Haupteffekte E_i und der Wechselwirkungseffekte E_{ij} der getesteten Faktoren. Der Zentralpunkt wird zur mathematischen Auswertung der statistischen Versuchsplanung nicht benötigt, deswegen wird er auch in der Ergebnistabelle nicht aufgeführt.

Tab. 3.7: Auszug der Ergebnistabelle einer statistischen Versuchsplanung mit drei Faktoren und zwei Stufen

Versuchspunkt	gewählte Stufe der Faktoren			Wechselwirkung	Qualitätsmerkmal
	A	B	C	AB	
-	A	B	C	AB	-
y_1	+	+	+	+	e_1
y_2	-	+	+	-	e_2
y_3	+	-	+	-	e_3
y_4	-	-	+	+	e_4
y_5	+	+	-	+	e_5
y_6	-	+	-	-	e_6
y_7	+	-	-	-	e_7
y_8	-	-	-	+	e_8
Effekt	E_A	E_B	E_C	E_{AB}	

Die Berechnung der Haupteffekte erfolgt für jeden Faktor einzeln nach Gl. 3.16. Der erste Term auf der rechten Seite beschreibt den Mittelwert des Qualitätsmerkmals, wenn der Faktor A in Stufe 1 (MW+) ist und der zweite Term gibt den Mittelwert des Qualitätsmerkmals an, wenn der Faktor auf Stufe -1 (MW-) eingestellt ist. Der Wert des Haupteffektes beschreibt somit die Änderung des Qualitätsmerkmals, wenn der Faktor von -1 auf 1 verändert wird.

$$E_A = \frac{e_1 + e_3 + e_5 + e_7}{4} - \frac{e_2 + e_4 + e_6 + e_8}{4} \quad \text{Gl. 3.16}$$

Je höher ein Effektwert E_i ist, desto größer ist dessen Einfluss auf die Ergebnisgröße. Die beiden Terme aus Gl. 3.16 werden auch zur Darstellung der Ergebnisse in den Effektdiagrammen, *Abb. 3.24 a*, verwendet. Je steiler der Anstieg der Effektlinien ist, desto dominanter ist der Einfluss des Faktors. Negative Anstiege verdeutlichen, dass die Erhöhung des Faktorwertes das Qualitätsmerkmal reduziert.

Ähnlich den Haupteffekten können auch Wechselwirkungseffekte berechnet werden. Diese beschreiben den Einfluss von Faktor A, wenn gleichzeitig ein anderer Faktor variiert wird. Die Berechnung der Wechselwirkungseffekte beschreiben Gl. 3.17 und Gl. 3.18.

$$E_{A(B-)} = E_A - E_{AB} \quad \text{Gl. 3.17}$$

$$E_{A(B+)} = E_A + E_{AB} \quad \text{Gl. 3.18}$$

In Abb. 3.24 b ist ein Effektdiagramm mit Haupt- und Nebeneffekten dargestellt. In der Regel haben die Wechselwirkungen einen geringeren Einfluss als die Haupteffekte, aber deren Bedeutung darf nicht unterschätzt werden (Siebertz et al. 2010).

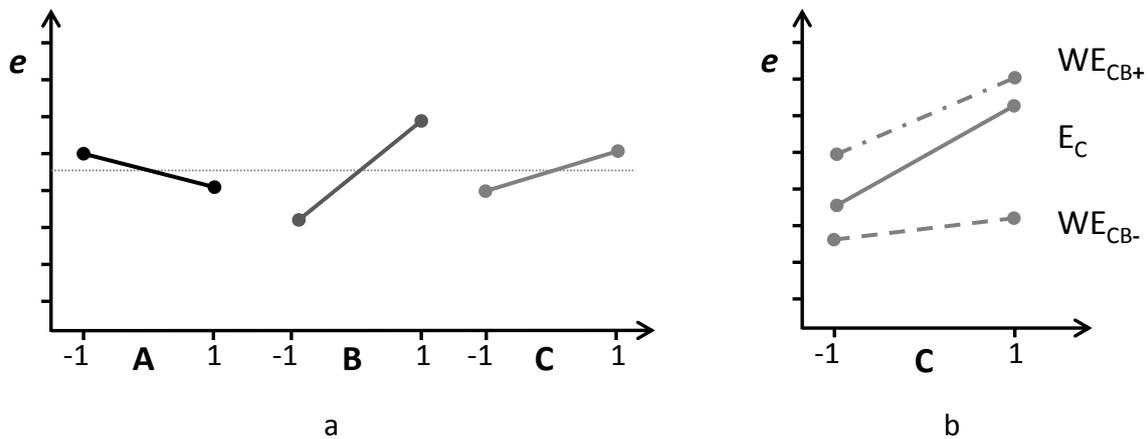


Abb. 3.24: Ergebnisdigramme einer zweistufigen DOE mit drei Faktoren unter Annahme linearer Zusammenhänge: a) Effektdiagramme der drei Faktoren; b) Beispiel für ein Wechselwirkungsdiagramm des Faktors C mit dem Faktor B

Nach Durchführung aller Versuche und Berechnung der Auswertematrix können die Abhängigkeiten des Qualitätsmerkmals quantitativ beschrieben werden. Die Ergebnisse zeigen numerisch (Tab. 3.7) und graphisch (Abb. 3.24), welcher Faktor den größten Effekt auf die Zielgröße besitzt.

Eine DOE hat dabei nicht nur den Vorteil, dass die Versuchsanzahl stark reduziert werden kann, es ermöglicht auch eine Aussage über das Qualitätsmerkmal an jedem Punkt innerhalb des überprüften Systems (Abb. 3.23). Dies wird möglich durch die Verwendung des linearen Beschreibungsmodells. Gl. 3.19 zeigt die vollständige lineare Beschreibung für eine DOE mit drei Faktoren. Die Gleichung ermöglicht die Berechnung der Ergebnisgröße e für jede beliebige Einstellung der Faktoren x_i innerhalb des zuvor definierten Systembereiches. Die Modellkonstanten k_i in Gl. 3.19 berechnen sich aus dem Effektwert E_{ij} und der verwendeten

Stufenanzahl. Die Abweichung des linearen Beschreibungsmodells von der Realität wird durch den letzten Summanden δ beschrieben.

$$e = k_0 + k_1 \cdot x_1 + k_2 \cdot x_2 + k_3 \cdot x_3 + k_{12} \cdot x_1 \cdot x_2 + k_{13} \cdot x_1 \cdot x_3 + k_{23} \cdot x_2 \cdot x_3 + k_{123} \cdot x_1 \cdot x_2 \cdot x_3 + \delta \quad \text{Gl. 3.19}$$

Das Thema der statistischen Versuchsplanung ist sehr umfangreich und kann hier nicht komplett erläutert werden. Für weitere allgemeine Informationen verweise ich auf das Buch von SIEBERTZ et al. (Siebertz et al. 2010) sowie die Dissertation von HUHTANEN (HUHTANEN 2012), der sich explizit mit der Anwendung der DOE in Filtrationsaufgaben beschäftigt hat.

4 Entwicklung eines Abscheidemodells für Partikel in flüssigen Medien mithilfe numerischer Simulationen

Wie bereits in vorangegangenen Kapiteln erwähnt, ist der Einzelkollektoransatz ein übliches Mittel, um die Prozesse innerhalb der Tiefenfiltration zu untersuchen. Dafür können experimentelle oder numerische Untersuchungen vorgenommen werden. In beiden Fällen betrachtet man einen Steg des komplexen Filtermediums und will Erkenntnisse über den Einfluss der charakteristischen Strömung auf die Abscheidung der dispersen Phase gewinnen. Der Vorteil einer numerischen Simulation besteht darin, dass sie als Ergebnis Informationen über den Verlauf der Stromlinien und damit unter bestimmten Voraussetzungen auch über die Strömungsbahnen der dispergierten Partikel liefert. Es wird berechnet, ob ein Partikel aufprallt, wo es aufprallt und mit welcher Geschwindigkeit es aufprallt. Einschränkend ist zu erwähnen, dass heutige numerische Simulationen noch nicht in der Lage sind, alle Strömungseffekte und Wechselwirkungen im Strömungsfeld zu berücksichtigen. Besonders Mehrphasenströmungen mit flüssigen Medien sind bis heute sehr schwer zu simulieren. Die Ergebnisse einer Simulation erhöhen das Verständnis von Filtrationsprozessen, da sie eine direkte Nachverfolgung der betrachteten Partikel ermöglicht. Es sollte aber stets versucht werden, die Simulation durch experimentelle Arbeiten zu bestätigen.

Im Rahmen des Sonderforschungsbereiches 920 ist ein Ansatz zur numerischen Berechnung eines Einzelkollektorabscheidegrades erarbeitet worden, der an die experimentellen Untersuchungen in dieser Arbeit angelehnt ist (Wertzner et al. 2013a, 2013b). Mit dem von Wertzner et al. entwickelten Ansatz werden Einzelkollektorströmungen simuliert, deren Eingangsgrößen aus dem experimentellen Modell dieser Arbeit entnommen sind. Berücksichtigt werden die charakteristischen Partikelgrößen der experimentell verwendeten Partikelgrößenverteilung sowie die im Experiment gemessenen Fluidgeschwindigkeiten. Mit den Ergebnissen der numerischen Simulation wird ein Abscheidemodell entwickelt, welches es ermöglicht, die Abscheideeffizienz eines keramischen Schaumfilters abzuschätzen.

4.1 Beschreibung der numerischen Strömungssimulation

Die verwendete Simulation basiert auf den Untersuchungen von WERZNER et al. (Wertzner et al. 2013a, 2013b), die im Rahmen des SFB 920 erarbeitet wurden. Für die folgenden Auswertungen wurde das vorhandene Modell an die Versuchsparameter dieser Arbeit angepasst.

Das instationäre Strömungsfeld wird mit Hilfe der LATTICE-BOLTZMANN-Methode berechnet, was der Lösung der NAVIER-STOKES-Gleichung mit einer Genauigkeit zweiter Ordnung entspricht. Der Zylinder wird als unendlich lang angesehen, sodass sich die Modellierung auf ein zweidimensionales Problem reduziert. Die Einlassgeschwindigkeit sowie der Druck am Auslass werden innerhalb eines Parametersets als konstant vorausgesetzt. In Richtung der y-Achse wiederholt sich das modellierte Strömungsfeld periodisch. *Abb. 4.1* zeigt das berücksichtigte Strömungsfeld für eine Fluidgeschwindigkeit von 0,41 m/s und einen Partikeldurchmesser von 8 μm . Die Partikel sind zur Visualisierung stark vergrößert dargestellt. Das Strömungsfeld wird durch quadratische Flächenelemente approximiert, die eine Seitenlänge von 8,33 μm besitzen. Der Zylinderdurchmesser d_z beträgt 500 μm .

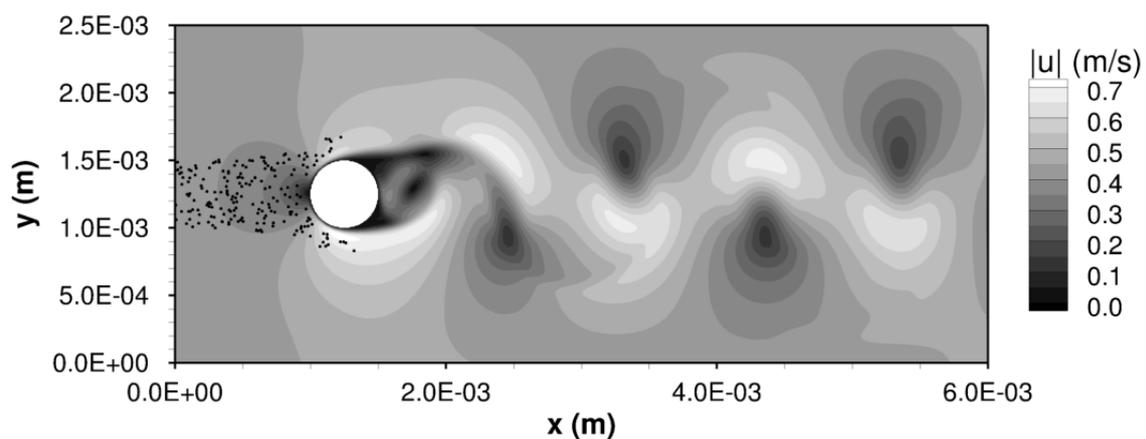


Abb. 4.1: Betrachteter Strömungsbereich bei der numerischen Simulation des Teilprojekts B02 (Heuzeroth et al. 2015b). Für die Anschaulichkeit sind die Partikel vergrößert dargestellt. Um die Rechenzeit zu reduzieren, ist die Konzentration der Partikel stark erhöht. Dieser Ansatz ist zulässig, da die Partikel bei der Simulation nicht miteinander interagieren (Wertzner et al. 2013b)

Die Berechnung der Partikeltrajektorien erfolgt durch die Lösung der Bewegungsgleichung im LAGRANGE'schen Bezugssystem für jedes einzelne Partikel. Dabei werden die Auftriebskraft, die Trägheit sowie die Widerstandskraft zwischen dem bewegten Partikel und dem Strömungsfeld berücksichtigt. Die Schwerkraft und die Strömungsgeschwindigkeit sind,

entsprechend den experimentellen Arbeiten, gleichgerichtet und wirken in Richtung der x-Achse. Innerhalb der Simulation interagieren die Partikel nicht miteinander, sodass zugunsten schnellerer Konvergenz wesentlich höhere Feststoffkonzentrationen als im Experiment verwendet werden können.

Nachdem sich das instationäre Strömungsfeld vollständig entwickelt hat, erfolgt die Partikelzugabe. In jedem Parameter Set-up werden 10^5 Partikel am linken Rand des modellierten Strömungsfeldes (Einlassrand) eingesetzt. Die Zugabe erfolgt zufällig über der Höhe des Zylinders ($1 \text{ mm} < y < 1,5 \text{ mm}$) innerhalb von 10 Verweilzeiten des Fluides im Prozessraum. Die Verweilzeit ergibt sich aus dem betrachteten Strömungsfeld, der Stromlinienbahn des beobachteten Fluidelementes und aus der verwendeten Hauptfluidgeschwindigkeit. Die Hauptfluidgeschwindigkeit (u_L) definiert die Fluidgeschwindigkeit beim Eintritt in den simulierten Strömungsbereich. Der Durchmesser des Einzelkollektors bleibt im Laufe der Simulation konstant, da die Simulation den Aufbau der abgeschiedenen Partikel noch nicht berücksichtigt.

Die verwendeten Stoff- und Prozesswerte für die Simulationen werden so gewählt, dass sie die experimentellen Versuche in dieser Arbeit nachbilden. Wasser dient als kontinuierliche Phase und Aluminiumoxidpartikel als diskontinuierliche Phase. *Tab. 4.1* fasst die verwendeten Partikeldurchmesser und Fluidgeschwindigkeiten zusammen. Die Partikeldurchmesser sind charakteristische Werte der Aluminiumoxidpartikel $< 200 \mu\text{m}$ (siehe Kapitel 3.1.1). Die Fluidgeschwindigkeiten entsprechen denen, die in der kleinen Filtrationsanlage umgesetzt werden können.

Tab. 4.1: Auflistung des verwendeten Parameterfeldes für die numerische Simulation der Aufprallereignisse an einem zylinderförmigen Einzelkollektor nach HEUZEROTH et al. (Heuzeroth et al. 2015b)

charakteristische Werte der Partikelgrößenverteilung	d_{10}	d_{16}	d_{50}	d_{84}	d_{90}
d_p in μm	8	14	75	157	179
getestete Hauptfluidgeschwindigkeiten					
u_L in m/s	0,006	0,02	0,11	0,41	

Die Ergebnisse der numerischen Simulation werden als Ausgangsdatensatz für das entwickelte Abscheidemodell verwendet und in Excel-Datensätze überführt. Für jede Partikelgröße und Fluidgeschwindigkeit wird ein Datensatz ausgegeben, der die

Partikelnummer jedes aufgeprallten Partikels enthält, dessen Startposition, den Aufprallort und die Einheitsvektoren der Aufprallgeschwindigkeit. Der Aufprallort wird beschrieben durch den Aufprallwinkel α . Für $\alpha = 0$ prallt das Partikel im Staupunkt des Kollektors auf, was dem Punkt P(1E-3|1,25E-3) in *Abb. 4.1* entspricht.

Abb. 4.2 a stellt die Ergebnisse der Simulation graphisch dar. Basierend auf den exportierten Daten wird nach Gl. 4.1 die Aufprallgeschwindigkeit des Partikels normal zur Kollektoroberfläche $u_{p,\perp}$ berechnet.

$$u_{p,\perp} = \cos(\alpha + \beta) \cdot \sqrt{u_x^2 + u_y^2} \quad \text{Gl. 4.1}$$

Da die Datensätze sehr umfangreich sind, erfolgt die Berechnung mithilfe einer Matlab® Routine. Die Berechnung der senkrechten Aufprallgeschwindigkeit ergibt, dass einige Partikel negative Aufprallgeschwindigkeiten aufweisen, was bedeutet, dass diese Partikel physikalisch eigentlich nicht aufprallen könnten. Die Ursache dafür liegt in der Auflösung des Berechnungsgitters. Der Kollektor ist in der Simulation nicht ideal rund, sondern wird durch Quadrate abgebildet. Durchströmt ein Partikel ein solches Quadrat, gilt es für den Berechnungsalgorithmus als aufgeprallt, obwohl es den Kollektor, wäre er rund, nicht berührt hätte. Die Matlab® Routine wurde so programmiert, dass Partikel mit einer negativen normalen Aufprallgeschwindigkeit eliminiert werden. Die Ergebnisgrößen der Matlab® Routine sind in *Abb. 4.2 b* dargestellt.

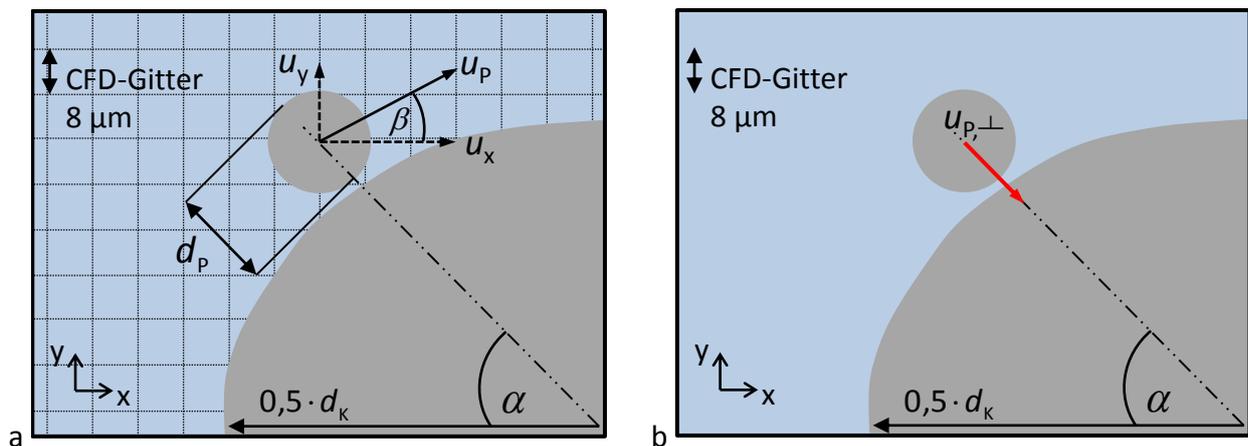


Abb. 4.2: Ergebnisse der numerischen Strömungssimulation: a) Eingangs- und Ergebnisgrößen der numerischen Simulation; b) Geschwindigkeit des Partikels senkrecht zur Kollektoroberfläche errechnet aus den Ergebnissen der numerischen Simulation

Zusätzlich berechnet die Matlab® Routine die Aufpralleffizienz der eingesetzten Partikel jedes getesteten Durchmessers mittels Gl. 4.2 unter Berücksichtigung der Aufprallgeschwindigkeit entsprechend Gl. 4.1.

$$\eta_l = \frac{n_{p,l}}{n_p} \quad \text{Gl. 4.2}$$

Der entstehende Datensatz ermöglicht die Darstellung der Aufpralleffizienz für die getesteten Parameter durch ein 3D-Diagramm (siehe *Abb. 4.3*). Auf der x-Achse ist die Partikelgröße logarithmisch dargestellt, auf der y-Achse ist die Fluidgeschwindigkeit beim Einlass und auf der z-Achse ist die Aufpralleffizienz aufgetragen. Für die Partikel unter 20 µm ist die Aufpralleffizienz stets kleiner 10 %. Bei den mittleren Fluidgeschwindigkeiten durchläuft die Aufpralleffizienz ein Minimum und steigt mit zunehmender aber auch abnehmender Geschwindigkeit wieder an. Diese Tendenzen verdeutlichen den Einfluss der dominanten Abscheidemechanismen. Für besonders kleine Geschwindigkeiten nimmt der Einfluss der Sedimentation (N_s steigt) zu und der Trägheitseinfluss nimmt ab (St und Fr_p sinken). Steigt die Fluidgeschwindigkeit an, so drehen sich die Effekte und der Trägheitseinfluss wird dominant. Der gleiche Effekt ist bei den größeren Partikelgrößen noch deutlicher festzustellen (vergl. *Abb. 2.22*). Zusätzlich nimmt der Einfluss des Sperreffektes (N_i) linear zu, was die Aufpralleffizienz positiv beeinflusst.

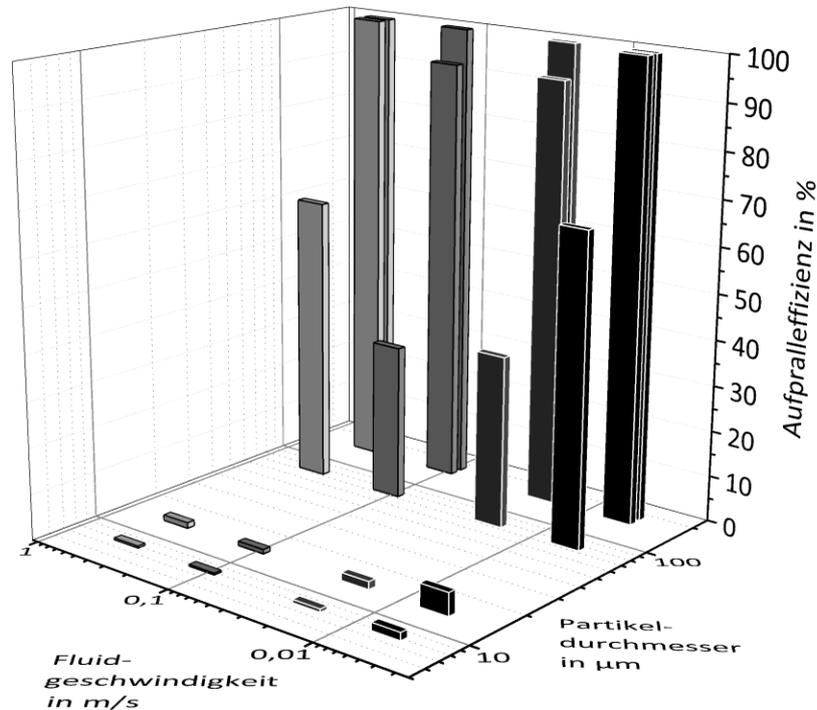


Abb. 4.3: Aufpralleffizienz der Aluminiumoxidpartikel unter Berücksichtigung der korrigierten Ergebnisse der numerischen Simulation: Die Aufpralleffizienz aller Partikel hängt deutlich von der Fluidgeschwindigkeit ab und sie steigt mit zunehmendem Partikeldurchmesser an

Die in Abb. 4.3 dargestellten Aufpralleffizienzen stellen den Einfluss der wirkenden makroskopischen Strömungseffekte auf den Filtrationsprozess dar. Sowohl die Sedimentation als auch die Trägheit und der Sperreffekt sind relevant für den betrachteten Filtrationsprozess. In flüssigen Medien gibt es aber noch den Effekt der hydrodynamischen Hemmung. In der durchgeführten numerischen Simulation konnte dieser Effekt noch nicht berücksichtigt werden.

4.2 Einfluss der hydrodynamischen Hemmung auf den Partikelaufrall

Die hydrodynamische Hemmung beschreibt den Effekt der Abbremsung des sich bewegenden Partikels aufgrund der Fluidphase zwischen dem Partikel und dem Kollektor. Dieser Effekt wurde zuerst von STEFAN (Stefan 1875) und REYNOLDS (Reynolds 1886) beschrieben. Demzufolge wird Energie benötigt, um die Fluidphase aus der Kontaktzone der beiden Feststoffphasen zu verdrängen. Übertragen auf die Filtration bedeutet das, dass nur diejenigen Partikel aufprallen können, die genügend Bewegungsenergie besitzen, um die Fluidphase zu verdrängen. Reicht die kinetische Energie des Partikels nicht aus, wird es von

seiner ursprünglichen Bahn abgelenkt und kann im vorliegenden Modell nicht auf den Kollektor aufprallen. Dieses Partikel wird zurück in die Hauptströmung transportiert.

In der Gasfiltration kann der Einfluss der dynamischen Hemmung vernachlässigt werden, da die Luft eine sehr geringe Viskosität und Dichte besitzt. In flüssigen Medien wird dieser Effekt aber relevant und nimmt mit zunehmender Dichte und Viskosität der kontinuierlichen Phase stark zu.

Abb. 4.4 zeigt, wie die hydrodynamische Hemmung in die Ergebnisse der korrigierten numerischen Simulation integriert wird. Abb. 4.4 a stellt die Ergebnisgrößen der Matlab® Auswertung graphisch dar, die den Ausgangspunkt für die weitere Berechnung bilden. Um die hydrodynamische Hemmung zu berücksichtigen, wird das Partikel um die Reichweite der hydrodynamischen Hemmung h_1 normal zum Kollektor zurückversetzt (Abb. 4.4 b). Wie bereits eingeführt ist $h_1 \leq 0,05 \cdot d_p$. Im Anschluss wird mit der aus Kapitel 0 bekannten Geschwindigkeit $u_{p,\perp}$ berechnet, ob das Partikel die fluide Phase verdrängen kann und somit auf den Kollektor auftrifft. Abb. 4.4 c zeigt den wirksamen Bereich der hydrodynamischen Hemmung. Sobald das Partikel h_{\min} erreicht, kommt es zum Riss der Flüssigkeitslamelle und das Partikel prallt mit der Geschwindigkeit, die es zum Risszeitpunkt besitzt, auf den Kollektor.

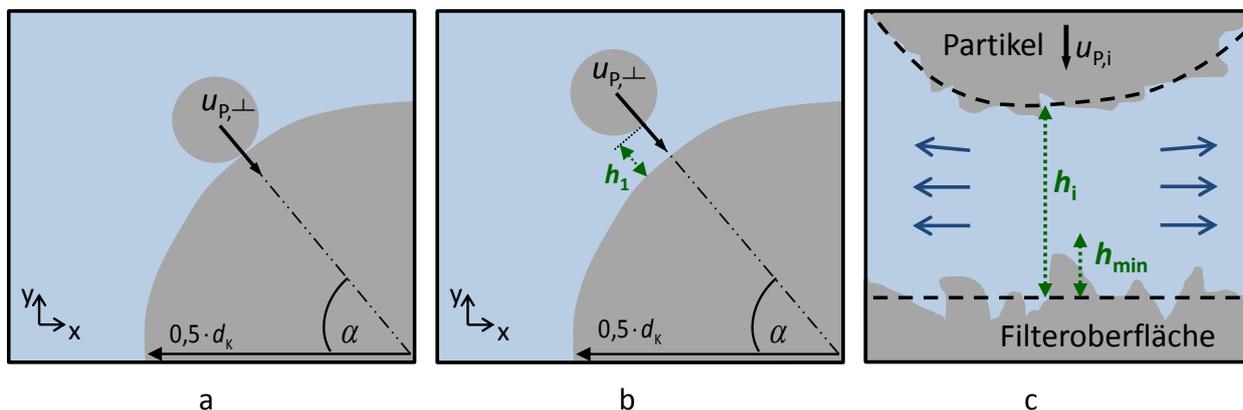


Abb. 4.4: Berücksichtigung der hydrodynamischen Hemmung: a) Ausgangspunkt aus der numerischen Simulation; b) Zurücksetzen des betrachteten Partikels um den Wirkungsbereich der hydrodynamischen Hemmung h_1 ; c) Detailskizze der Annäherung des Partikels an die Filteroberfläche bis zum Risskriterium h_{\min}

Für das entwickelte Modell wird der Einfluss der viskosen Hemmung für glatte Partikel und eine glatte Filteroberfläche berechnet, die im Kontaktpunkt als ebene Fläche approximiert werden. Im Realfall sind beide Feststoffoberflächen jedoch rau. Die Berge dieser Unebenheiten verursachen zusätzliche Störungen in der Flüssigkeitslamelle zwischen den

Feststoffoberflächen und fördern somit den Riss des Flüssigkeitsfilms. Um die Rauheit zu berücksichtigen, fließt die mittlere quadratische Rauheit der Oberflächen in die Berechnung des Risskriteriums ein (siehe Gl. 2.27). Zur Bestimmung realistischer rms-Rauheiten wurde die Rauheit der Oberflächen durch AFM-Messungen am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik ermittelt. Je Oberfläche wurden fünf Flächen vermessen ($15 \times 15 \mu\text{m}$). Aus den resultierenden Höhenprofilen konnte je ein rms-Wert bestimmt werden. Bei den Messungen der Partikeloberfläche wurden die ermittelten Höhenprofile korrigiert, um den Einfluss der Oberflächenkrümmung auf die rms-Werte auszuschließen. In *Abb. 4.5* sind die gemessenen Rauheiten in einem Box-Plot Diagramm dargestellt. Box-Plot Diagramme bieten die Möglichkeit, mehrere Messreihen mit einer hohen Messpunktanzahl miteinander zu vergleichen. Solange sich die Boxen zweier unterschiedlicher Messreihen nicht in ihrer y-Ausdehnung überschneiden, können sie als signifikant unterschiedlich beschrieben werden. Im vorliegenden Fall ist die Datenmenge recht klein, was die Aussagekraft reduziert, aber dennoch wichtige Informationen liefert. Ein Box-Plot visualisiert die Messreihe als Box (75 % der Messwerte) und durch Whisker (Sterne), die den 95 % Vertrauensbereich markieren. Zusätzlich werden der Mittelwert (Quadrat-Symbol) und der Median (dicke gestrichelte Linie) der Daten dargestellt. Die Messergebnisse in *Abb. 4.5* zeigen, dass die Beschichtung der Oberflächen keinen signifikanten Einfluss auf die messbare Rauheit hat. Das Aluminiumoxid besitzt eine mittlere rms-Rauheit von $0,47 \pm 0,1 \mu\text{m}$ und die beschichtete Oberfläche hat eine rms-Rauheit von $0,46 \pm 0,1 \mu\text{m}$. Für die Partikel wurde eine rms-Rauheit von $0,38 \pm 0,13 \mu\text{m}$ bestimmt. Für die folgenden Modellierungen wird h_{rms} standardmäßig mit $0,9 \mu\text{m}$ angenommen (Heuzeroth et al. 2015b). Das gewählte h_{rms} entspricht ungefähr dem Kontakt zweier Rauheitsspitzen (siehe *Abb. 2.23*). Da beide Feststoffoberflächen eine deutliche Rauheit aufweisen, wird angenommen, dass dieser Fall im Experiment am häufigsten vorkommt.

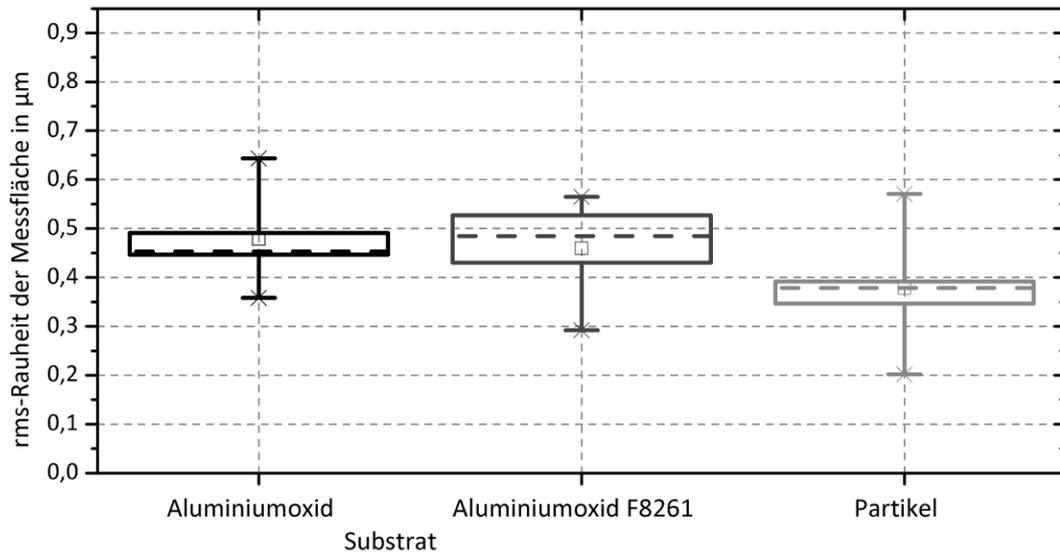


Abb. 4.5: Mit AFM-Messungen ermittelte rms-Rauheiten der verwendeten Aluminiumoxidoberflächen

Die Annäherung zwischen dem Partikel und der Filteroberfläche wird über eine Energiebilanz berechnet. Dafür wird die kinetische Energie des Partikels mit Gl. 4.4 bei jedem Diskretisierungsschritt i um die Energie reduziert, die nötig ist, um die viskose Flüssigkeit aus dem um Δh verkleinerten Spalt zu verdrängen. Die Formel Gl. 4.3 zur Berechnung der Verdrängungsenergie ist aus der viskosen Kraft F_{vis} (Gl. 2.28) hergeleitet. Die Energiebilanz wird nach Gl. 4.5 numerisch gelöst. Die Rechnung wird abgebrochen, wenn das Risskriterium h_{min} erreicht wird oder die kinetische Energie des Partikels unter 10^{-20} J sinkt. Ein Partikel gilt als aufgeprallt, wenn es die erste Abbruchbedingung erreicht. Partikel, die das zweite Abbruchkriterium erreichen, werden als nicht aufgeprallt gewertet. Die Berechnung erfolgt innerhalb einer Matlab® Routine und einer festgelegten Schrittweite von $\Delta h = 0,5$ nm.

$$E_{\text{vis}} = \int_{h_1}^{h_{\text{min}}} \frac{3}{2} \pi \cdot d_p^2 \cdot \eta_L \cdot \frac{u_p}{h} \cdot dh \quad \text{Gl. 4.3}$$

$$E_{\text{kin}} = \int_{h_1}^{h_{\text{min}}} \frac{1}{12} \pi \cdot d_p^3 \cdot \rho_p \cdot u_p \cdot du_p \quad \text{Gl. 4.4}$$

$$E_{\text{kin},i} = E_{\text{kin},i} - E_{\text{vis},i} = \left(\frac{1}{12} \rho_p - \frac{3\eta_L}{2d_p \cdot h_i \cdot u_{p,i}} \Delta h \right) \cdot \pi \cdot d_p^3 \cdot u_{p,i}^2 \quad \text{Gl. 4.5}$$

Der vorgestellte Berechnungsweg ermöglicht die Erweiterung der numerischen Simulation um den Einfluss der hydrodynamischen Hemmung. Weiterhin ermöglicht das hergeleitete Berechnungsmodell weiterführende Untersuchungen über die Aufprallwahrscheinlichkeit dispergierter Partikel. Für ein Partikel mit $75\ \mu\text{m}$ wird der Verlauf der kinetischen Energie während des Annäherungsprozesses beispielhaft berechnet. *Abb. 4.6* zeigt den Verlauf der kinetischen Energie für vier beliebig gewählte Startgeschwindigkeiten in Abhängigkeit von der Spaltbreite h . Die kinetische Energie des Partikels nimmt in allen vier Fällen deutlich ab. Für die beiden geringen Startgeschwindigkeiten von $0,02$ und $0,006\ \text{m/s}$ erreicht das Partikel das Risskriterium $h_{\text{min}} = 10^{-6}\ \text{m}$ nicht (siehe Gl. 2.25). Das Partikel kann demnach den Fluidfilm nicht verdrängen und für diesen Annäherungsvorgang wird kein Aufprall erreicht. Für die anderen zwei Geschwindigkeiten wird das Risskriterium h_{min} erreicht und die Partikel prallen mit einer kinetischen Energie $> 10^{-12}\ \text{J}$ auf die Filteroberfläche (siehe *Abb. 4.6*).

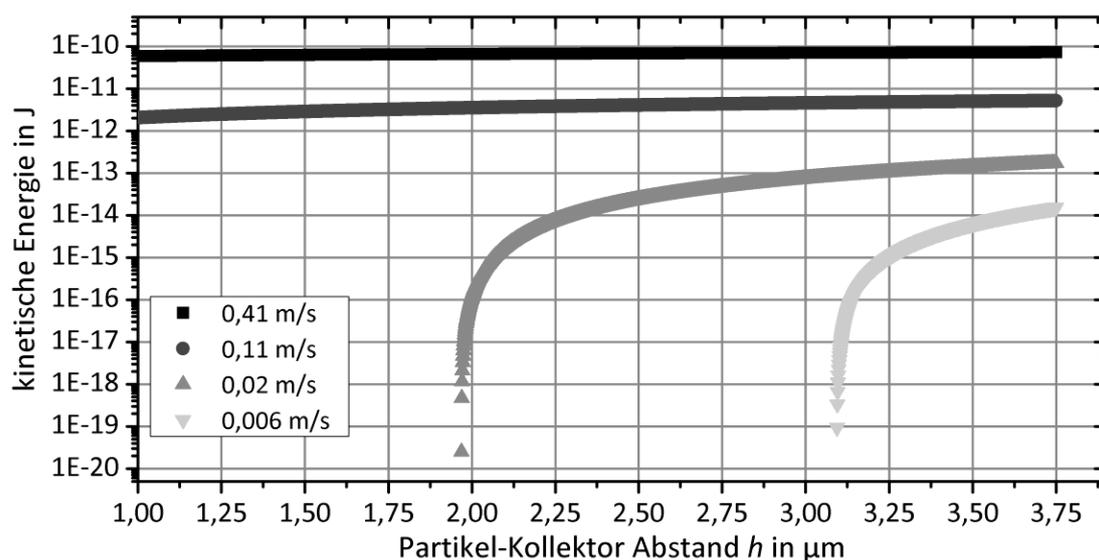


Abb. 4.6: Einfluss der hydrodynamischen Hemmung auf die Aufprallgeschwindigkeit eines $75\ \mu\text{m}$ Partikels in Abhängigkeit von der kinetischen Energie des Partikels während der Annäherung an den Kollektor. Ausgangspunkt der Berechnung ist $h_1 = 0,05 \cdot d_p$

Durch die Kenntnis der Bewegungsenergie eines Partikels kann mittels Gl. 4.5 die Aufprallwahrscheinlichkeit unter Berücksichtigung der viskosen Hemmung berechnet werden. Zusätzlich ermöglicht das Modell die Berechnung der effektiven kinetischen Aufprallenergie des Partikels im Kontaktfall bzw. wenn der Fluidfilm reißt.

Darüber hinaus ist es möglich, die Fluidgeschwindigkeit abzuschätzen, die benötigt wird, damit eine definierte Zielpartikelfraktion mit hoher Wahrscheinlichkeit aufprallt. Für Aluminiumoxidpartikel in Wasser wurde diese Möglichkeit in *Abb. 4.7* beispielhaft

dargestellt. Bei der Berechnung der benötigten Partikelgeschwindigkeit kann neben der Partikelgröße auch der Einfluss der Rauheit auf die benötigte Ausgangsgeschwindigkeit des Partikels berücksichtigt werden. Die Berechnung verdeutlicht die starke Korrelation zwischen der Partikelgröße und der benötigten Ausgangsgeschwindigkeit. Im aktuellen Modellansatz wirkt die hydrodynamische Hemmung nur auf Partikeldurchmesser > 20 -fache von h_{\min} . Für kleinere Partikel ist das Risskriterium $h_1 < h_{\min}$ bereits erfüllt und somit erfahren diese keine Abbremsung. Steigt die Rauheit der Kollektoroberfläche, erhöht sich auch die Partikelgröße, die nicht gehemmt wird, da h_{\min} mit der Rauheit linear zunimmt. Wirkt die hydrodynamische Hemmung, steigt die benötigte Ausgangsgeschwindigkeit normal zum Kollektor mit zunehmender Partikelgröße erst an und sinkt dann mit weiter zunehmender Partikelgröße wieder ab. Ursache dafür ist die Proportionalität der kinetischen Energie sowie der hydrodynamischen Hemmung vom Partikeldurchmesser. Für kleinere Partikel wird der Anstieg der viskosen Hemmung mit zunehmender Partikelgröße durch den steigenden Einfluss der Bewegungsenergie überkompensiert. Am Scheitelpunkt übersteigt die Zunahme der kinetischen Energie den Anstieg der viskosen Hemmung und somit sinkt die benötigte Partikelgeschwindigkeit. Dabei wird die benötigte Partikelgeschwindigkeit auch sehr stark von der Rauheit der Feststoffoberflächen beeinflusst. Steigt die Rauheit von Partikel und Kollektor, wird der Fluidfilm zwischen den beiden eher reißen und die benötigte Partikelgeschwindigkeit sinkt (siehe *Abb. 4.7*).

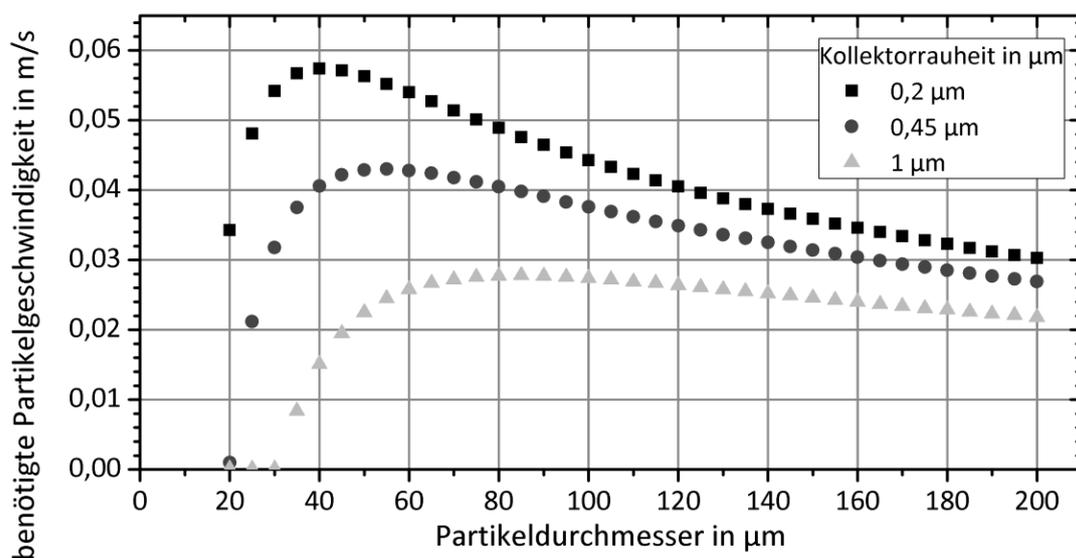


Abb. 4.7: Benötigte Partikelgeschwindigkeit normal zum Kollektor, damit ein Aufprall erreicht wird in Abhängigkeit von der Partikelgröße und der Rauheit des Kollektors

Zusätzlich ermöglicht das erarbeitete Modell, den Einfluss der Viskosität auf das Aufprallereignis zu untersuchen. Dies wird extrem wichtig, wenn das Modell für die Anwendung in der Metallschmelzefiltration übertragen werden soll. Die Viskosität von Metallschmelzen ist zwar nur geringfügig höher als die von Wasser, aber sie besitzen eine deutlich höhere Abhängigkeit von der aktuellen Temperatur. Wie ausgeprägt der Temperaturgradient zwischen der Schmelze und einem Filtersteg verläuft, wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht.

Die Berücksichtigung der viskosen Hemmung in den Ergebnissen der korrigierten numerischen Simulation verändert die Aufprallwahrscheinlichkeit im getesteten Parameterfeld deutlich. In *Abb. 4.7* sind die berechneten Aufpralleffizienzen unter Berücksichtigung der hydrodynamischen Hemmung dargestellt. Durch die Rauheit der verwendeten Materialien erfahren die kleinen Partikel (8 und 14 μm) keine hydrodynamische Hemmung. Somit bleiben die Aufpralleffizienzen für diese Durchmesser konstant. Für die größeren Partikel reduziert sich die Aufpralleffizienz teilweise deutlich. Beträgt die Fluidgeschwindigkeit 0,006 m/s, sind nur die 179 μm Partikel in der Lage, auf den Kollektor aufzuprallen, wobei sich deren Aufpralleffizienz um 29,7 % reduziert. Für eine Fluidgeschwindigkeit von 0,02 m/s können auch die 157 μm Partikel aufprallen und bei einer Fluidgeschwindigkeit von 0,11 m/s erreichen auch die 75 μm Partikel eine Aufpralleffizienz von ca. 11,1 %. Der Vergleich der Aufpralleffizienzen aus *Abb. 4.3* und *Abb. 4.8* verdeutlicht die hohe Bedeutung der viskosen Hemmung für die Modellierung der Filtration in flüssigen Medien.

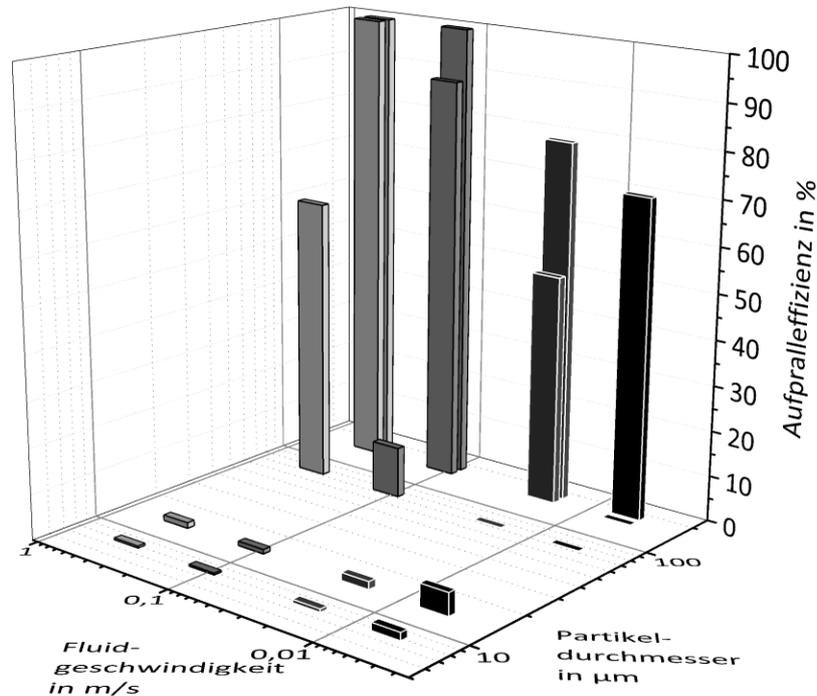


Abb. 4.8: Errechnete Aufprallwahrscheinlichkeit der Aluminiumoxidpartikel anhand der korrigierten Ergebnisse der numerischen Simulation sowie der Berücksichtigung der viskosen Hemmung durch die Flüssigkeit

Die berechneten Aufpralleffizienzen in Abb. 4.8, inklusive der nun bekannten kinetischen Aufprallenergie für jedes einzelne Partikel, beschreiben den Einfluss des Transportmechanismus' auf die Abscheidewahrscheinlichkeit am Einzelkollektor (Vgl. Kapitel 2.4.1).

Das hierauf aufbauende Abscheidemodell geht nicht davon aus, dass alle aufprallenden Partikel haften. Somit ist es nötig, für die Haftwahrscheinlichkeit eine mathematische Beschreibung zu definieren, die in das finale Abscheidemodell einfließen kann.

4.3 Experimentelle Ermittlung der Haftenergie

Die Haftenergie zwischen zwei Feststoffoberflächen wird stark von den interagierenden Materialien und deren geometrischer Beschaffenheit dominiert. Darüber hinaus wird die Haftenergie von der umgebenden Phase, eventuell vorhandenen Adsorptionsschichten und vom Abstand der beiden Oberflächen voneinander beeinflusst. Eine Berechnung ist unter starken Vereinfachungen möglich (siehe Kapitel 2.3). Die Ergebnisse der Berechnungen führen aber in der Regel zu Haftenergien, die die experimentell gemessenen Werte um ein

Vielfaches übersteigen. Aus diesem Grund wird für das zu entwickelnde Abscheidemodell auf experimentell ermittelte Werte zurückgegriffen (Fritzsche et al. 2013; Heuzeroth et al. 2014). Anhand von Kraft-Abstands-Kurven, die mit dem Rasterkraftmikroskop (AFM) gemessen werden, kann die Haftenergie zwischen einem Partikel und einem Substrat nach Gl. 4.6 berechnet werden. Die Messmethode zur Bestimmung der Kraft-Abstands-Kurve wird in Kapitel 0 kurz erläutert.

$$E_{\text{adh}} = -\int_0^{\infty} F_{\text{adh}} \cdot dh \quad \text{Gl. 4.6}$$

Die AFM-Messungen werden in wässriger Umgebung für drei Benetzungszustände mit einem 25 µm Partikel durchgeführt. Die verschiedenen Benetzungszustände werden nachgebildet, indem die Feststoffoberflächen entweder unbehandelt oder mit Dynasylan F8261 Beschichtung verwendet werden. Für jeden Benetzungszustand werden fünf Messreihen a 256 Messungen durchgeführt (Heuzeroth et al. 2014). Die hohe Anzahl von Versuchen je System ist notwendig, da die Messwerte einer Streuung unterliegen, die mehrere Größenordnungen betragen kann. *Abb. 4.9* zeigt die Messwerte aller Messreihen in Abhängigkeit von dem Benetzungszustand. Die Abbildung beschreibt die Wahrscheinlichkeit, dass die Haftenergie einen Wert kleiner oder gleich dem entsprechenden Wert der x-Achse erreicht. Wenn Partikel (P) und Messoberfläche (F) hydrophil (phil) sind, werden die geringsten Haftenergien gemessen. Sobald eine hydrophobe Oberfläche (phob) verwendet wird, verschieben sich die Kurvenverläufe zu höheren Energien. Für den Fall, dass beide Oberflächen hydrophob sind, ist die Haftenergieverteilung deutlich nach rechts verschoben und weist eine Messwertstreuung über fünf Größenordnungen auf. Die höheren Haftenergien und die breitere Streuung der Messwerte bei den hydrophoben Oberflächen entstehen durch die zusätzlich wirkenden Haftmechanismen. Die auftretenden hydrophoben Wechselwirkungen sind stark abhängig von der lokalen Topographie der Kontaktfläche. Da die verwendeten Oberflächen eine Rauheit besitzen, sind die effektiv interagierenden Kontaktflächen in jedem Messpunkt unterschiedlich. Die möglichen Kapillarkräfte sind sowohl von der Oberflächenkontur als auch von An- oder Abwesenheit von Gas abhängig. Gerade die extrem hohen Haftenergien können als Indiz dafür gedeutet werden, dass im getesteten System Kapillarbrücken entstehen.

Deswegen erreichen das teilhydrophobe und komplett hydrophobe Benetzungssystem Haftenergien, die über zwei Größenordnungen höher liegen als das komplett hydrophile System.

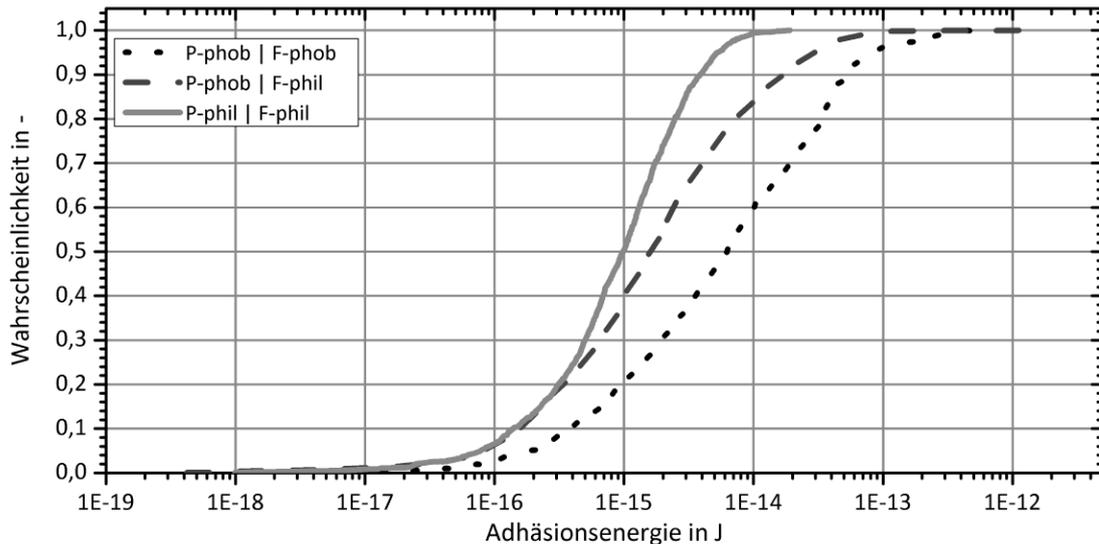


Abb. 4.9: Haftenergieverteilung für unterschiedliche Benetzungszustände in flüssiger Umgebung mit der „Partikel-an-Cantilever“-Methode im Rasterkraftmikroskop

Damit das zu entwickelnde Abscheidemodell reale Filtrationsprozesse möglichst gut abbildet, werden für die weiteren Modellierungen Verteilungsfunktionen anstatt von Mittelwerten verwendet. Dafür werden die Haftenergieverteilungen aus Abb. 4.9 über eine logarithmische Normalverteilung (LNVT) mit zwei Parametern beschrieben. Die Approximation der Messwerte durch eine LNVT ermöglicht es, die Messreihe anhand des Lageparameters μ und des Breiteparameters σ der Verteilung zu beschreiben. Die Funktion der logarithmischen Normalverteilung ist in Gl. 6.1 dargestellt.

$$F(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \int_0^x \frac{1}{x} \exp\left(-\frac{(\ln(x)-\mu)}{2\sigma^2}\right) dx \quad \text{Gl. 4.7}$$

Der Lageparameter kann auch als Mittelwert der Verteilung interpretiert werden. Abb. 4.10 fasst die Mittelwerte der fünf Messreihen für jede Benetzungskonstellation in einem Box-Plot-Diagramm zusammen. Die geringsten Haftenergien werden gemessen, wenn beide Oberflächen hydrophil sind. Durch die hydrophobe Funktionalisierung der Partikel steigen die Haftenergiewerte signifikant an. Eine zusätzliche Funktionalisierung der Substratoberfläche beeinflusst zwar deutlich die Höhe der gemessenen Haftenergien, aber die Messreihen P-phob /F-phil und P-phob /F-phob unterscheiden sich nicht signifikant. Der voll hydrophobe Benetzungszustand weist im Vergleich der Messreihen die größte

Messwertstreuung auf und zeigt, dass sowohl der Median als auch der Mittelwert der Messreihe sich an den oberen Rand der Box verschieben. Die Verschiebung der beiden Kennwerte innerhalb der Box deutet darauf hin, dass innerhalb der Messungen sowohl relativ geringe Haftenergien auftreten als auch extrem hohe. Wobei die hohen Messwerte häufiger auftreten oder extrem hohe Werte annehmen. Letzteres kann mit den zusätzlichen Haftmechanismen zwischen hydrophoben Oberflächen in wässrigen Medien begründet werden. Gerade Kapillarkräfte sind sehr groß und besitzen eine sehr große Reichweite, nachdem sich die Kapillare ausgebildet hat. Die AFM-Messungen beweisen, dass eine hydrophobe Funktionalisierung der Oberflächen die Haftenergie in einer wässrigen Umgebung positiv beeinflusst.

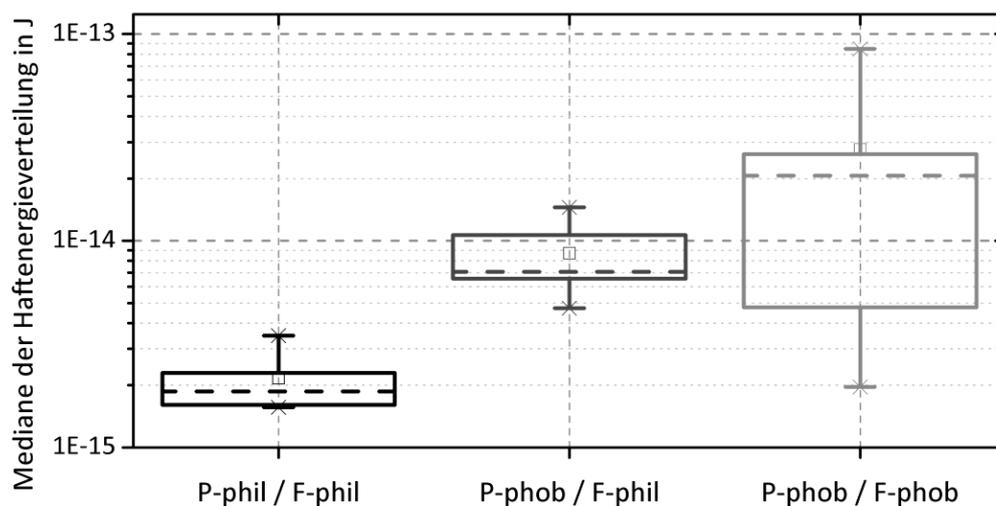


Abb. 4.10: Zusammenfassung der Medianwerte der Haftenergieverteilungen aus den AFM-Messungen: Die Gegenwart einer hydrophoben Oberfläche erhöht die Haftenergien signifikant; sind zwei Oberflächen hydrophob, gibt es keinen signifikanten Unterschied zu P-phob / F-phil, aber die Standardabweichung steigt aufgrund der zusätzlich auftretenden Kapillarbrücken deutlich an

Die Verwendung der LNVT ermöglicht es darüber hinaus, die Haftenergieverteilung des 25 μm Partikels an beliebige Partikelgrößen anzupassen. Die Anpassung erfolgt durch die Verschiebung des Lageparameters entlang der x-Achse in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser. Dieses Vorgehen ist möglich, da die Haftkraft zwischen einem Partikel und einer Oberfläche proportional zum Radius des Partikels ist (Rumpf 1974; Oss 2003). Dabei wird vorausgesetzt, dass die Streuung der Messwerte unabhängig von der Partikelgröße ist. Somit kann der Lageparameter der LNVT über die Proportionalität zum Partikelradius für jede Partikelgröße berechnet werden. Die Haftenergieverteilung für jeden Partikeldurchmesser erhält man dann mittels der LNVT-Gleichung und der jeweiligen

Funktionsparameter μ und σ aus den AFM-Messungen. Beispielhaft ist die Haftenergieverteilung für ein 75 μm Partikel in *Abb. 4.11 a* dargestellt.

Die in *Abb. 4.9* dargestellten Haftenergieverläufe entsprechen den von RUMPF und dreißig Jahre später von GÖTZINGER und PEUKERT beschriebenen Verläufen hinsichtlich ihrer Breite und S-Krümmung (Rumpf 1974; Götzinger und Peukert 2003b). Die theoretische Überprüfung der gemessenen Haftenergien durch mathematische Ansätze soll innerhalb dieser Arbeit nicht behandelt werden. Für weitergehende Untersuchungen zu dieser Thematik wird auf die aktuellen und zukünftigen Arbeiten von FRITZSCHE und PEUKER verwiesen (Fritzsche und Peuker 2014a, 2016).

4.4 Berechnung der Haftwahrscheinlichkeit (Hiller-Zahl)

Auf Basis der nun vorhandenen Daten ist die Berechnung einer Haftwahrscheinlichkeit möglich. Aus der numerischen Simulation sind die kinetischen Aufprallenergien für die untersuchten Partikelgrößen bei verschiedenen Fluidgeschwindigkeiten bekannt. Für jedes Partikel wird eine Wahrscheinlichkeitsfunktion der Aufprallenergie berechnet. Damit ist es möglich, die kinetische Energie zu ermitteln, mit der das beobachtete Partikel mit einer definierten Wahrscheinlichkeit aufprallt. Beispielhaft sind die Aufprallenergieverteilungen für ein 75 μm Partikel in *Abb. 4.11 b* dargestellt.

In Anlehnung an die Arbeiten von HILLER (Hiller und Löffler 1980; Hiller 1980) wird die Haftwahrscheinlichkeit aus dem Verhältnis der wirkenden Haftenergie zur kinetischen Bewegungsenergie beim Aufprall des Partikels berechnet. Die Haftwahrscheinlichkeit wird in dieser Arbeit durch die dimensionslose Hiller-Zahl (H_i) ausgedrückt, die nach Gl. 4.8 berechnet wird. Per definitionem gilt ein aufprallendes Partikel als abgeschlossen, wenn die Hiller-Zahl größer eins ist. H_i wird größer eins, wenn die Haftenergie im Kontaktmoment größer ist als die kinetische Energie des Partikels. Abweichend von den Arbeiten von HILLER ist die plastische Verformung der Partikel keine Voraussetzung für die Haftung. Im Gegenteil, der hier erarbeitete Ansatz vernachlässigt die plastische Verformung der Feststoffe. Da Aluminiumoxid eine Steifigkeit von 360 GPa (Gorham und Kharaz 2000) besitzt, ist diese Vereinfachung für das betrachtete Modellsystem zulässig.

Die kinetische Energie, die das abgeschiedene Partikel nach dem Aufprall besitzt, wird in eine elastische Verformung überführt, welche dann durch Dämpfungsverluste während der elastischen Partikelschwingung über die Zeit abgebaut wird.

$$Hi = \frac{E_{adh}}{E_{kin,l}}$$

Gl. 4.8

Die Hiller-Zahl wird aus den Energieverteilungen für jedes Partikel bei jeder Geschwindigkeit berechnet. Um die beiden Energieverteilungen miteinander zu verrechnen, wurde erneut eine Maltab® Routine geschrieben. Mittels eines Zufallsgenerators wird ein Wert zwischen 0 und 1 generiert. Zur Berechnung wird die kinetische Aufprallenergie verwendet, die der Wahrscheinlichkeit des Zufallswertes entspricht. Nach gleichem Prinzip wird der Wert der Haftenergie bestimmt. Der Wert aus der Aufprallenergieverteilung wird mit dem ebenfalls zufälligen Wert der Haftenergieverteilung zur Berechnung von Hi verwendet. Diese Prozedur wird 500-mal wiederholt, um eine repräsentative Aussage zu den eintretenden Hi treffen zu können. Somit ergibt sich für jede betrachtete Parameterkombination (Hauptfluidgeschwindigkeit und Partikelgröße) eine Haftwahrscheinlichkeitsverteilung.

In *Abb. 4.11 a* sind die beiden benötigten Verteilungen zur Berechnung der Haftwahrscheinlichkeit für ein 75 µm Partikel dargestellt. Im Falle der beiden geringeren Geschwindigkeiten prallen keine Partikel auf, sodass für diese Hauptfluidgeschwindigkeiten (0,006 und 0,02 m/s) keine Aufprallenergieverteilung existiert. Für die Hauptfluidgeschwindigkeiten 0,11 m/s und 0,41 m/s können Partikel aufprallen. Die resultierenden Aufprallenergieverteilungen erstrecken sich über vier Größenordnungen und zeigen einen ähnlichen Verlauf. Die zu erwartende Aufprallenergie liegt für ca. 80 % der Kontaktfälle auf einem konstanten Niveau, welches sich mit höher werdender Hauptfluidgeschwindigkeit hinzu größeren Aufprallenergien verschiebt. Für 20 % der Aufprallereignisse sieht man eine starke Streuung der kinetischen Energie im Kontaktfall. Die Ursache für diese Varianz liegt in dem Aufprallort des betrachteten Partikels. Je näher das Partikel am Staupunkt des Kollektors aufprallt, desto höher ist dessen Aufprallenergie. Aus *Abb. 4.11 a* wird somit deutlich, dass ca. 80 % der Partikel mit ähnlicher Aufprallenergie in der näheren Umgebung des Kollektorstaupunktes aufprallen ($|\alpha| \leq 32^\circ$). Die restlichen ca. 20 % der Partikel besitzen einen Absolutwert des Aufprallwinkels $|\alpha|$ zwischen 31° und 52° , wobei die Aufprallenergie mit abnehmendem $|\alpha|$ stark ansteigt.

Weiterhin zeigt *Abb. 4.11 a* die Haftenergieverteilung für das 75 μm Partikel. In *Abb. 4.11 b* sind zum einen das Haftkriterium $Hi \geq 1$ (strich-punktierte Linie) und zum anderen die berechneten Hi -Verteilungen abgebildet. Beträgt die Fluidgeschwindigkeit 0,11 m/s, wird das Haftkriterium $Hi \geq 1$ für ca. 74,6 % der Partikel erreicht. Wird die Geschwindigkeit auf 0,41 m/s erhöht, erreichen nur noch 6,4 % der Partikel eine Haftwahrscheinlichkeit größer eins. Ist die Fluidgeschwindigkeit 0,02 m/s oder kleiner, erreicht keines der eingesetzten 75 μm Partikel den Kollektor, was eine Abscheidung unmöglich macht. Die Ergebnisse verdeutlichen den hohen Einfluss der Fluidgeschwindigkeit auf die Abscheideleistung.

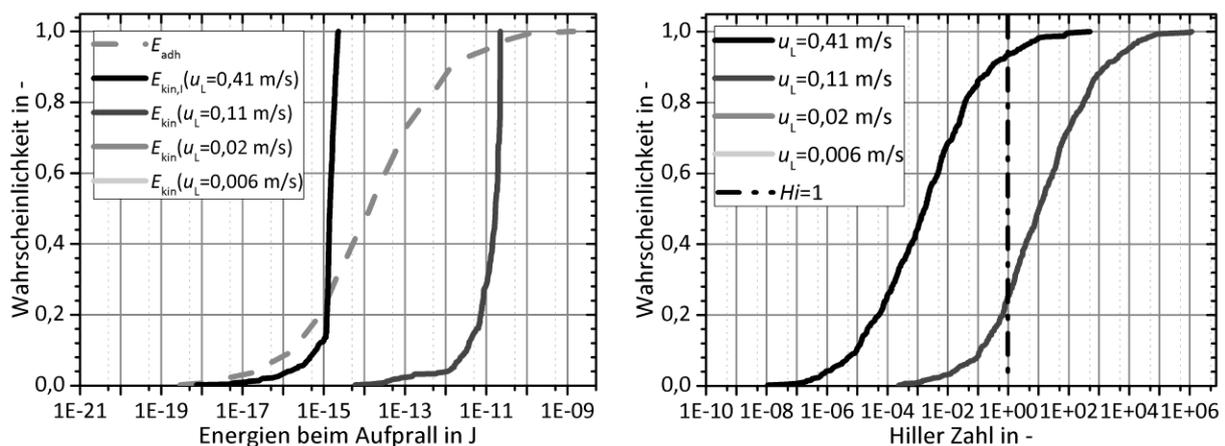


Abb. 4.11: Berechnung der Hi -Zahl aus den kinetischen Aufprallenergien der 75 μm Partikel aus den Ergebnissen der erweiterten numerischen Simulation: a) Darstellung der Verteilung der kinetischen Aufprallenergie $E_{kin,i}$ der 75 μm Partikel und die Haftenergieverteilung E_{adh} berechnet aus den AFM-Messungen; b) Berechnete Hi -Verteilungen für ein 75 μm Partikel

Die Berechnung der Hi -Verteilung für alle getesteten Partikeldurchmesser ermöglicht eine Aussage über die Abscheidewahrscheinlichkeit der aufprallenden Partikel. Die Ergebnisse aller Parameterkombinationen sind in *Abb. 4.12* zusammengefasst. Für die Übersichtlichkeit der 3D-Darstellung wird in diesem Diagramm die x-Achse in umgekehrter Reihenfolge dargestellt. Die Haftwahrscheinlichkeit der kleinen Partikel (8 und 14 μm) liegt dabei über alle Fluidgeschwindigkeiten bei fast 100 %. Das bedeutet, dass alle Partikel dieser Fraktionen, die aufprallen, auch haften bleiben werden. Bei der höchsten Fluidgeschwindigkeit beginnt die Haftwahrscheinlichkeit zu sinken, da die Partikel eine so hohe Aufprallenergie besitzen, dass sie abprallen. Die Haftwahrscheinlichkeit für 75 μm Partikel wurde bereits vorgestellt. Bei den geringen Geschwindigkeiten kommt es zu keiner Haftung, da kein Partikel aufprallt. Beträgt die Fluidgeschwindigkeit 0,11 m/s haften knapp 80 % der Partikel und steigt die Fluidgeschwindigkeit weiter an, nimmt die Haftwahrscheinlichkeit wieder signifikant ab. Der beschriebene Verlauf für das 75 μm

Partikel trifft ähnlich auch auf die größeren Fraktionen zu, nur das für die größeren Partikel die maximale Abscheidung bei kleineren Fluidgeschwindigkeiten erreicht wird.

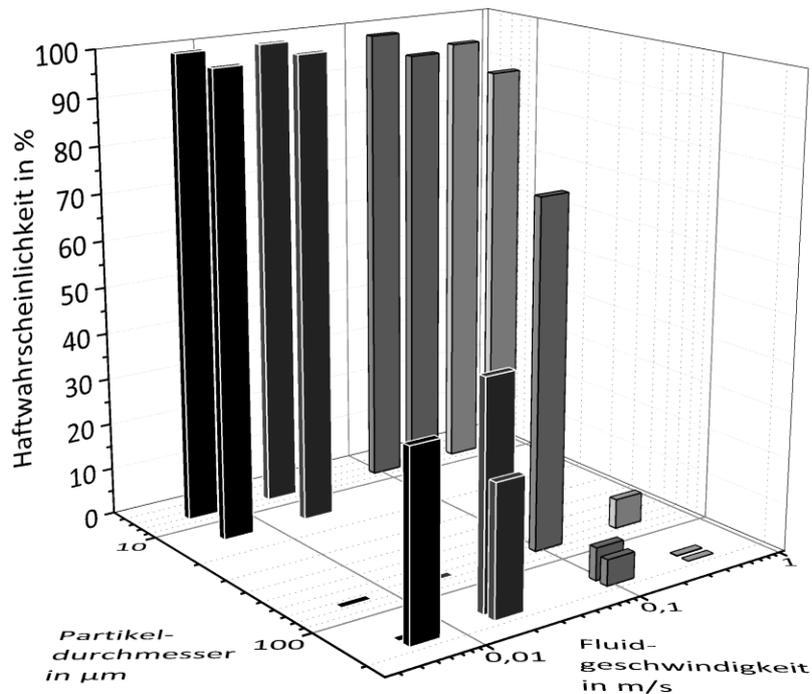


Abb. 4.12: Anhand der Hi-Zahl berechnete Haftwahrscheinlichkeit der aufgeprallten Aluminiumoxidpartikel

Auf Basis der nun bekannten Aufpralleffizienz und der berechneten Haftwahrscheinlichkeiten ist es möglich, eine modellierte Filtrationseffizienz des Einzelkollektors zu berechnen. Dafür werden die Aufpralleffizienzen mit der errechneten Haftwahrscheinlichkeit multipliziert. Die Ergebnisse der Berechnung sind in Abb. 4.13 dargestellt. Allgemein ist festzustellen, dass die erreichten Filtrationseffizienzen in allen Fällen unterhalb 30 % liegen. Bei den größeren Partikelgrößen werden teilweise auch gar keine Partikel abgeschieden. Die Ergebnisse relativieren sich aber, wenn berücksichtigt wird, dass in einer realen Filterstruktur eine hohe Anzahl von Einzelkollektoren in Strömungsrichtung angeordnet sind. Es wird also deutlich, dass Tiefenfilter nur funktionieren können, wenn sie eine gewisse Ausdehnung entlang der Strömungsrichtung besitzen. Die resultierende Anzahl an Stegen dient direkt zur Abscheidung und erzeugt zusätzlich Störungen in der Strömung, welche die Strömungsbahn der Partikel hinsichtlich der Aufprallwahrscheinlichkeit positiv beeinflussen können.

In einem realen Tiefenfilter wird die Filtrationseffizienz zusätzlich durch den Sperreffekt und Ablagerung von abgeschiedenen Partikeln beeinflusst. Beide Effekte können in dem Modell eines angeströmten Einzelkollektors jedoch nicht berücksichtigt werden.

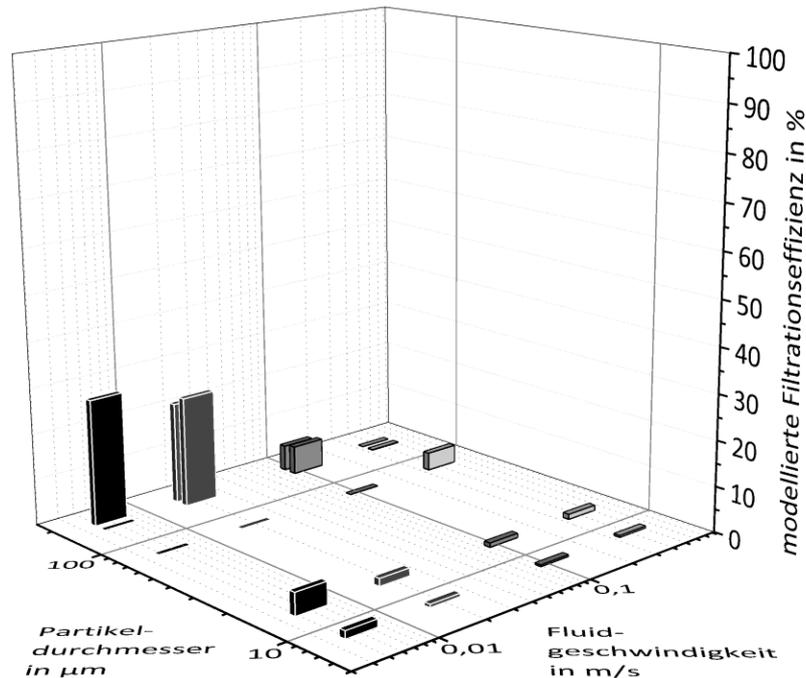


Abb. 4.13: Berechnete Filtrationseffizienz der aufgegebenen Aluminiumoxidpartikel auf der Basis der Ergebnisse der numerischen Simulation unter Berücksichtigung der hydrodynamischen Hemmung sowie der Haftwahrscheinlichkeit, berechnet mit der Hi-Zahl

Basierend auf der eingesetzten Partikelanzahl sind in **Tab. 4.2** die Gesamtabseidegrade je Fluidgeschwindigkeit zusammengefasst. Anhand der Ergebnisse könnte die Vermutung aufgestellt werden, dass bei 0,02 m/s die beste Fluidgeschwindigkeit für eine möglichst hohe Filtrationseffizienz gefunden wäre. Für die Bewertung der numerischen Simulation ist das korrekt. Möchte man eine ähnliche Aussage für eine reale Partikelgrößenverteilung treffen, müssen die Masseanteile der untersuchten Partikelgrößen an der Gesamtverteilung berücksichtigt werden. Zusätzlich sollten weitere Partikelgrößen in der Simulation berücksichtigt werden, um die Belastbarkeit der Ergebnisse zu erhöhen. Auf Basis der erhaltenen Werte erfolgt in Kapitel 6.5 eine Abschätzung, welche Kollektoranzahl notwendig ist, um eine definierte Abscheideleistung zu erreichen (siehe *Abb. 6.16*).

Tab. 4.2: Berechnete Gesamtfiltrationseffizienz der erweiterten numerischen Simulation anhand der berücksichtigten Partikelgrößen und Fluidgeschwindigkeiten

Hauptfluidgeschwindigkeit in m/s	u_L	0,006	0,02	0,11	0,41
Gesamtfiltrationseffizienz in %	E_1	4,12	4,78	2,67	1,09

5 Modellhafte Untersuchungen mithilfe des Einzelkollektorkonzeptes

Durch experimentelle Arbeiten sollen weitere Einflussparameter der Filtration untersucht werden. Einzelkollektoren bieten den enormen Vorteil einer definierten Geometrie. Somit können Parameterstudien ohne den Einfluss der unbekanntes Tiefenfilterstruktur durchgeführt werden.

Wie bereits in Kapitel 4.4 beschrieben, besitzen Einzelkollektoren im Vergleich zu realen Tiefenfiltern eine deutlich geringere Filtrationseffizienz. In den folgenden Experimenten liegen die Abscheidemassen im Bereich weniger Milligramm je Stab. Deswegen wurde bei den Massebestimmungen eine Feinwaage eingesetzt und auf eine genaue Versuchsdurchführung geachtet.

Zur Einordnung der folgenden Parameterstudien wird im Einzelkollektorversuchsstand folgender Referenzmesspunkt definiert. In diesem Messpunkt wird eine Reihe von drei quaderförmigen Einzelkollektoren aus Aluminiumoxid (Kapitel 3.2.2) verwendet. Diese Kollektorreihe ist senkrecht zur Strömungsrichtung angeordnet (Anordnung I in *Abb. 3.19*). Die mittlere Fluidgeschwindigkeit beträgt 0,602 m/s und das Ethanol/Feststoff Verhältnis beträgt 2,4 g/g (Ethanol/Wasser Verhältnis 0,32 Ma%). Standardmäßig werden die hydrophobe Aluminiumoxidfraktion < 20 μm und hydrophobe Kollektoren verwendet. Die Zugabe der Partikel erfolgt über eine Spritze unterhalb der Wasseroberfläche. Für die Dispergierung der Partikel sowie für die Abscheidedauer wurden jeweils eine Prozesszeit von einer Minute festgelegt. Der Referenzmesspunkt wird in jeder Messreihe neu aufgenommen, sodass die zugehörige Filtrationseffizienz einer gewissen Streuung unterliegt. Die genaue Beschreibung der verwendeten Versuchsanlage und der detaillierte Versuchsablauf inklusive der Berechnung aller Auswertegrößen sind in Kapitel 3.4.2 bzw. Kapitel 3.5 zu finden.

Im Rahmen der Parameterstudie kommen unbehandelte und beschichtete Aluminiumoxidpartikel sowie Aluminiumoxidkollektoren zum Einsatz. Im Falle der Aluminiumoxidpartikel werden ein feines (< 20 μm) und ein gröberes (< 200 μm) Partikelsystem eingesetzt. Weiterhin steht das selbst hergestellte PTFE Pulver < 200 μm zur Verfügung. Die d_{50} der verwendeten Partikelgrößenverteilungen sind in *Tab. 5.1* zusammengefasst. Die feine Al_2O_3 -Fraktion besitzt einen $d_{50} = 10,58 \mu\text{m}$ und der Wert für die gröbere Fraktion beträgt $d_{50} = 69,64 \mu\text{m}$. Nach der Beschichtung mit Dynasylan F8261 reduziert sich der d_{50} der beiden Verteilungen leicht. Für das Partikelband < 200 μm

reduziert sich der d_{50} um ca. 8 % und für das feine Partikelband um lediglich 1 %. Ursachen dafür könnten die teilweise Dispergierung der Feinstpartikel sein, die im Anlieferungszustand der Aluminiumoxidpartikel auf den Oberflächen der größeren Partikel zu sehen sind (siehe REM-Analysen Kapitel 3.1.1) sowie die verbesserte Vereinzelung zuvor bestehender Agglomerate durch den Beschichtungsprozess.

Tab. 5.1: Übersicht der d_{50} zu den verwendeten Partikelgrößenverteilungen; für die Aluminiumoxidpartikelbänder sind die d_{50} vor und nach der Beschichtung mit Dynasylan F8261 angegeben

	Al ₂ O ₃ < 20 µm		Al ₂ O ₃ < 200 µm		PTFE < 200 µm
	-	beschichtet	-	beschichtet	-
d_{50} in µm	10,58	10,46	69,64	64	52,8

Die verwendeten Feststoffe ermöglichen zum einen Aussagen über den Einfluss der Benetzung und der abzuscheidenden Partikelgröße sowie zum anderen den Einfluss der Partikeldichte auf die Filtrationsleistung der Einzelkollektoren in wässriger Umgebung.

5.1 Grundlagenuntersuchungen zum Einzelkollektorkonzept

Zur Auswertung der Versuche werden die flächenspezifische Filtrationseffizienz $e_{EK,F}$ (Gl. 3.13) sowie die massespezifische Filtrationseffizienz $e_{EK,M}$ (Gl. 3.14) verwendet. Erstere bezieht die abgeschiedene Partikelmasse auf die zur Verfügung stehende Kollektorfläche und hat den Vorteil, dass Versuche mit unterschiedlichen Kollektorzahlen miteinander verglichen werden können. Die flächenspezifische Auswertung ermöglicht somit auch die Erkenntnis über den Bedeckungsgrad der Kollektoren. Die massespezifische Filtrationseffizienz beschreibt das Verhältnis aus zugegebener Partikelmasse und abgeschiedener Partikelmasse. Sie ermöglicht eine Aussage über die absolute Effizienz einer Kollektoranordnung. Auf Basis von $e_{EK,M}$ kann die Effektivität der getesteten Filtergeometrie bewertet werden, was in einem weiteren Schritt zur Optimierung der realen Filtergeometrie genutzt werden kann. In Abb. 5.1 sind beide Auswertemöglichkeiten für variierende Feststoffanteile dargestellt. Während $e_{EK,F}$ mit zunehmendem Feststoffanteil kontinuierlich ansteigt, durchläuft $e_{EK,M}$ ein Maximum bei $2 \cdot 10^{-3}$ Ma% und nimmt dann kontinuierlich ab. Der Anstieg von $e_{EK,F}$ erfolgt aufgrund der erhöhten Partikelmasse im Flüssigkeitsvolumen. Je mehr Partikel sich im Testvolumen befinden, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit, dass die Partikel an freien Flächen des Kollektors aufprallen und haften. Jedoch steigt die

abgeschiedene Partikelmasse geringer an, als die Erhöhung der zugegeben Partikelmasse. Deswegen fällt die massespezifische Filtrationseffizienz nach ihrem Optimum wieder ab.

Die Ergebnisse verdeutlichen die Relevanz der beiden Größen. Die massespezifische Filtrationseffizienz gibt eine Aussage über die absolute Effektivität der Filtration. Durch die flächenspezifische Filtrationseffizienz können Informationen über die aktuelle Belegung generiert werden. Damit ist es möglich, das Abscheidepotential der Kollektoren im getesteten Parametersystem zu ermitteln und somit eine Aussage über die Partikelaufrnahmekapazität in Abhängigkeit von der Prozessdauer zu erlangen.

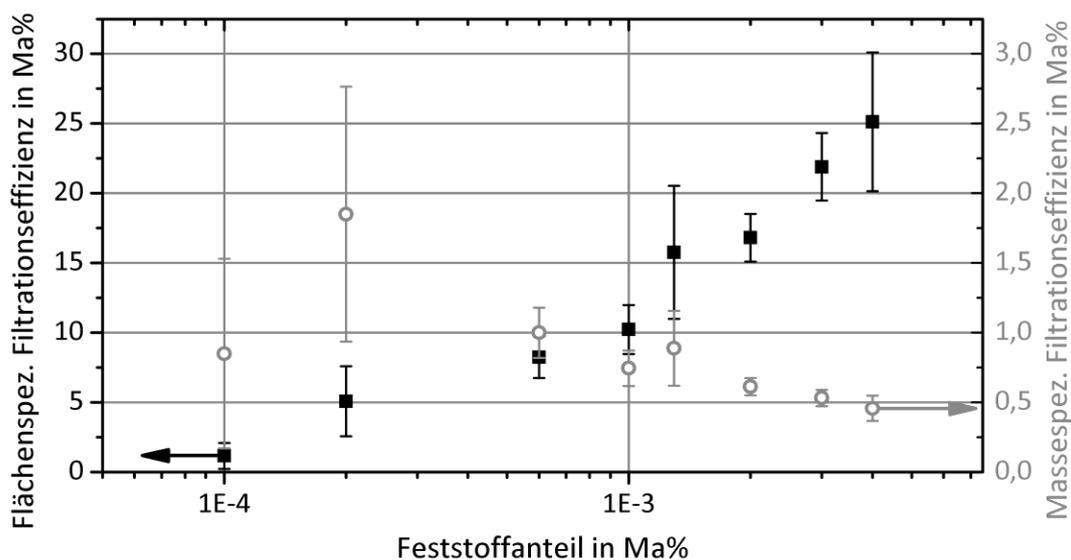


Abb. 5.1: Einfluss der Feststoffkonzentration auf die Filtrationseffizienz im Einzelkollektoraufbau für das Ethanol-Feststoffverhältnis von 2,4 g Ethanol/g Feststoff mit Al_2O_3 -F8261 < 20 μm und hydrophoben Kollektoren ($u_{EK}=0,602$ m/s): die vollen Quadrate zeigen die flächenspezifische Filtrationseffizienz und die hohlen Kreise symbolisieren die massespezifische Filtrationseffizienz

Wie in der Versuchsdurchführung beschrieben, müssen vor allem die hydrophoben Partikel in Ethanol vordispersiert werden. Diese Vordispersierung ist notwendig, um die Partikel möglichst homogen im Wasser dispergieren zu können (Kapitel 6.1). Der Einfluss der Menge an Dispergiermittel auf die Benetzung und auf die Filtrationseffizienz ist in Abb. 5.2 dargestellt. Zur Quantifizierung des Ethanoleinflusses auf die Benetzung wurden Kontaktwinkelmessungen an möglichst glatten Feststoffproben mit verschiedenen Ethanol-Wasser-Gemischen durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass die gemessenen Benetzungswinkel bei den getesteten Partikelsystemen ab 3 Ma% Ethanol stark absinken. Unterhalb dieser Marke bleibt der Kontaktwinkel annähernd konstant. Solange der Ethanolanteil in der Suspension unter 3 Ma% bleibt, hat das Dispergiermittel keinen

signifikanten Einfluss auf das Benetzungsverhalten der Feststoffe. Dennoch zeigt die Variation der Ethanolmenge eine Auswirkung auf die erreichte flächenspezifische Filtrationseffizienz. Mit zunehmender Ethanolmenge steigt $e_{EK,F}$ deutlich an, was in *Abb. 5.2 b* gezeigt ist. Eine mögliche Ursache dafür ist die Oberflächenaktivität des Ethanols. Ethanol verbessert nicht nur die Benetzung zwischen Wasser und Feststoffen, es beeinflusst auch die Gaslöslichkeit in der Suspension (Tokunaga 1975). Das Ethanol fördert die Gasaufnahme der Suspension. Für die gelösten Gasmoleküle ist es energetischer günstiger sich an den dispergierten hydrophoben Oberflächen anzulagern, wo sie dann kleinste Gasblasen bilden. Diese Blasen entstehen sowohl an den dispergierten Partikeln als auch an den umströmten Kollektoren und erhöhen damit die Haftwahrscheinlichkeit aller aufprallenden Partikel. Die beschriebene Erklärung des Ethanoleinflusses wurde von FRITZSCHE und PEUKER durch die Analyse von AFM-Untersuchungen ebenfalls erkannt und beschrieben (Fritzsche und Peuker 2014a).

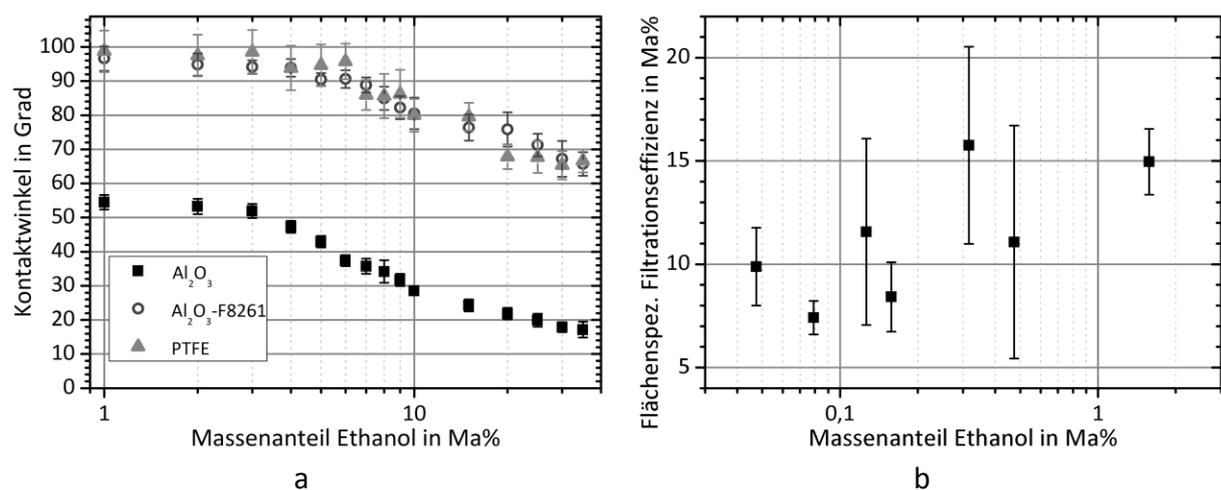


Abb. 5.2: Einfluss der Ethanolmenge auf die Abscheidung im Einzelkollektoraufbau:
a) Kontaktwinkelmessung von Wasser-Ethanol-Mischungen auf verschiedenen Substraten;
b) Abscheidung von hydrophoben Aluminiumoxidpartikeln $< 20 \mu m$ in Abhängigkeit von der zugegebenen Ethanolmenge ($u_{EK}=0,602 \text{ m/s}$) an hydrophoben Einzelkollektoren in Anordnung (I)

Der bereits eingeführte Referenzmesspunkt nutzt eine Ethanolkonzentration von 0,32 Ma%. Neben der Dispergiermittelmenge ist auch die Dauer der Partikeldispergierung entscheidend für die Homogenität der Suspension. In *Abb. 5.3 a* wird daher der Einfluss der Dispergierdauer auf die Filtrationseffizienz dargestellt. Die Experimente zeigen, dass die Variation der Dispergierdauer um zwei Größenordnungen $e_{EK,F}$ nicht signifikant beeinflusst.

Zum Verständnis der Abscheidemechanismen im Einzelkollektoraufbau wurde die flächenspezifische Filtrationseffizienz in *Abb. 5.3 b* für jeden Stab einzeln bestimmt. Es ist zu erkennen, dass $e_{EK,F}$ mit zunehmender Entfernung vom Mittelpunkt des Gefäßes abnimmt. Die Abnahme ist dabei unabhängig von der getesteten Dispergierdauer. Aufgrund des Dichteverhältnisses von Wasser und Aluminiumoxid sowie der hohen Umfangsgeschwindigkeit ist zu erwarten, dass die Trägheitsabscheidung den relevanten Abscheidemechanismus darstellt. Demnach müsste aber der äußere Kollektor die höchste Filtrationseffizienz aufweisen, da dort die höchste Umfangsgeschwindigkeit herrscht. Der Unterschied zwischen theoretischer Betrachtung und experimentellen Ergebnissen wird in der Haftwahrscheinlichkeit und erhöhter Redispergierung der Partikel vermutet. Vermutlich kollidieren mit zunehmender Entfernung des Kollektors vom Gefäßmittelpunkt mehr Partikel mit dem Kollektor, weil die Fluidgeschwindigkeit zwischen dem inneren und dem äußerem Stab um Faktor zwei ansteigt (siehe *Tab. 3.5*) und somit die wirkende Trägheitskraft auf die Partikel stark zunimmt. Die aufprallenden Partikel besitzen jedoch eine entsprechend höhere Aufprallgeschwindigkeit und somit sinkende Haftwahrscheinlichkeiten. Zusätzlich wirken auf die bereits abgeschiedenen Partikel mit zunehmender Entfernung von der Mitte des Suspensionsbehälters höhere Ablösekräfte durch die Fluidströmung. Schlussfolgernd bestätigen die Ergebnisse aus *Abb. 5.3* den bereits erläuterten Zusammenhang zwischen der Filtrationseffizienz und der Fluidgeschwindigkeit aus der numerischen Modellierung (Kapitel 0).

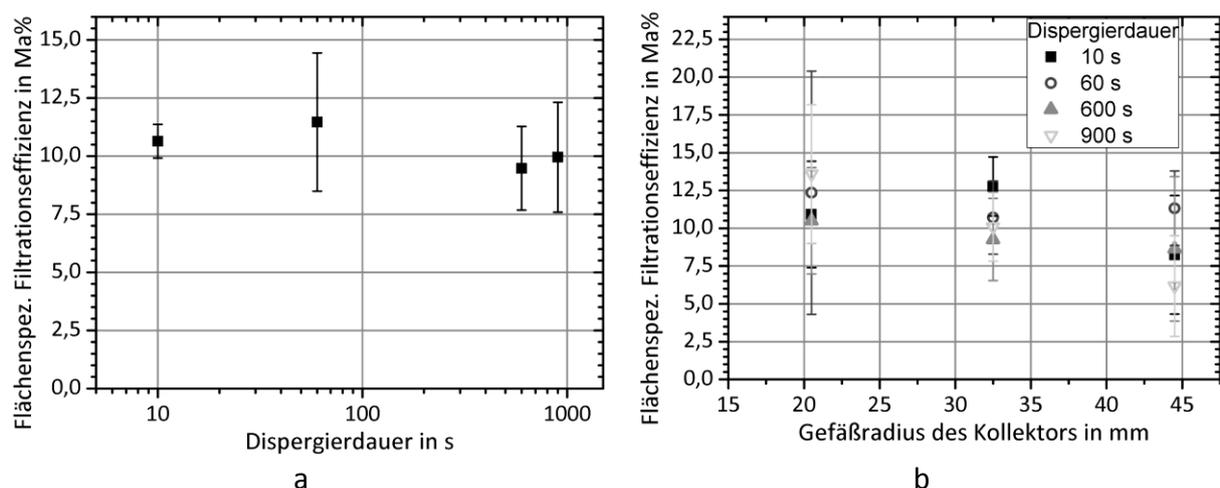


Abb. 5.3: Grundlagenuntersuchungen zum Einzelkollektoraufbau mit hydrophobem Aluminiumoxid < 20 μm im Referenzmesspunkt in Abhängigkeit von der Dispergierdauer: a) Flächenspezifische Filtrationseffizienz für verschiedene Dispergierdauern; b) Flächenspezifische Filtrationseffizienz je Kollektor in Abhängigkeit vom Abstand des Kollektors von der Gefäßmitte

Für den Referenzmesspunkt wird eine Dispergierdauer von 60 s gewählt, da sie rein optisch zu einem guten Dispergierergebnis führt und einen guten Mittelweg bildet zwischen Reproduzierbarkeit der Messung bei gleichzeitig vertretbarem zeitlichem Umfang. Der eingeführte Referenzmesspunkt definiert die Prozessdurchführung. Bei konstanter Durchführung werden im Folgenden die Einflüsse der Feststoffe sowie der Flüssigkeit auf die Filtrationseffizienz hin untersucht.

5.2 Parameterstudie zum Abscheideverhalten beim Einzelkollektoraufbau

Abb. 5.4 stellt die flächenspezifische Filtrationseffizienz in Abhängigkeit von dem Benetzungszustand im Abscheideversuch dar. Erneut wird zur Darstellung der Ergebnisse ein Box-Plot-Diagramm genutzt, da es den direkten Vergleich verschiedener Messreihen ermöglicht. Werden in den Versuchen hydrophile Partikel verwendet, so bleibt $e_{EK,F} < 7,5 \text{ Ma\%}$. Demnach sind nach einer Minute Abscheidung weniger als 7,5 % der verfügbaren Kollektorfläche mit Partikeln besetzt. Die Oberfläche der verwendeten Kollektoren scheint dabei keinen signifikanten Einfluss auf die flächenspezifische Filtrationseffizienz zu haben, wenn hydrophile Partikel verwendet werden. Besteht die disperse Phase aus hydrophoben Partikeln, so verschieben sich die Boxen der Messreihen unabhängig von der getesteten Kollektoroberfläche auf über 10 Ma%. Ursache dafür ist erhöhte Agglomerationsneigung der dispergierten Partikel. Hydrophobe Partikel sind bestrebt, ihre Kontaktfläche mit dem Wasser zu minimieren. Haben sich Agglomerate gebildet, vergrößern sich die effektiven Durchmesser und die entstandenen Partikelverbände können besser abgeschieden werden. Ist die Kollektoroberfläche ebenfalls hydrophob, erhöht sich die Messwertstreuung im Vergleich zu den anderen Messreihen deutlich. Dieser Anstieg der Messwertstreuung kann durch die Zufälligkeit der kapillaren Haftmechanismen bzw. Anwesenheit von Gasblasen im komplett hydrophoben Benetzungssystem erklärt werden. Damit Kapillarbrücken entstehen können, muss das kontinuierliche Medium eine ausreichende Gassättigung besitzen, sodass sich Gaskapillaren bilden können, wenn das Partikel am Kollektor aufprallt. Andererseits könnte eine zu hohe Gassättigung der Flüssigkeit dazu führen, dass sich sehr große Blasen am Kollektor ansammeln, welche den Aufprall der Partikel am Kollektor unter Umständen verhindern. Ein Indiz für diese These sind Ausreißer in *Abb. 5.4* (hohle Kreise mit Stern) innerhalb des

komplett hydrophoben Systems. Es werden demnach sehr hohe aber auch vergleichsweise geringe Filtrationseffizienzen erreicht, obwohl die Versuchsbedingungen konstant waren. Die Ausreißer treten vor allem dann auf, wenn die Kollektoren hydrophob sind. Dies ist ein zusätzlicher Hinweis dafür, dass die hydrophoben Kollektoren in Kombination mit gelösten bzw. bereits angelagerten Gasblasen positiv aber auch negativ auf die Filtrationseffizienz wirken können.

Unabhängig von der Ausdehnung der Boxen in *Abb. 5.4* verdeutlichen die Ergebnisse, dass hydrophobe Partikel besser abgeschieden werden können als hydrophile Partikel. Die bessere Abscheidung liegt zum einen an den wirkenden Haftkräften aber auch an den entstehenden Partikelagglomeraten. Somit besitzt die Benetzung einen signifikanten Einfluss auf die Filtrationsergebnisse im Einzelkollektorversuchsstand.

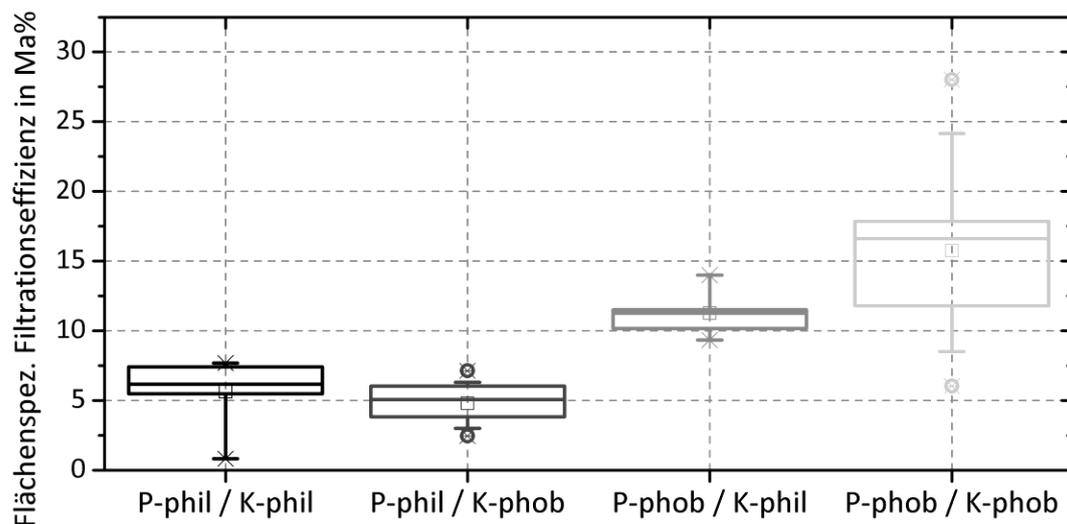


Abb. 5.4: Einfluss der Benetzung auf die flächenspezifische Filtrationseffizienz im Referenzmesspunkt des Einzelkollektorversuchsstandes (mittlere Fluidgeschwindigkeit 0,602 m/s; 0,646 g Aluminiumoxidpartikel < 20 µm; 2 ml EtOH; Dispergier- und Abscheidedauer je 60 s)

Sind hydrophobe Feststoffe Bestandteil einer Filtrationsaufgabe in wässrigen Medien, ist es notwendig, die Gaskonzentration in der Flüssigkeit zu kennen. Leider ist die Gassättigung eine schwer einstellbare und schwer zu messende Größe. Zur Charakterisierung der Gassättigung wurde die Sauerstoffmesssonde HI 9146 der Firma Hanna Instruments verwendet. Für die Auswertung wird angenommen, dass sich der Sauerstoffgehalt in der Flüssigkeit immer proportional zum Gesamtgasgehalt der Flüssigkeit verhält. Die Sauerstoffsonde gibt den Gasgehalt in Prozent an und wird vor jeder Messung über einen Kalibrierknopf kalibriert, sodass Messungen zu verschiedenen Zeitpunkten bzw. zwischen

verschiedenen Messreihen vergleichbar sind. Um den Einfluss des Gasgehaltes auf die Filtration zu überprüfen, wird der gefüllte Suspensionsbehälter in einen Exsikkator gestellt, der auf einen Absolutdruck von 0,2 bar reguliert wird. Da die Gassättigung der Flüssigkeit abhängig vom Umgebungsdruck ist, nimmt der absolute Gasgehalt der Flüssigkeit während der Lagerung im Exsikkator ab. Da die Entgasung ein Diffusionsprozess ist, erfolgt die Abnahme zu Beginn sehr schnell und nähert sich mit zunehmender Dauer langsam einem Gleichgewichtswert an. Die ermittelte Messreihe für den Suspensionsbehälter ist in *Abb. 5.5* dargestellt.

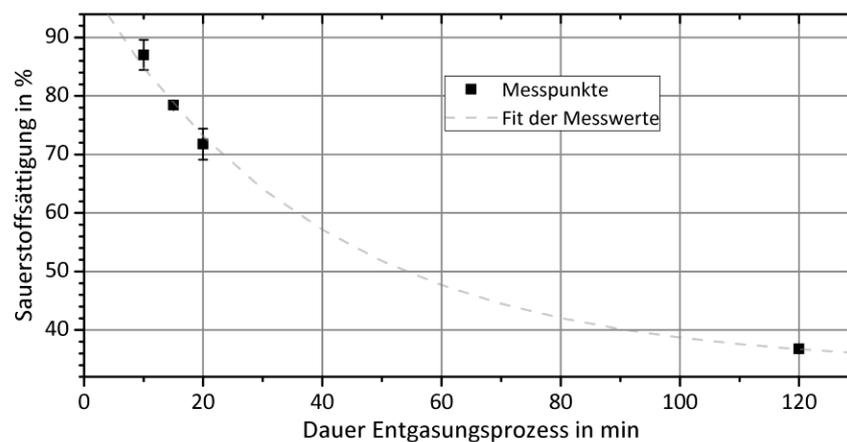


Abb. 5.5: Kennlinie der Entgasung des Suspensionsbehälters mit 500 ml Flüssigkeitsvolumen bei einem Absolutdruck von ca. 0,2 bar in einem Exsikkator bei Raumtemperatur

Anhand der Messdaten wurde eine empirisch ermittelte Regressionsfunktion bestimmt. Die Regressionsfunktion nach Gl. 5.1 ermöglicht die Vorhersage der benötigten Entgasungszeit t , um einen definierten Gasgehalt in der Flüssigkeit X_{O_2} zu erreichen.

$$X_{O_2} = y_{\infty} + (1 - y_{\infty}) e^{-t \cdot q} \quad \text{Gl. 5.1}$$

Im Rahmen der Einzelkollektorversuche wurde die statistische Versuchsplanung (DOE) angewendet. Ziel der statistischen Versuchsplanung ist es, mit möglichst wenigen Versuchen möglichst viele Informationen über ein untersuchtes System zu erhalten. Die Grundlagen der DOE sind in Kapitel 3.5.3 kurz erläutert. Für den Einzelkollektoraufbau sollen der Einfluss des Gasgehaltes, die Rauheit der Kollektoren und der Einfluss der Fluidgeschwindigkeit auf die flächenspezifische Filtrationseffizienz untersucht werden. Der Zentralpunkt (alle Faktoren in 0 Stellung) der DOE wird achtmal gemessen. Die erhaltene Streuung des Zentralpunktes gibt eine Aussage über die Stabilität des Messsystems. Je kleiner die Streuung desto belastbarer sind die Ergebnisse. In *Tab. 5.2* sind die Werte der verwendeten Faktoren im Überblick dargestellt. Die Rauheit der Kollektoren konnte leider nicht beliebig eingestellt werden. Um

dennoch einen Nullpunkt zu bestimmen, wurden je zwei Stäbe mit den rms-Rauheiten 11 µm und 2 µm verwendet. Mittelt man die rms-Werte der vier Kollektoren, kommt man auf den angegebenen Zentralpunkt von 6,5 µm. Die Anordnung der Stäbe in der Halterung erfolgt zufällig mithilfe eines Zufallsgenerators. Die DOE wird zweistufig (-1; 1) und anhand eines vollständigem Versuchsplans durchgeführt. In Summe umfasst das erstellte DOE inklusive der Zentralpunktbestimmung 16 Versuche. Die Reihenfolge der acht Messpunkte wurde entsprechend den Vorgaben der DOE-Literatur zufällig festgelegt. Die zufällige Reihenfolge wird angestrebt, um den Einfluss eventueller systematischer Fehler auf das Ergebnis der DOE möglichst klein zu halten.

Tab. 5.2: Parameter der getesteten Faktoren mit der festgelegten Stufenzuordnung

Parameter	Gasgehalt	mittlere Umfangsgeschwindigkeit	rms-Rauheit der Kollektoren
Stufe	%	m/s	µm
-1	70	0,361	2
0	85	0,482	6,5
1	100	0,602	11

Zusätzlich zu den drei Faktoren wird auch der Einfluss der Partikeldichte auf die flächenspezifische Filtrationseffizienz untersucht. Dazu wird die vorgestellte DOE einmal mit beschichtetem Aluminiumoxid und einmal mit PTFE durchgeführt. Damit die Ergebnisse untereinander vergleichbar sind, wird die Aluminiumoxidverteilung < 200 µm verwendet. Da die Vorversuche mit der größeren Al₂O₃-F8261-Partikelverteilung geringere Filtrationseffizienzen zeigen als die mit der < 20 µm Verteilung, wird die Stabanzahl auf vier Stäbe erhöht (Stabanordnung II, Abb. 3.19). Die Ursache für die reduzierte Filtrationseffizienz wird am Ende des Kapitels erläutert.

In Abb. 5.6 sind die Effektdiagramme der realisierten Versuchspläne dargestellt. Wie bereits erwähnt, ist die erreichte Filtrationseffizienz der groben Al₂O₃-F8261 Fraktion wesentlich geringer als für das feine beschichtete Aluminiumoxid (Abb. 5.6 a). Davon abgesehen, führt die Erhöhung aller getesteten Faktoren immer zur Steigerung der Filtrationseffizienz. Die Umfangsgeschwindigkeit hat den größten Einfluss und die Rauheit zeigt den geringsten Effekt. Im PTFE-System, Abb. 5.6 b, sind die Abhängigkeiten ähnlich. Allerdings liegen die Filtrationseffizienzen im PTFE-System deutlich höher und die Anstiege der Effektgeraden sind größer. Zusätzlich übersteigt die Variation des Gasgehaltes den Effekt der Umfangsgeschwindigkeit. Der Effekt der Umfangsgeschwindigkeit ist im Anstieg des

Trägheitseffektes begründet. Das der Gasgehalt förderlich wirkt, ist mit dem Entstehen von Gasbrücken zwischen den hydrophoben Partikeln bzw. zwischen den Partikeln und den Kollektoren zu begründen. Kollidieren die Partikel mit einer anderen Feststoffoberfläche, sind die Kontaktbereiche bevorzugte Entstehungsgebiete für Kapillarbrücken, die zu Agglomeraten führen oder die Abscheidung befördern. Da PTFE spezifisch leichter ist als Al_2O_3 , ist die Wirkung der Trägheit auf das PTFE-System geringer. Somit ist es logisch, dass der Gasgehalt für die PTFE-Partikel einen größeren Einfluss hat als die Umfangsgeschwindigkeit. Zusätzlich zeigen die Ergebnisse, dass die Rauheit die Filtrationseffizienz nicht beeinflusst. Diese Aussage ist aber nur für den getesteten Wertebereich abgesichert. Es kann also sein, dass eine geringere Rauheit oder die geprüften Rauheitswerte unter anderen Randbedingungen einen Effekt besitzen.

Die Wechselwirkungseffekte der beiden Versuchspläne sind im Anhang 0 zu finden. Im Falle der Aluminiumoxid-Partikel liegen die Wechselwirkungseffekte im Bereich der Haupteffekte. Dies ist ein Indiz dafür, dass eventuell nicht die richtigen Faktoren bzw. Wertebereiche der Faktoren geprüft wurden. Für das PTFE-System sind alle Wechselwirkungseffekte gering im Vergleich zu den Haupteffekten und können somit vernachlässigt werden.

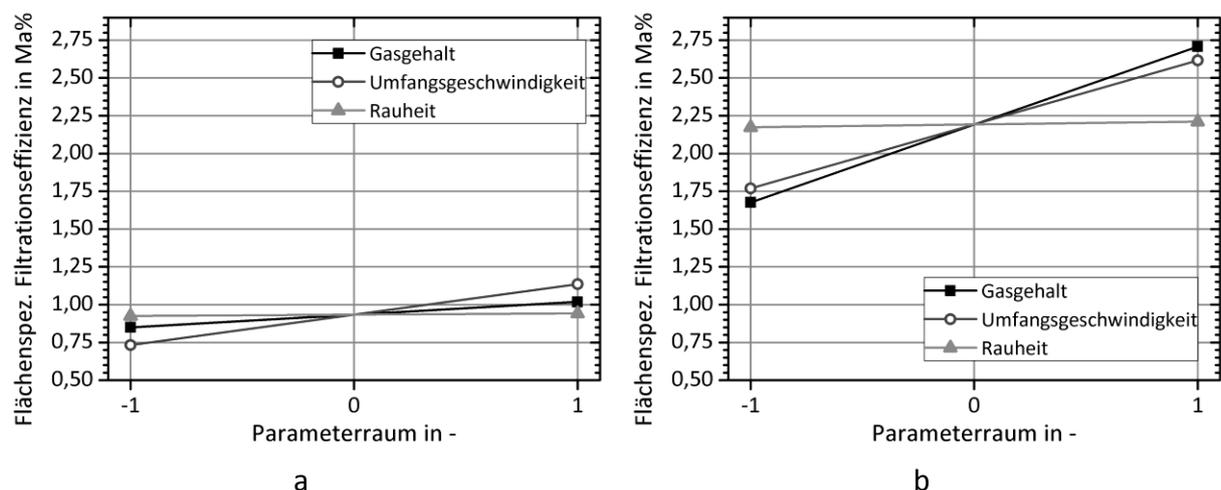


Abb. 5.6: Haupteffektdiagramme der DOE: a) Hydrophobes Aluminiumoxid < 200 µm; b) PTFE < 200 µm

Abb. 5.7 stellt die Zentralpunkte der realisierten DOEs einschließlich der ermittelten Standardabweichung gegenüber. Die Filtrationseffizienz der PTFE-Partikel ist im Zentralpunkt signifikant höher als die des hydrophoben Aluminiumoxids. Beide Systeme erreichen allerdings nur geringe flächenspezifische Filtrationseffizienzen von < 3 Ma%. Der Vergleich der Ergebnisse des hydrophoben Aluminiumoxids < 200 µm mit den Ergebnissen des < 20 µm

(siehe Abb. 5.4) wird ein Effekt der Partikelgröße deutlich. Offensichtlich lassen sich die gröberen Al_2O_3 -F8261 Partikel wesentlich schlechter abscheiden als die feinen Partikel, was sowohl an den Strömungsbedingungen liegen kann als auch an der vertikalen Anordnung der Kollektoren und dem gestiegenen Einfluss der Sedimentation auf die betrachteten Partikel.

Unabhängig von der erreichten Filtrationseffizienzen zeigen die betrachteten Partikelsysteme eine hohe relative Standardabweichung von ca. 25 %. Vergleicht man diese Abweichungen mit den Auswirkungen der gemessenen Effekte, so muss festgestellt werden, dass die gemessenen Effekte innerhalb der Standardabweichung der Zentralpunkte liegen. Das deutet darauf hin, dass die getesteten Systeme nur begrenzt für eine statistische Versuchsplanung geeignet sind. Rein mathematisch sind die Ergebnisse aber korrekt und somit können die Ergebnisse für weitere Untersuchungen verwendet werden.

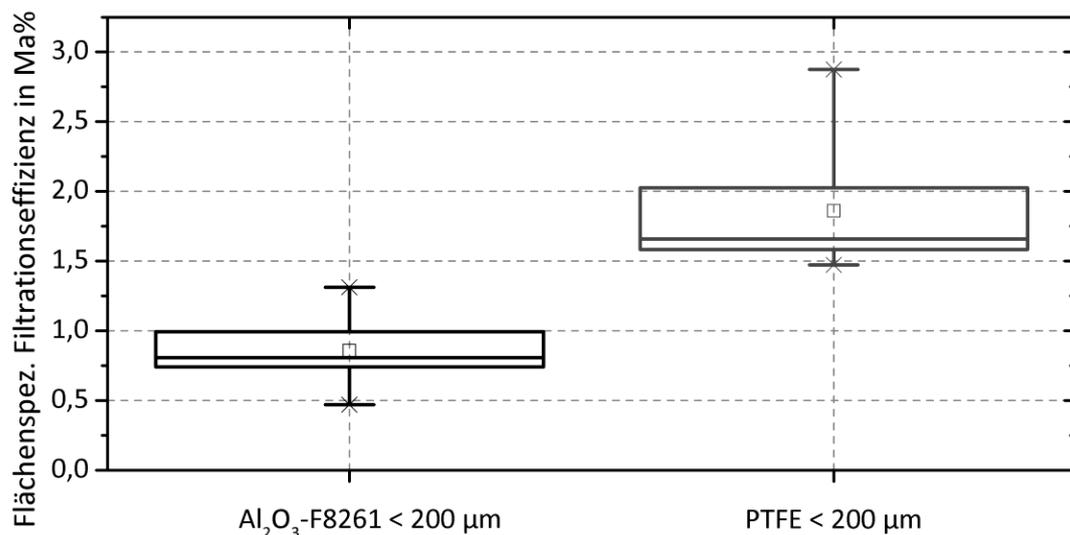


Abb. 5.7: Einfluss der Dichte auf die flächenspezifische Filtrationseffizienz im Einzelkollektoraufbau mit der Stabanordnung (II) im Zentralpunkt der DOE: $PGV < 200 \mu\text{m}$; O_2 -Gehalt 85 %, $u_{\text{EK}} = 0,482 \text{ m/s}$

Anhand der Ergebnisse der statistischen Versuchsplanung kann für jedes Partikelsystem bezüglich der Filtrationseffizienz eine optimale Faktorenkombination bestimmt werden. Die verwendeten Einstellungen sind in Tab. 5.3 zusammengefasst.

Tab. 5.3: Optimierte Versuchsparemeter für jedes Partikelsystem hinsichtlich der maximalen Filtrationseffizienz auf Basis der DOE Auswertung

	Relativer Gasgehalt	mittlere Umfangsgeschwindigkeit	rms-Rauheit der Kollektoren
Feststoff	%	m/s	µm
Al ₂ O ₃ -F8261	100	0,602	11
PTFE	100	0,602	2

Basierend auf den optimalen Einstellungen wird der Einfluss der Stabanordnung auf die Filtrationseffizienz untersucht. Dafür sind für beide Partikelsysteme jeweils die flächenspezifische und massespezifische Filtrationseffizienz in Abhängigkeit von der gewählten Stabanordnung in *Abb. 5.8* dargestellt. Den Darstellungen in *Abb. 5.8* liegen Einzelmessungen zugrunde, sodass keine Standardabweichungen eingetragen sind. Zum Vergleich enthält die Darstellung auch den Zentralpunkt und den optimalen Versuchspunkt anhand der DOE in Stabanordnung II. In beiden Partikelsystemen zeigt der optimale Versuchspunkt eine höhere Filtrationseffizienz als der Zentralpunkt. Dreht man die Kollektoren um 45° (Stabanordnung III), so erhöht sich die Filtrationseffizienz für die PTFE-Partikel deutlich, wobei für das Aluminiumoxid nur ein kleiner Effekt festzustellen ist. Die PTFE-Filtrationseffizienz steigt sowohl für die flächen- als auch für die massespezifische Auswertung um 54 % an, wohingegen der Anstieg beim Al₂O₃-F8261 nur 5 % beträgt. Die Ursachen für diese Effekte werden im veränderten Strömungsfeld vermutet. Durch die Drehung der Kollektoren wird der Staupunkt der Fluidströmung wesentlich kleiner und die direkt angeströmte Fläche verdoppelt sich. Durch die abgeschwächte Umlenkung des Fluides reduziert sich der Trägheitseffekt, aber der Sperreffekt nimmt zu, da der effektive Durchmesser der Kollektoren ansteigt. Anhand der Ergebnisse in *Abb. 5.8* könnte demnach geschlossen werden, dass für das spezifische leichtere Partikelsystem der Sperreffekt der dominante Abscheidemechanismus ist. Für das spezifisch schwerere Al₂O₃-F8261 Partikelsystem kompensieren sich die Veränderungen der Einzeleffekte, sodass eventuelle Abhängigkeiten nicht eindeutig festzustellen sind.

Eine Steigerung der Stabanzahl von vier auf zehn (Stabanordnung IV, versetzt in drei Reihen), reduziert die flächenspezifische Filtrationseffizienz für beide Partikelsysteme. Dabei fällt die Filtrationseffizienz des PTFE um ca. 50 %, für das Al₂O₃ dagegen nur um ca. 30 %. Im Gegensatz dazu steigt die massespezifische Filtrationseffizienz für beide Partikelsysteme an. Die gegenläufigen Ergebnisse bedeuten, dass die Erhöhung der Abscheidefläche die

abgeschiedene Partikelmasse steigert und gleichzeitig die Beladung der Kollektoren reduziert. Das Ziel einer Filtrationsaufgabe ist die möglichst komplette Abscheidung der dispersen Phase und somit die massespezifische Filtrationseffizienz. Die Einzelkollektormessungen beweisen demnach, dass eine Reihenschaltung von Einzelkollektoren die Wirksamkeit eines Filterelementes erhöht. Eine Bestimmung der flächenspezifischen Filtereffizienz ermöglicht als Erweiterung eine Aussage über die Aufnahmekapazität eines verwendeten Tiefenfilters.

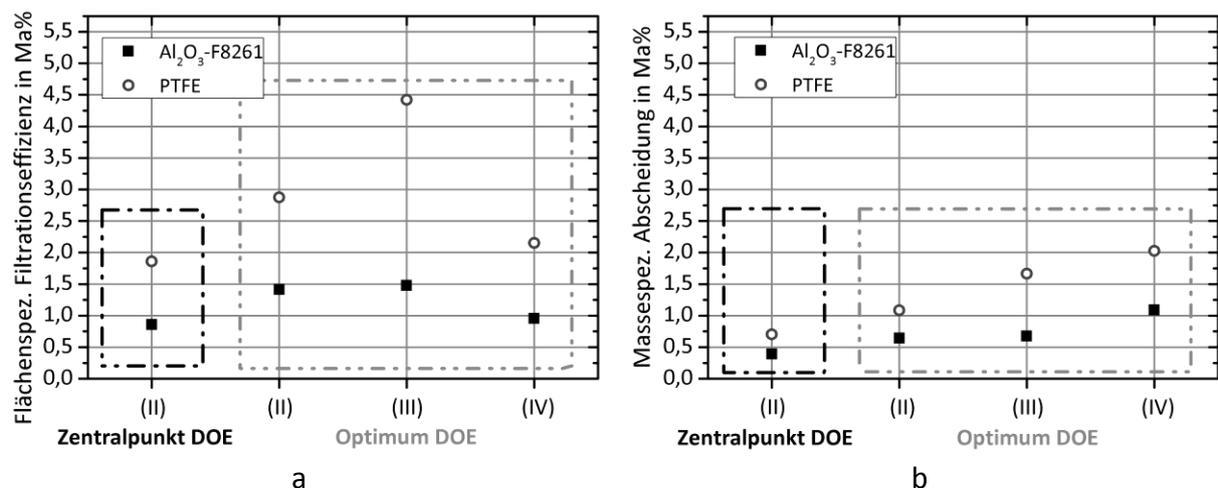


Abb. 5.8: Einfluss der optimierten Versuchparameter und der Stabanordnung auf die spezifische Filtrationseffizienz: a) Flächenspezifische Filtrationseffizienz; b) Massespezifische Filtrationseffizienz

Die erläuterten Ergebnisse verdeutlichen den Nutzen der statistischen Versuchsplanung und die Bedeutung der Einzelkollektorversuche. Bezüglich der DOE muss einschränkend erwähnt werden, dass aufgrund der hohen Streuung im Messaufbau die Ergebnisse durch zusätzliche Experimente gestützt werden sollten. Die erhaltenen Abhängigkeiten sind aber bereits eine gute Basis für eine kommende Prozessoptimierung.

Die Untersuchungen im aktuellen Einzelkollektoraufbau bestätigten auch Zusammenhänge aus der numerischen Simulation. Bei der hohen Fluidgeschwindigkeit von 0,602 m/s erreichte die Al₂O₃-F8261 Fraktion < 20 µm eine wesentlich höhere Filtrationseffizienz als die größere < 200 µm Fraktion. Die Größenordnung der erreichten Filtrationseffizienzen aus der erweiterten numerischen Simulation sowie den Einzelkollektorexperimenten liegen im einstelligen Prozentbereich und stimmen somit ebenfalls überein (zum Vgl. Tab. 4.2).

Für weiterführende Untersuchungen wäre es praktisch, den Einzelkollektoraufbau an die Möglichkeiten der numerischen Simulationsprogramme im SFB 920 anzupassen. Somit wäre

es möglich, zum einen den genauen Strömungsverlauf im Experiment zu kennen. Zum anderen könnte das numerische Modell bezüglich der Filtration durch den Einzelkollektoraufbau verifiziert werden. Im Zuge dieser Anpassung sollte der Einzelkollektoraufbau möglichst in eine vertikale Kanalströmung integriert werden. Dadurch sollten geringere Fluidgeschwindigkeiten umsetzbar sein, ohne dass die Sedimentation der Partikel aus der Fluidströmung einen Einfluss auf das Versuchsergebnis hat.

6 Ergebnisse der Filtrationsversuche

Die Erkenntnisse aus der numerischen Simulation und den Versuchen mit dem Einzelkollektoraufbau liefern bereits viele neue Informationen. Durch theoretische Berechnung konnte bewiesen werden, dass zwischen der Gas- und der Flüssigfiltration ein deutlicher Unterschied besteht. Der quasistationäre Fluidfilm zwischen dem Partikel und der Filteroberfläche reduziert die Filtrationseffizienz deutlich. Der Einfluss dieses Fluidfilmes ist abhängig von der Partikelgröße, dem Fluid und der Strömungsgeschwindigkeit. Zusätzlich konnte an einer vereinfachten Geometrie bewiesen werden, dass die Benetzung einen signifikanten Einfluss auf die Filtration in flüssiger Umgebung besitzt.

Im folgenden Kapitel soll nun überprüft werden, inwiefern die berechneten Abhängigkeiten aus der numerischen Simulation und die Ergebnisse an einer vereinfachten Abscheidegeometrie auf reale Tiefenfilter übertragen werden können. Im Unterkapitel 3.2.1 werden die verwendeten Keramikschaumfilter (CFF) charakterisiert und deren Herstellung erläutert.

6.1 Einfluss der Benetzung auf die Filtrationseffizienz

Ein wichtiger Aspekt für die Repräsentativität der Versuche ist erneut die Dispergierung der hydrophoben Partikel. Im Rahmen der Einzelkollektorversuche wurde bereits angedeutet, dass die Homogenisierung der dispersen Phase sehr wichtig für die Reproduzierbarkeit der Versuche ist. Bei den Versuchen innerhalb dieses Unterkapitels wurde die Redispergierung messtechnisch noch nicht erfasst.

In *Abb. 6.1* sind Voruntersuchungen mit verschiedenen Methoden der Dispergierung zusammengefasst. Die Dispergiereinstellungen eins bis drei wurden ohne Dispergierhilfsmittel durchgeführt und die Partikel wurden von oben in die Flüssigkeit gegeben. In Einstellung eins wurde ein hydrophiles Pulver dispergiert und in Einstellung zwei ein hydrophobes Pulver. In beiden Einstellungen betrug die Rührerumfangsgeschwindigkeit (u_R) 2,09 m/s. In Einstellung 3 wurde ein hydrophobes Partikelsystem verwendet mit $u_R = 4,71$ m/s. In den Einstellungen 4 bis 6 wurde neben der Rührerumfangsgeschwindigkeit auch die Menge des Dispergierhilfsmittels variiert, um die gleichmäßige Dispergierung des hydrophoben Pulvers zu verbessern.

Die Hauptfluidgeschwindigkeit wird nach Gl. 6.1 berechnet und beträgt während der Filtration im Mittel 0,11 m/s.

$$\bar{u}_L = \frac{\bar{\dot{m}}_L}{A_R \cdot \rho_L}$$

Gl. 6.1

Die zugegebene Feststoffmasse in der folgenden Messreihe beträgt 1 g. Die zurückbleibende Feststoffmasse im Suspensionsbehälter am Ende des Versuches, im Folgenden als Schlacke bezeichnet, konnte bei der Versuchsreihe in diesem Kapitel noch nicht ermittelt werden. Somit wird der Erfolg der Dispergierung nur anhand der absoluten massespezifischen Filtrationseffizienz (Gl. 3.8) der Al_2O_3 -Partikel $< 200 \mu\text{m}$ bewertet. Die Ergebnisse dieser Messreihe sind in *Abb. 6.1* dargestellt. In den ersten beiden Dispergierereinstellungen wird der Einfluss der Partikeloberfläche deutlich. Die hydrophilen Partikel (Einstellung eins) erreichen eine absolute massespezifische Filtrationseffizienz von $< 1 \text{ Ma}\%$. Die hydrophoben Partikel werden zu über 60 Ma% abgeschieden. Die deutlich höhere Filtrationseffizienz wird durch die ausgeprägte Agglomerationsneigung der hydrophoben Partikel verursacht, siehe *Abb. 6.2 a*. Nach Zugabe der Partikel bilden sich sofort große Agglomerate, die einen effektiven Durchmesser von mehreren Millimetern erreichen.

Durch Erhöhung der Rührerumfangsgeschwindigkeit auf 4,71 m/s nimmt die Anzahl und die Größe der stabilen Agglomerate ab, weshalb die Filtrationseffizienz in *Abb. 6.1* deutlich zurückgeht. Dennoch sind auf den Schaumfiltern Ablagerungen von Agglomeraten zu finden. Weder der hohe Energieeintrag des Rührers noch die Geschwindigkeitsgradienten aufgrund der montierten Stromstörer können die Agglomerate zerstören. Übertragen auf das Realsystem Metallschmelze kann geschlussfolgert werden, dass einmal entstandene Agglomerate stabil bleiben und somit die feinen Primärpartikel in Form von Agglomeraten abgeschieden werden können.

Erst durch den Einsatz von Ethanol als Dispergierhilfsmittel kann die Entstehung der Agglomerate verhindert werden (Einstellung 4 in *Abb. 6.1*). Dafür wird das Ethanol in einem Behälter mit dem Feststoff vermischt und dann in den Suspensionstank gegeben. Um die Benetzung der hydrophoben Oberflächen bzw. die Gassättigung der Flüssigkeit nur minimal zu beeinflussen, wird eine möglichst geringe Ethanolmenge angestrebt (siehe Kapitel 5). Aus den Einzelkollektorversuchen ist bekannt, dass die Rührerumfangsgeschwindigkeit so gewählt werden muss, dass die Partikel zum einen komplett aufgerührt werden und zum

anderen ein zusätzlicher Gaseintrag durch Oberflächenverwirbelung verhindert wird. Das Zusammenspiel aus EtOH-Menge und Rührerumfangsgeschwindigkeit wurde deswegen auch in der Kleinanlage intensiv getestet. Einstellung vier und fünf in *Abb. 6.1* sind exemplarische Resultate. Wird das Partikel-Ethanol-Gemisch durch eine Spritze in den Suspensionstank zugegeben, können die Masse der aufschwimmenden Schlacke und die in der Suspension sichtbaren Agglomerate zusätzlich reduziert werden.

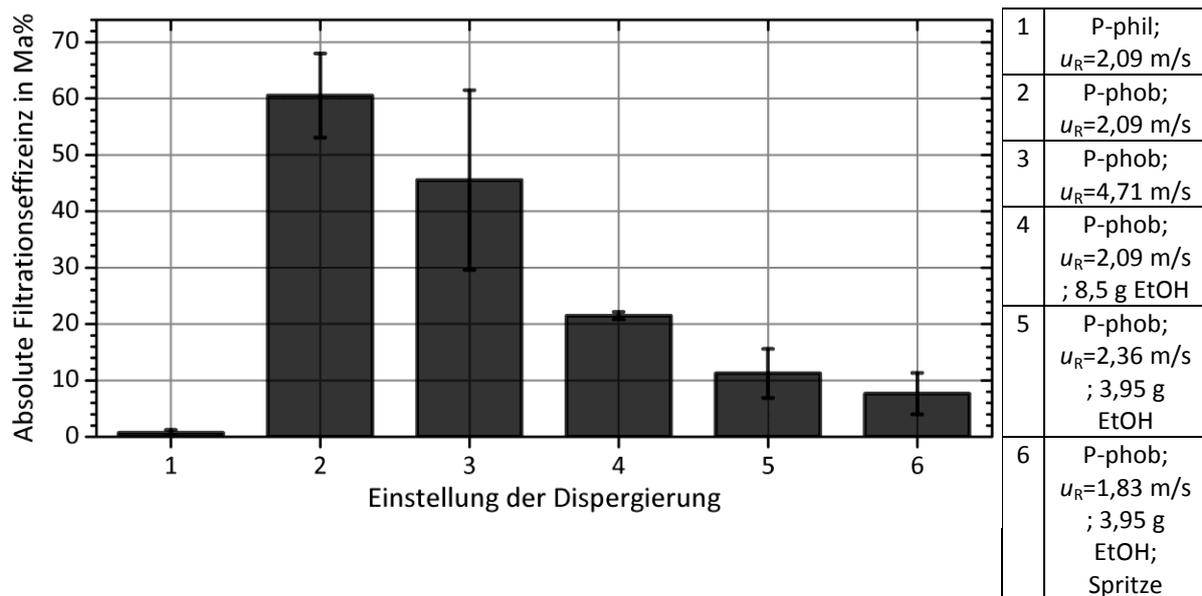


Abb. 6.1: Einfluss der Homogenisierung der Suspension auf die Filtrationseffizienz hydrophiler bzw. hydrophober Al_2O_3 -Partikel < 200 μm an 20 ppi Keramikschaumfiltern bei einer Hauptfluidgeschwindigkeit von 0,11 m/s

Die Ergebnisse der Dispergiertests wurden auch bei der Bestimmung des Referenzmesspunkts für den Einzelkollektoraufbau berücksichtigt (Kapitel 5.1). Somit können die Resultate der beiden Anlagen bezüglich der Suspensionsgüte miteinander verglichen werden.

Für den Referenzmesspunkt der Kleinanlage wird die Dispergierungseinstellung sechs gewählt. Der Feststoffanteil in der Suspension beträgt 0,03 Ma% und der Ethanolanteil 0,13 Ma%. Die disperse Phase bilden die Al_2O_3 -Partikel < 200 μm . Eine Entgasung der Flüssigkeit in der Kleinanlage ist nicht möglich. Es ist somit davon auszugehen, dass die Flüssigkeit für alle Versuche eine Gassättigung von ca. 100 % besitzt, was zu den besten Filtrationsergebnissen für das vorliegende System führen müsste (Vgl. Kapitel 5.2). Allerdings führt der hohe Gasgehalt zu deutlichen Flotationseffekten der dispergierten Partikel trotz der intensiven Dispergierung und Feststoffzugabe mittels Spritze unter die Wasseroberfläche (*Abb. 6.2 b*). Diese Feststoffansammlung in *Abb. 6.2 b* und alle im Suspensionsbehälter

zurückbleibenden Feststoffablagerungen werden, wie bereits erwähnt, im weiteren Verlauf als Schlacke bezeichnet. Die Bezeichnung wurde in Anlehnung an den Realprozess der Metallschmelzefiltration gewählt, da dort ebenfalls solche Feststoffansammlungen entstehen.

Die Schlackemasse wird für jeden Versuch ermittelt, denn sie reduziert die filtrierbare Partikelmasse, die den Filter erreicht. Durch die Erfassung der Schlacke kann die korrigierte massespezifische Filtrationseffizienz e_k nach Gl. 3.6 berechnet werden.

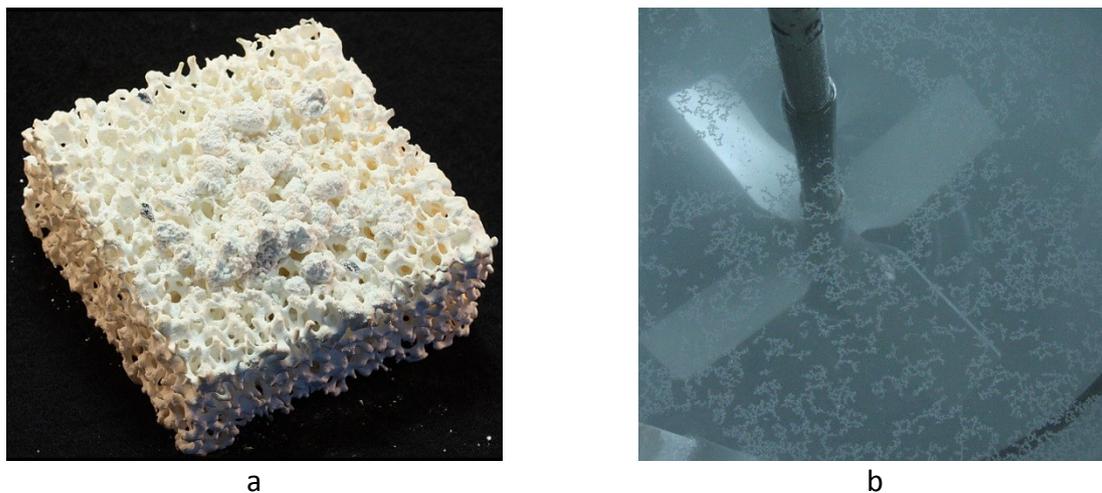


Abb. 6.2: a) Oberflächenablagerungen hydrophober Agglomerate nach dem Filtrationsversuch (Al_2O_3 -F8261; $u_t=0,11$ m/s; ohne Dispergierhilfsmittel); b) Aufschwimmende Al_2O_3 -F8261 Partikel (Schlacke) trotz optimierter Dispergierung (Einstellung sechs aus Abb. 6.1) – das Auftreten von Schlacken ist auch im realen Metallsystem typisch

Im definierten Referenzmesspunkt wird der Einfluss des Benetzungszustandes auf die Filtrationseffizienz der keramischen Schaumfilter untersucht, siehe Abb. 6.3. Für die hydrophilen Partikel liegt die korrigierte Filtrationseffizienz unabhängig von der Filteroberfläche deutlich unter 2 Ma%. Die Filtrationseffizienz steigt für die hydrophoben Partikel deutlich an, auch wenn die erreichten Effizienzen noch weit von den angestrebten Zielen technischer Prozesse entfernt sind. Die mittlere korrigierte Filtrationseffizienz der dispergierten hydrophoben Partikel mit hydrophilen Filtern beträgt 5,1 Ma% und mit hydrophoben Filtern wird hier eine mittlere korrigierte Filtrationseffizienz von 7 Ma% erreicht. Ähnlich wie bei den Einzelkollektorergebnissen steigen jedoch auch die Standardabweichung und die Anzahl der Ausreißer stark an, wenn hydrophobe Partikel verwendet werden. Dieser Effekt wird weiter verstärkt, wenn auch der Filter hydrophob ist. Die Ergebnisse verdeutlichen, dass die Oberflächenmodifikation der Feststoffe einen

entscheidenden Einfluss auf die Filtration besitzt. Zusätzlich gibt es offenbar einen Zusammenhang zwischen der Oberfläche der Partikel und der Streuung der Messwerte. Eine Erklärung dafür ist die hohe Agglomerationsneigung der hydrophoben Partikel, siehe *Abb. 6.2 a*, in Kombination mit dem Auftreten von Gasblasen. Das Agglomerationsverhalten der Partikel ist das Ergebnis der zufälligen Kollisionen dispergierter Partikel und der hohen Haftkräfte zwischen den Partikeln (siehe Kapitel 4.3). Das führt trotz konstanter Versuchsbedingungen zu stets unterschiedlichen Partikelgrößenverteilungen, die am Filter ankommen. Eine zusätzliche zufällige Einflussgröße sind entstandene Gasblasen an den hydrophoben Oberflächen. Entstehen die Gasblasen im Kontaktmoment, erhöhen sie die Haftwahrscheinlichkeit um ein Vielfaches. Bestehen die Blasen bereits vor dem Zusammenprall des Partikels mit dem Filter, können sie auch hemmend auf die Abscheidung wirken (Fritzsche und Peuker 2014a). Die Blasen bilden dann eine zusätzliche Barriere für die Partikel, an der sie abprallen, wenn sie die Flüssigkeits-Gas-Grenzfläche nicht durchbrechen können. Die Existenz der beiden Effekte wird durch die erreichten Filtrationseffizienzen des komplett hydrophoben Benetzungszustandes in *Abb. 6.3* bestätigt.

Für jedes Benetzungssystem wurden mindestens sechs Versuche durchgeführt. Da die Standardabweichungen bei den Versuchen mit hydrophoben Partikeln wesentlich größer sind, liegen diesen Resultaten höhere Versuchsanzahlen zugrunde.

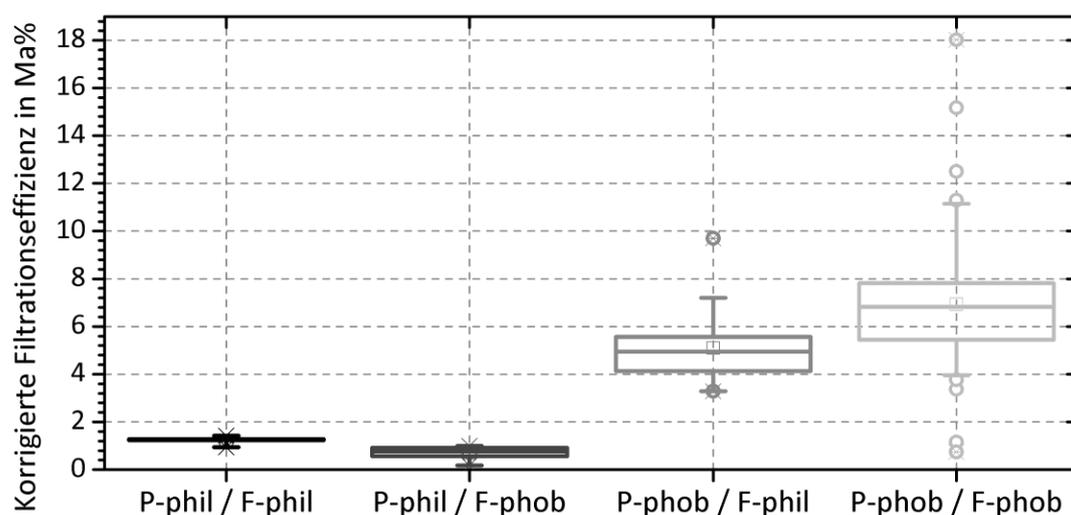


Abb. 6.3: Korrigierte Filtrationseffizienz der 20 ppi Keramikschaumfilter in Abhängigkeit von dem getesteten Benetzungszustand ($u_L=0,11$ m/s; Al_2O_3 -Partikel < 200 μ m; Dispergiervariante sechs)

Der bereits eingeführte Referenzpunkt wurde im Laufe der Untersuchungen regelmäßig wiederholt, um die Funktionalität der Anlage über die Dauer des Betriebes kontrollieren zu können. Für den Referenzmesspunkt gibt es deswegen 89 Messwerte, die eine Analyse der Messwertstatistik zulassen. In *Abb. 6.4* ist die Wahrscheinlichkeitsfunktion der absoluten und der korrigierten Filtrationseffizienz dargestellt. Beide Funktionen entsprechen dem Verlauf einer logarithmischen Normalverteilung und können somit durch Gl. 6.1 beschrieben werden. Die Parameter der Funktion sind in *Tab. 6.1* zusammengefasst.

Tab. 6.1: Berechnete Parameter um die Wahrscheinlichkeitsfunktion der spezifischen Filtrationseffizienzen zu beschreiben sowie das Bestimmtheitsmaß der Approximationsfunktion

Spezifische Filtrationseffizienz	Lageparameter	Streuungsparameter	Bestimmtheitsmaß
-	$\ln(J)$	$\ln(J)$	-
e_{abs}	-3,114	0,289	0,974
e_{korr}	-2,714	0,303	0,988

Die funktionale Beschreibung der zu erwartenden Filtrationseffizienz der keramischen Schaumfilter kann in eine zukünftige numerische Simulation eingebaut werden. Durch die Berücksichtigung dieser Funktion sollte sich die Aussagekraft der Simulation deutlich verbessern.

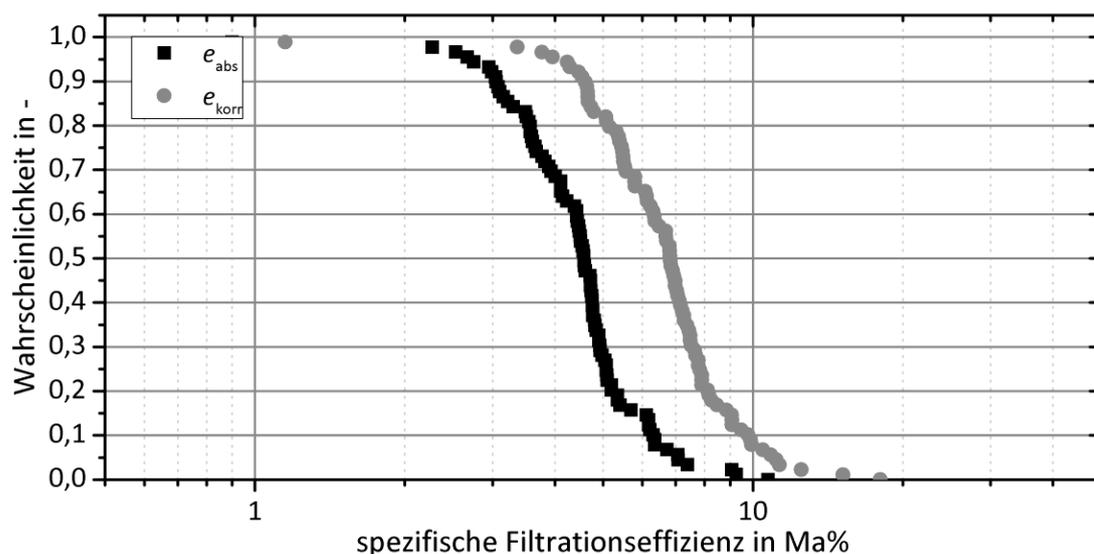


Abb. 6.4: Wahrscheinlichkeitsfunktion der spezifischen Filtrationseffizienzen im Referenzmesspunkt für einen 20 ppi Keramikschaumfilter

Der Vergleich der Filtrationsergebnisse aus der Kleinanlage (*Abb. 6.3*) mit den Resultaten aus dem Einzelkollektoraufbau (*Abb. 5.4*) lässt den Schluss zu, dass der Einzelkollektoraufbau eine geeignete Methode ist, Abhängigkeiten zwischen den Prozessparametern und der Filtrationsleistung realer Tiefenfilter zu untersuchen. Für zukünftige Parameterstudien

könnten Tastversuche im Einzelkollektoraufbau durchgeführt und nur die als interessant identifizierten Versuchspunkte auf die größeren und wesentlich aufwendigeren Filtrationsanlagen übertragen werden.

6.2 Einfluss der Fluidgeschwindigkeit und des Benetzungszustandes auf die Filtrationseffizienz

Der positive Effekt hydrophober Oberflächen auf die Filtration wurde mithilfe des Einzelkollektoraufbaus und der Kleinanlage nachgewiesen. Im Folgenden soll nun geklärt werden, ob sich dieser positive Effekt in Abhängigkeit von der Hauptfluidgeschwindigkeit verändert. Dafür wurde die korrigierte Filtrationseffizienz für drei Hauptfluidgeschwindigkeiten und drei Benetzungszustände ermittelt, siehe *Abb. 6.5*. Die Versuche innerhalb dieses Unterkapitels sind ohne die Erfassung der Redispergierung, siehe Kapitel 3.5.1, durchgeführt worden. Die Erklärung der Redispergierung erfolgt im weiteren Verlauf dieses Unterkapitels.

Wird die Hauptfluidgeschwindigkeit bezogen auf den Referenzmesspunkt (0,11 m/s) erhöht, so reduziert sich die Filtrationseffizienz für alle Benetzungskonstellationen. Eine Reduktion der Hauptfluidgeschwindigkeit auf 0,02 m/s führt zu einem signifikanten Anstieg der korrigierten Filtrationseffizienz. Das komplett hydrophile System erreicht eine mittlere korrigierte Filtrationseffizienz von 1,9 Ma% (+ 153 %), das komplett hydrophobe System erreicht 13,7 Ma% (+ 195 %) und im teilhydrophoben System (P-phob / F-phil) werden im Mittel 16,9 Ma% (+ 332 %) der Partikel abgeschieden. Demnach nimmt die korrigierte Filtrationseffizienz unabhängig von der gewählten Benetzungsart mit Abnahme der Fluidgeschwindigkeit zu. Die experimentellen Ergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung mit den Berechnungen der erweiterten numerischen Simulation (*Tab. 4.2*). Einschränkend ist aber zu erwähnen, dass die Simulation nur fünf definierte Partikelgrößen betrachtet. Um einen Nachweis hinsichtlich der Simulationsqualität durchführen zu bekommen, sollte die Simulation mit einer möglichst repräsentativen Anzahl von Partikelgrößenklassen wiederholt werden.

Die Tendenz der Filtrationseffizienz in *Abb. 6.5* kann durch den Zusammenhang zwischen der Hauptfluidgeschwindigkeit und den dominierenden Transportmechanismen sowie den

Durchströmungsbedingungen erklärt werden (siehe *Abb. 2.22*). Durch die reduzierte Strömungsgeschwindigkeit nimmt der Einfluss der Trägheit auf die Abscheidung ab, was die Aufprallwahrscheinlichkeit theoretisch reduziert. Dagegen steigt der Einfluss der Sedimentation deutlich an und die Abscheidung aufgrund des Sperreffektes wird zusätzlich begünstigt. Der Einfluss des Sperreffektes nimmt zu, da die Redispergierungskräfte auf die haftenden Partikel aufgrund abnehmender Widerstandskräfte sinken (siehe *Abb. 6.9*). Weiterhin besitzen die aufprallenden Partikel eine geringere kinetische Energie, sodass die Haftwahrscheinlichkeit entsprechend H_i ansteigt (Gl. 4.8). Die letzten beiden Effekte fördern darüber hinaus das Wachstum von dendritischen Strukturen (Kasper et al. 2010), die wiederum die Filtration der dispersen Phase verbessern. Zusätzlich führt die geringere Filtrationsgeschwindigkeit zu einer längeren Verweildauer der Suspension im Suspensionstank. Da der Rührer nach dem Öffnen von Ventil 01 ausgeschaltet wird, steigt der Anteil der im Suspensionstank aussedimentierten Partikelmasse, was die korrigierte Filtrationseffizienz ebenfalls erhöht.

Während der Versuche mit den niedrigen Fluidgeschwindigkeiten kam es zu deutlichen Partikelfreisetzen im Verlauf des Abscheideprozesses. Kurz nach dem die Flüssig-Gas-Grenzfläche in die Filterhalterung eintauchte, wurde unterhalb der Filterhalterung eine Partikelwolke beobachtet. Es ist zu vermuten, dass es sich dabei um eigentlich abgeschiedene Partikel handelt, die wieder vom Filter abgelöst werden und somit zurück in die kontinuierliche Phase dispergieren. Dieser Vorgang wird im Folgenden als Redispergierung bezeichnet. Die Bedeutung der Sedimentation im Suspensionstank und die der Redispergierung auf die Filtrationseffizienz werden im weiteren Verlauf des Kapitels noch erläutert.

Ein bemerkenswerter Aspekt aus *Abb. 6.5* ist der Unterschied der erreichten Filtrationseffizienz zwischen dem teilhydrophoben und dem vollhydrophoben System für die Hauptfluidgeschwindigkeit von 0,02 m/s. Das teilhydrophobe System erreicht eine höhere Filtrationseffizienz bei gleichzeitig geringerer Standardabweichung. Der Variationskoeffizient, das Verhältnis aus Standardabweichung und Mittelwert, beträgt für das teilhydrophobe System 15 % und für das komplett hydrophobe System 25 %. Der einzige Unterschied zwischen den beiden Systemen ist die Oberfläche des Filters und somit die Affinität für Gasblasen auf dessen Oberfläche. Die Wahrscheinlichkeit, dass sich am

hydrophoben Filter Gasblasen aus dem Fluid anlagern bzw. aus den Rauheiten des Filters entstehen, ist größer als für den hydrophilen Filter. Vermutlich entstehen dabei auch sehr große Blasen, die eine Filtration eher behindern, da sie Strömungskanäle stark reduzieren oder komplett blockieren. Vor allem bei den geringeren Hauptfluidgeschwindigkeiten werden störende Blasen nicht mehr abgerissen, was die Blasenbelegung zu stark erhöht und somit die Abscheidung der Partikel durch die Form, Größe und Stabilität der Blasen negativ beeinflusst.

Für das vollhydrophile System liegt der Variationskoeffizient für die reduzierte Geschwindigkeit bei 12,4 % und besitzt somit den geringsten Wert. Da in diesem Benetzungszustand weder die Partikel noch der Filter zur Interaktion mit den Gasblasen neigen, beschreibt dieser Wert die Schwankungen aufgrund der ungleichmäßigen Filterstruktur, der Haftenergieverteilung und den möglichen zufälligen Fehlern innerhalb der Versuchsdurchführung.

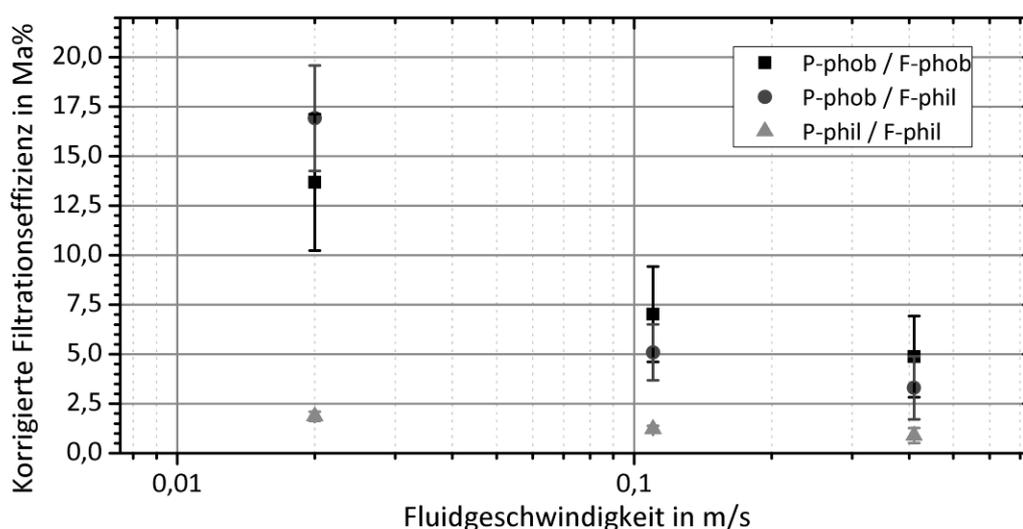


Abb. 6.5: Korrigierte Filtrationseffizienz der 20 ppi Keramikschaumfilter in Abhängigkeit von der Hauptfluidgeschwindigkeit u_L und der Benetzungskonstellation

Die bisherigen Ergebnisse zeigen, dass die Filtrationsergebnisse stark von der Hauptfluidgeschwindigkeit abhängen. Vor allem für geringe Geschwindigkeiten nimmt die korrigierte Filtrationseffizienz deutlich zu. Gleichzeitig steigt aber die Schlackemasse (m_{Sch}) stark an und es kommt zur Redispergierung abgeschiedener Partikel. Für den komplett hydrophoben Benetzungszustand wird der Einfluss der Schlackemasse bzw. der Sedimentations- und Flotationseffekte im Suspensionsbehälter genauer betrachtet. Dafür sind die absolute und die korrigierte Filtrationseffizienz jedes Versuches für vier

verschiedene Hauptfluid-geschwindigkeiten u_L in *Abb. 6.6* vergleichend dargestellt. Für jede Geschwindigkeit wurden mindestens neun Versuche durchgeführt, für geringe Geschwindigkeiten bis zu 30. Je größer die Differenz zwischen der absoluten (e_{abs}) und der korrigierten Filtrationseffizienz (e_{korr}) wird, desto größer ist die verbleibende Partikelmasse im Suspensionsbehälter (m_{sch}) und somit steigt der Einfluss dieses Effektes auf das ermittelte Filtrationsergebnis. Mit abnehmender Hauptfluidgeschwindigkeit steigen die spezifischen Filtrationseffizienzen annähernd linear an, wobei die korrigierte Filtrationseffizienz stärker ansteigt als die absolute. Für die geringste Geschwindigkeit (0,006 m/s) knickt der Anstieg von e_{korr} ab und e_{abs} sinkt sogar unter das Niveau der höheren Geschwindigkeit. Die Ergebnisse in *Abb. 6.6* zeigen somit, dass die absolute Abscheidung am Filter mit abnehmender Geschwindigkeit bis $u_L = 0,02$ m/s zunimmt. Da die korrigierte Filtrationseffizienz stärker ansteigt als die absolute, wird deutlich, dass die geringeren Hauptfluidgeschwindigkeiten die Schlackemasse überproportional erhöhen und somit das Filtrationsergebnis signifikant beeinflussen.

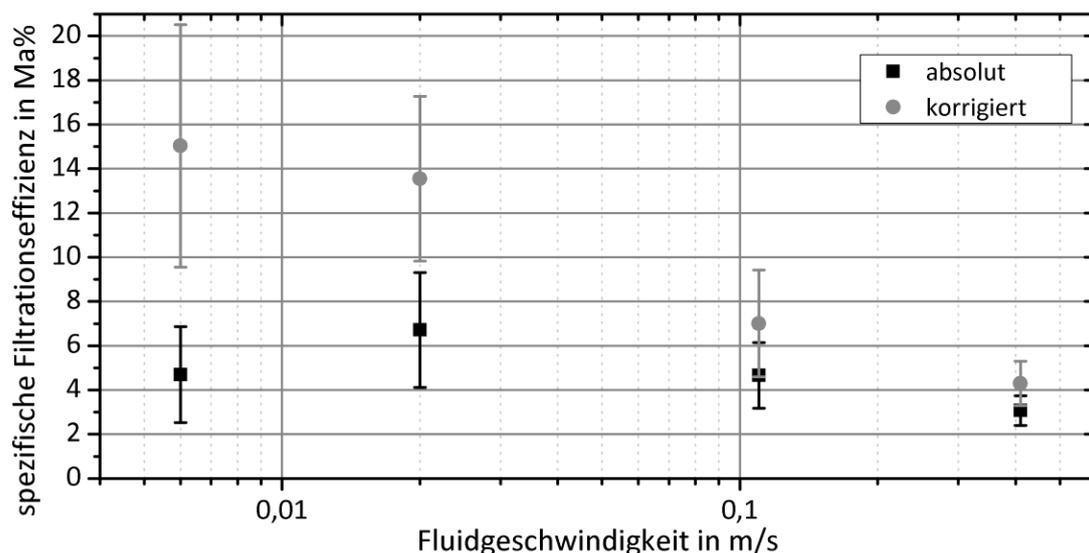


Abb. 6.6: Darstellung der spezifischen Filtrationseffizienzen – Al_2O_3 -F8261 < 200 μm in der Referenzeinstellung für vier verschiedene Hauptfluidgeschwindigkeiten

Dies wird auch durch die höheren Standardabweichungen von e_{korr} signalisiert, siehe *Tab. 6.2*, denn die Sedimentation wird durch die vorhandenen Partikelgrößen bzw. entstehende Agglomerate beeinflusst. Auftretende Flotationseffekte erfordern den Kontakt eines Partikels mit einer hinreichend großen Gasblase. Beide Effekte sind statistische Prozesse, unterliegen einer natürlichen Schwankung und werden durch längere

Prozesszeiten begünstigt. Somit geht mit dem steigenden Schlackeeinfluss ein Anstieg der Standardabweichung der korrigierten Filtrationseffizienz einher.

Tab. 6.2: Ermittelte Standardabweichung eines Messpunktes in Abhängigkeit von der Hauptfluidgeschwindigkeit und der spezifischen Filtrationseffizienz

	u_L	m/s	0,41	0,11	0,02	0,006
Standardabweichung:	e_{abs}	Ma%	0,67	1,48	2,59	2,16
	e_{korr}	Ma%	1,00	2,42	3,72	5,48

Betrachtet man e_{abs} in *Abb. 6.6* fällt auf, dass die erreichte Filtrationseffizienz für die kleinste Hauptfluidgeschwindigkeit wieder abfällt. Während dieser Versuche wurde die bereits erwähnte Redispergierung beobachtet. Kurze Zeit, nachdem die Flüssig-Gas-Grenzfläche in die Filterhalterung eintritt, können unterhalb der Filterhalterung Partikelschwärme beobachtet werden. In *Abb. 6.7* wird versucht, die zu beobachtende Redispergierung durch eine Bilderfolge zu visualisieren. Die Bilderreihenfolge zeigt, wie die Redispergierung beim Durchlauf der Flüssig-Gas-Grenzfläche abläuft. In *Abb. 6.7 a* sieht man das gefüllte Strömungsrohr unterhalb der Filterhalterung während der Filtration. In *Abb. 6.7 b* ist der Beginn der Redispergierung festgehalten. Zuerst treten wenige größere Partikel aus dem Filter, wobei nicht zwischen Primärpartikeln und Agglomeraten unterschieden werden kann. Die Größe der austretenden Partikel kann auch nicht bestimmt werden. Im weiteren Prozessverlauf, *Abb. 6.7 c*, tritt eine Wolke feiner Partikel aus dem Filter aus, was mit einer lawinenartigen Ablösung erklärbar ist, was den Ergebnissen von Kiss et al. (Kiss et al. 2001) entspricht.

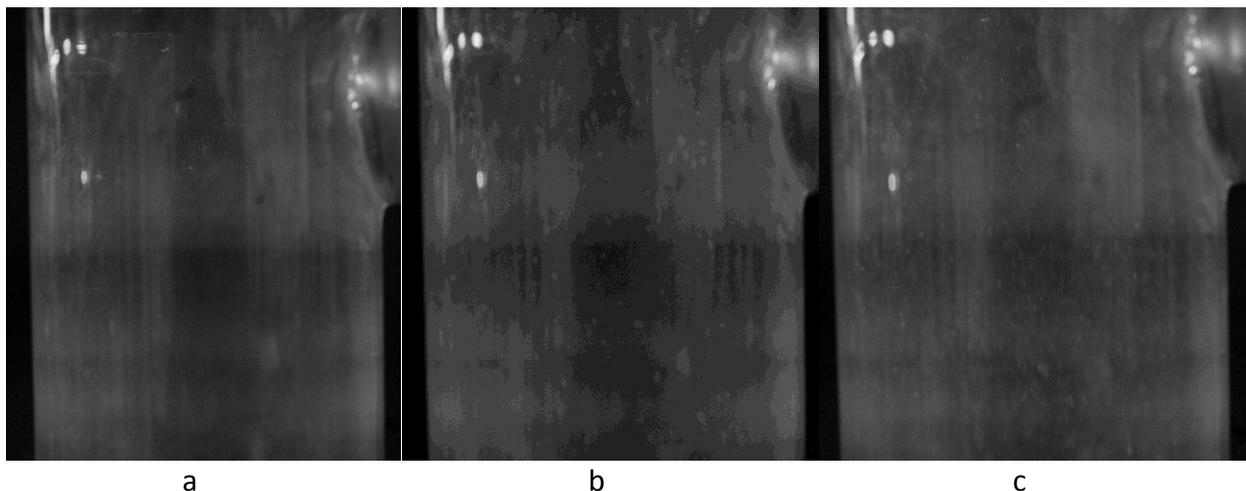


Abb. 6.7: Ablösung von Partikeln aus dem keramischen Schaumfilter beginnend mit dem Kontakt der Flüssig-Gas-Grenzfläche und der Filteroberfläche in chronologischer Reihenfolge; $u_L=0,006$ m/s, Al_2O_3 -F8261 Partikel < 200 μm , hydrophober Filter

Die Übertragung der Ergebnisse aus *Abb. 6.5* und *Abb. 6.6* in das Realsystem lassen die Schlussfolgerung zu, dass geringere Fluidgeschwindigkeiten zu höheren Reinheiten der fluiden Phase führen. Die Ursache dafür sind zum einen der Wechsel der dominanten Abscheidemechanismen und zum anderen, was als bedeutender erachtet wird, die sich verändernden Strukturen der abgeschiedenen Partikel. Da die Widerstandskraft, welche das Fluid auf abgeschiedene Partikel ausübt, stark von der Anströmgeschwindigkeit abhängt (siehe *Abb. 6.9*), können dendritische Ablagerungen vor allem bei geringen Fluidgeschwindigkeiten entstehen. Diese vergrößern die Abscheidefläche, was die Filtration zusätzlich verbessert. Darüber hinaus führen die reduzierten Fließgeschwindigkeiten zum Anstieg der Sedimentationseffekte (Flotationseffekte im Falle der Stahlschmelze) innerhalb des Suspensionstanks (Schmelzofens), was die Belastung der Filter reduziert und somit bereits zur Klärung der kontinuierlichen Phase beiträgt.

Anhand der Fotos in *Abb. 6.7* wird vermutet, dass die dendritischen Ablagerungen sehr anfällig gegen Druckschwankungen sind und sehr sensibel auf die Drainage der Flüssigkeit aus dem Filter reagieren. Im Falle der Metallschmelzefiltration könnten Sintereffekte die dendritischen Ablagerungen stabilisieren und somit eine Ablösung verhindern, was aber in-situ noch nicht nachgewiesen werden konnte. EMMEL (Emmel 2014) konnte dendritische Strukturen in Analysen von REM-Bildern an ausgekühlten Filtern nachweisen, jedoch ist deren Entstehungshistorie bzw. -zeitpunkt nicht eindeutig nachweisbar. Im entwickelten Modellsystem ist die Redispergierung deutlich zu beobachten und es wird deswegen versucht, die wirkenden Effekte im weiteren Verlauf genauer zu erklären.

6.3 Redispergierungseffekte in keramischen Schaumfiltern

Anhand von *Abb. 6.7* wird gezeigt, wie die Redispergierung während eines Versuches mit der geringsten Hauptfluidgeschwindigkeit (0,006 m/s) abläuft. Für den Referenzmesspunkt konnte keine Redispergierung nachgewiesen werden, wohingegen bei der geringsten Hauptfluidgeschwindigkeit sowohl deutliche Mengen großer als auch feiner Partikel zu beobachten waren. Ohne das innerhalb der Arbeit durch Bilder belegen zu können, konnte während der Experimente subjektiv beobachtet werden, dass die redispergierte Masse mit abnehmender Geschwindigkeit zunimmt. Um die Redispergierung theoretisch zu beleuchten, sind in *Abb. 6.8* die vermuteten Abläufe schematisch dargestellt. Die 2D Skizzen zeigen einen

vertikalen Ausschnitt eines keramischen Schaumfilters während die Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche durch den Filter strömt. Die Hauptursache für die Destabilisierung der abgeschiedenen Partikel wird durch das Ausströmen (Drainage) der wässrigen Phase vermutet. Wenn die Wasser-Gas-Grenzfläche die ersten Partikelablagerungen berührt, ändert sich sowohl die Haftkraft zwischen den festen Phasen als auch die Stabilisierung der Ablagerungen durch Gaskapillaren. Denn nach der Drainage des Wassers werden Gaskapillaren mit hoher Wahrscheinlichkeit kollabieren. Im gleichen Moment ändert sich die Auftriebskraft auf die abgeschiedenen Partikel, da sich die Dichtedifferenz zwischen Partikel und kontinuierlicher Phase von $\approx 2,9 \text{ g/cm}^3$ (Al_2O_3 -Wasser) auf $\approx 3,9 \text{ g/cm}^3$ (Al_2O_3 -Luft) deutlich erhöht. Somit lösen sich zuerst die großen Ablagerungen mit großem Aufprallwinkel α , wie in *Abb. 6.8 a* dargestellt. Die redispergierten Partikel strömen als Agglomerate durch den Filter und können zum einen stromabwärts folgende dendritische Ablagerungen destabilisieren und zum anderen durch die Kollisionen mit einer Kollektoroberfläche auch mehrlagige Ablagerungen mobilisieren, siehe *Abb. 6.8 b*. Die redispergierten Partikel sinken entsprechend ihrer Sedimentationsgeschwindigkeit schneller als das Fluid aus dem Filter. Deswegen werden zuerst große Partikel (oder Agglomerate) beobachtet und dann die feineren Partikelwolken. Der Effekt der Redispergierung kann zusätzlich durch sprunghafte Schwankungen der Strömungsgeschwindigkeit erfolgen, zum Beispiel während des Schließvorgangs eines Ventils der Versuchsanlage. Die durch den Verschlussvorgang bewirkte Druckwelle erzeugt eine stoßartige Geschwindigkeitsspitze im Filter. Die daraus resultierenden temporären Anstiege der Widerstandskraft und des dynamischen Auftriebes können zur Ablösung abgeschiedener Partikel führen. Dass dieser Effekt in der Kleinanlage auftritt, konnte bei Versuchen beobachtet werden, bei denen das Schließen von Ventil V01 noch ohne ein Drosselventil erfolgte. Deswegen wurde die Versuchsdurchführung so angepasst, dass die Quetschventile V01 und V02 gedrosselt geöffnet und geschlossen werden.

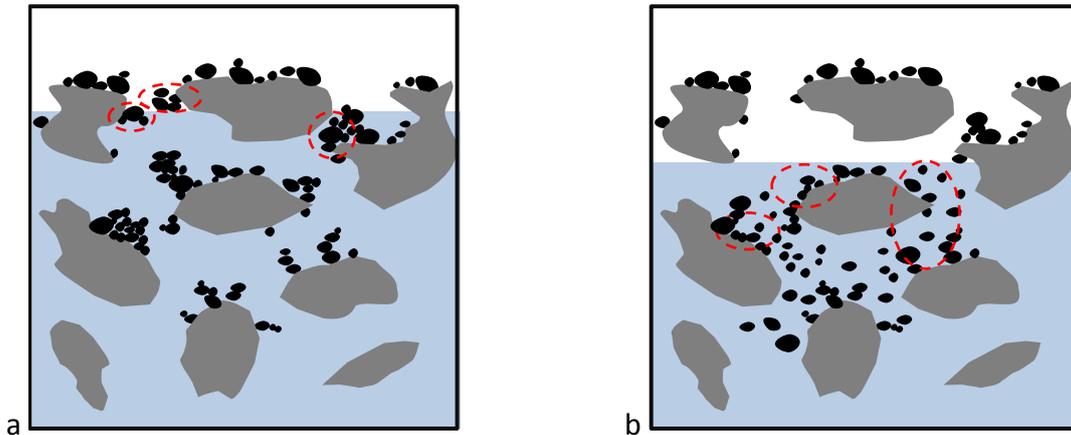


Abb. 6.8: Modellvorstellung der Partikelredispergierung aus einem keramischen Schaumfilter bei der Entwässerung der Filterstruktur: a) Eintritt der Flüssigkeits-Gas-Grenzfläche in den Tiefenfilter und Markierung instabiler Anlagerungen, b) Redispergierung abgeschiedener Partikel und Destabilisierung stromabwärts gelegener Partikelstrukturen

Um die Redispergierung abgeschiedener Partikel mathematisch beschreiben zu können wird die Redispergierungskraft F_{red} eingeführt. Die Redispergierungskraft wird nach Gl. 6.2 berechnet und setzt sich aus der Widerstandskraft und der Gewichtskraft zusammen. Somit berücksichtigt F_{red} nur kontinuierliche Prozessgrößen und vernachlässigt temporäre Druck- oder Geschwindigkeitsschwankungen sowie einen Wechsel der kontinuierlichen Phase. Ziel dieses vereinfachten Ansatzes ist die Stabilität der abgeschiedenen Partikel während der Filtration zu beschreiben und somit die Bedeutung der Redispergierung auf den Prozess abschätzen zu können.

$$F_{\text{red}} = F_{\text{W}}(u_{\text{F}}) + F_{\text{G}} \quad \text{Gl. 6.2}$$

In Abb. 6.9 wird F_{red} für variable Partikeldurchmesser und Fluidgeschwindigkeiten mit definierten Eintrittswahrscheinlichkeiten der gemessenen Haftkraft vergleichend dargestellt. Unter der Annahme, dass der Aufprallwinkel $\alpha = 90^\circ$ beträgt (siehe Abb. 2.24), wird die Widerstandskraft in Gl. 6.2 mit der mittleren Durchströmungsgeschwindigkeit des Filters u_{F} berechnet. Die mittlere Durchströmungsgeschwindigkeit im Filter wird anhand der getesteten Hauptfluidgeschwindigkeit (Gl. 6.1) und der mittleren Filterporosität $\varepsilon = 0,85$ nach Gl. 6.3 ermittelt.

$$u_{\text{F}} = \frac{u_{\text{L}}}{\varepsilon} \quad \text{Gl. 6.3}$$

Die effektive Gewichtskraft wird unter Verwendung der Gl. 2.35 für Wasser als fluide Phase berechnet. Die daraus berechnete Redispergierungskraft beschreibt die redispergierende

Kraft, die auf ein Partikel wirkt, welches in der Mitte einer durchströmten Pore haftet. Aufgrund dieser Position kann der dynamische Auftrieb für die Berechnung der ablösenden Kräfte vernachlässigt werden. Die errechnete Kraft steigt exponentiell mit zunehmender Partikelgröße an, was aufgrund der logarithmischen Darstellung der y-Achse in *Abb. 6.9* einer Wurzelfunktion ähnelt. Um die Relevanz der ablösenden Kräfte zu visualisieren, wird in *Abb. 6.9* der Bereich der gemessenen Haftkraftwerte zwischen einem Partikel und einem Filter für das komplett hydrophobe System dargestellt (F_{adh}). Die beiden Haftkraftkurven entsprechen jeweils einer definierten Wahrscheinlichkeit P (1% bzw. 99%), dass die im Kontaktfall wirkende Haftkraft größer ist als der dargestellte Kurvenwert. Demzufolge übersteigen die ablösenden Kräfte die Haftkraft für jede überprüfte Partikelgröße bei der Hauptfluidgeschwindigkeit $u_L = 0,41$ m/s. Wird der Versuch mit $u_L = 0,11$ m/s durchgeführt, so ist die Wahrscheinlichkeit, dass die eintretenden Haftkräfte F_{red} übersteigen $> 1\%$. Anhand *Abb. 6.9* wird deutlich, dass Partikel in der getesteten Extremposition ($\alpha = 90^\circ$; in der Mitte der Pore) nur haften, wenn u_L klein und die wirkende Haftenergie groß ist. Die Wahrscheinlichkeit, dass sich Partikel mit großem Aufprallwinkel anlagern und dendritische Partikelstrukturen ausgebildet werden, sinkt demzufolge drastisch mit steigendem u_L . Deswegen wurde die Redispergierung nur in den Versuchen mit geringer Hauptfluidgeschwindigkeit beobachtet.

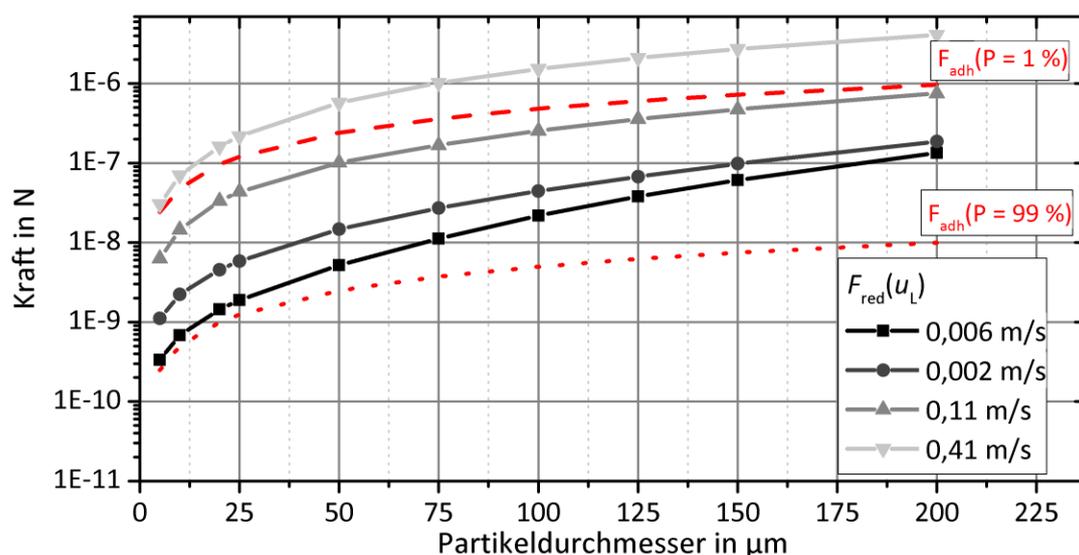


Abb. 6.9: Redispergierungskraft auf sphärische Partikel mit einem Aufprallwinkel $\alpha = 90^\circ$ in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser: Mit ansteigender Hauptfluidgeschwindigkeit u_L steigen die ablösenden Kräfte deutlich an. Für $u_L = 0,41$ m/s liegt die Redispergierungskraft oberhalb der erreichbaren Haftkraft die mit 1 % Wahrscheinlichkeit (P) erreicht wird, was eine Haftung der Partikel fast ausschließt

Um die Redispergierung in der Kleinanlage messtechnisch zu erfassen, wurde die Versuchsdurchführung auf die in Kapitel 3.5.1 beschriebenen Version angepasst. Der Versuch wird gestoppt, bevor die Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche in den Filter eintritt. Die Suspension, die noch im Filter steht, wird im Behälter 1 aufgefangen und der Feststoffgehalt des Suspensionsvolumens über die komplette Verdampfung der Flüssigkeit ermittelt. Damit die redispergierte Feststoffmasse bestimmt werden kann, werden Blindwerte aufgenommen, mit denen der reale Feststoffgehalt der Suspension zu diesem Prozesszeitpunkt ermittelt wird, ohne dass ein Filter eingebaut war. Das genaue Vorgehen ist in Kapitel 3.5.1 erläutert.

Aufbauend auf den theoretischen Erkenntnissen wurden Versuche mit drei verschiedenen Partikelgrößenverteilungen für drei Fluidgeschwindigkeiten durchgeführt. Alle Versuche wurden mit dem komplett hydrophoben System umgesetzt und jedem Messpunkt liegen mindestens sechs Messpunkte zu Grunde.

Um den Einfluss der Redispergierung beziffern zu können, werden für jeden Versuch die absolute, die korrigierte und die effektive Filtrationseffizienz (e_{eff}) ermittelt. Der Unterschied zwischen absoluter (e_a) und korrigierter Filtrationseffizienz (e_k) liegt in der Berücksichtigung der Schlackemasse. Die Differenz zwischen der korrigierten und der effektiven Filtrationseffizienz beschreibt den Einfluss der Partikelredispergierung. Je größer die Differenz der beiden Effizienzen ist, desto mehr Partikel lösen sich aus dem Filter, wenn die Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche in den Filter eintritt. *Abb. 6.10* zeigt die ermittelten Filtrationseffizienzen für die Aluminiumoxidpartikel $< 200 \mu\text{m}$. Bei der Fluidgeschwindigkeit $u_L = 0,11 \text{ m/s}$ liegen alle drei Werte übereinander, sodass keine Redispergierung festgestellt werden kann. Wird u_L reduziert, steigt die effektive Filtrationseffizienz überproportional an und belegt damit die Signifikanz der Partikelablösung für das Filtrationsergebnis. Die Filtrationseffizienz mit Berücksichtigung der Redispergierung erreicht im Mittel 26 Ma% und entspricht dem Sechsfachen von e_k . Für die geringste getestete Geschwindigkeit ($u_L = 0,006 \text{ m/s}$) steigt die effektive Filtrationseffizienz im Mittel auf 46 Ma%, was dem Fünffachen von e_k entspricht. Dass der Einfluss der Redispergierung mit weiter abnehmender Fluidgeschwindigkeit scheinbar sinkt, ist den Schwankungen der Messergebnisse geschuldet, die mit geringeren Geschwindigkeiten zunehmen. Die Ergebnisse in *Abb. 6.10* zeigen, dass die Redispergierung im entworfenen Modellsystem

auftritt und ermöglichen die Bedeutung dieses Prozesses einzuschätzen. Es wird deutlich, dass durch den Eintritt bzw. das Absinken der Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche bedeutende Anteile der abgeschiedenen Partikel vom Filter abgelöst werden und somit mittels einer Massebilanz über den keramischen Schaumfilter nicht zu erfassen sind. Wird die Redispergierung mit berücksichtigt, so steigt die erreichte Filtrationseffizienz um bis zu 600 %.

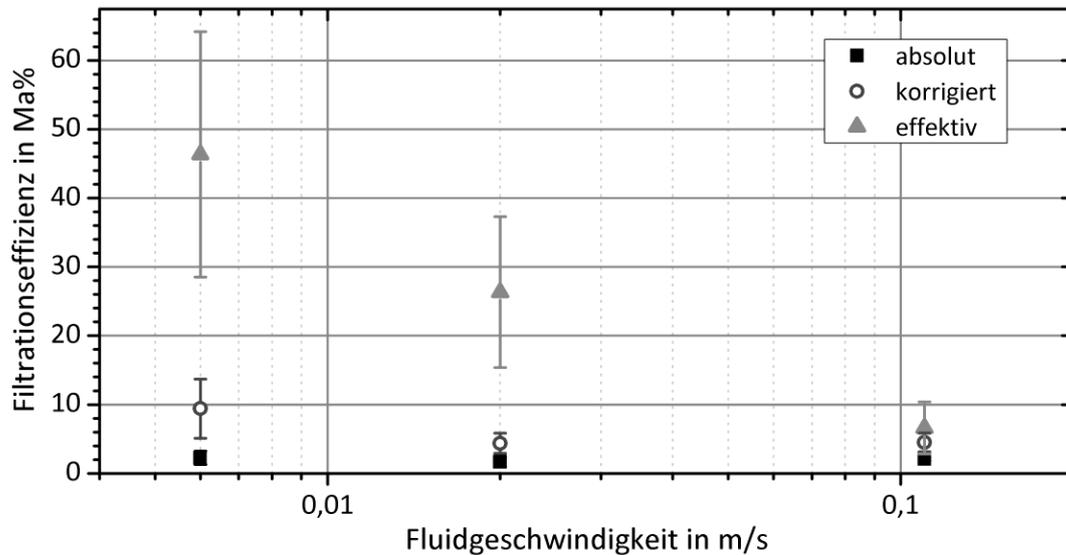


Abb. 6.10: Spezifische Filtrationseffizienzen für Al_2O_3 -F8261 < 200 μm in Abhängigkeit von der Hauptfluidgeschwindigkeit

Die Partikelgröße ist entscheidend für den Transportweg des Partikels und auch für dessen Haftwahrscheinlichkeit am Kollektor. Durch zwei Versuchsreihen mit engeren Partikelgrößenverteilungen wird untersucht, inwiefern die Menge der redispergierenden Partikel von der Größe des eingesetzten Feststoffes abhängt.

In Abb. 6.11 sind die Ergebnisse für Partikel < 20 μm und ein Partikelband > 100 μm dargestellt. Für $u_L = 0,11$ m/s ist der Unterschied zwischen der korrigierten Filtrationseffizienz (e_k) und der Filtrationseffizienz mit Redispergierung (e_{eff}) nicht signifikant. Für kleinere u_L nimmt der Einfluss der Redispergierung für beide Partikelgrößenverteilungen deutlich zu, sodass die Filtrationseffizienz mit Redispergierung ein Vielfaches von e_k erreicht. Für das gröbere Partikelband erreicht e_{eff} im Mittel das 7,4-fache von e_k und für das feinere Partikelband ist e_{eff} im Mittel viermal so groß wie e_k .

Ein besonderer Verlauf der Filtrationseffizienz ist für die Partikel > 100 μm (Abb. 6.11 b) zwischen $u_L = 0,11$ m/s und $u_L = 0,02$ m/s zu erkennen. Die absolute und die korrigierte Filtrationseffizienz nehmen ab, wohingegen e_{eff} deutlich zunimmt. Vermutlich ist die

schlechtere Haftung der Partikel am Filter aufgrund der steigenden Masse der Partikel eine Ursache für diesen Verlauf. Dies wird noch verstärkt, wenn die Partikel nicht mehr von Wasser umgeben sind und die Haftkräfte aufgrund von Gaskapillaren in der wässrigen Phase zusammenbrechen. Somit verlieren viele der abgeschiedenen Partikel ihre Haftung am Kollektor, wenn die Suspension in Behälter 1 entleert wird (die Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche durch den Filter sinkt) und deswegen sinkt e_a . Da die detektierte Schlackemasse trotz reduzierter Hauptfluidgeschwindigkeit annähernd konstant bleibt, sinkt auch e_k . Wird die Fluidgeschwindigkeit weiter reduziert, sinken e_a sowie e_k weiter, wohingegen e_{eff} konstant bleibt. Vermutlich führt die reduzierte Fluidgeschwindigkeit auch dazu, dass die Partikel an anderen Orten am Kollektor abgeschieden werden, was sich auch auf die Wahrscheinlichkeit der Redispergierung auswirkt.

Zusätzlich zeigen die Ergebnisse in *Abb. 6.11 a* und *b*, dass die großen Partikel eher aus der kontinuierlichen Phase abgeschieden werden als die feineren Partikel. Für die Partikel $< 20 \mu\text{m}$ können bei $u_L = 0,006 \text{ m/s}$ im Mittel 22 Ma% abgeschieden werden. Bei den Partikeln $> 100 \mu\text{m}$ wird eine mittlere effektive Filtrationseffizienz von 68 Ma% erreicht.

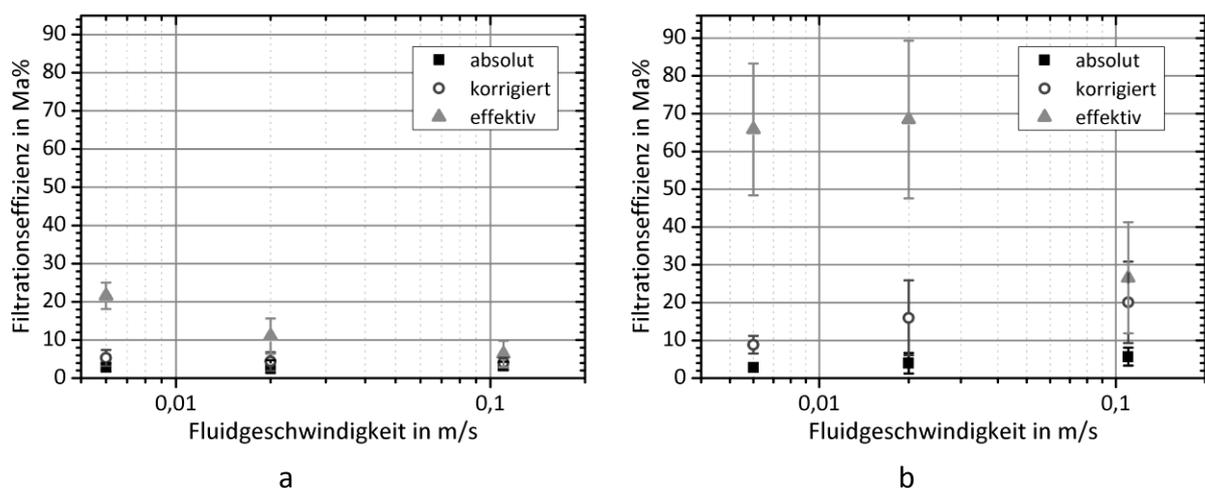


Abb. 6.11: Spezifische Filtrationseffizienzen in Abhängigkeit von der Hauptfluidgeschwindigkeit: a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-F8261} < 20 \mu\text{m}$; b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-F8261} > 100 \mu\text{m}$

Die Ergebnisse bestätigen somit die bereits formulierte Annahme, dass größere Partikel besser abgeschieden werden können. Allerdings zeigen die Ergebnisse auch, dass die größeren Partikel bzw. Agglomerate im Modellsystem eher zur Redispergierung neigen. Anhand der im Modellsystem gewonnen Erkenntnisse gilt für die Anwendung in der Metallschmelzefiltration die Empfehlung, die entstehenden Primärpartikel in Agglomerate zu überführen. Um das zu erreichen, müsste der Homogenisierungsschritt so optimiert werden,

dass die Kombination aus Rühren, Halten und Läuterung durch Gasblasenzugabe Turbulenzen erzeugt, die die Kollisionswahrscheinlichkeit der Primärpartikel erhöht. Die entstehenden Agglomerate erhöhen die Einflüsse der Schwerkraft sowie der Flotation. Zusätzlich steigt die Aufprallwahrscheinlichkeit der Partikel am Filter und durch die möglichen Sintereffekte im Realsystem werden die Partikel irreversibel abgeschieden.

6.4 Einfluss der relativen Dichte auf die Filtrationseffizienz im komplett hydrophoben System

Um das Modellsystem besser an die reale Metallschmelzefiltration anzupassen, wurde intensiv nach einer weiteren dispersen Phase gesucht, die das Dichteverhältnis zwischen disperser und kontinuierlicher Phase näher an das Realsystem heranzuführt. Als geeignete Optionen bieten sich Polystyrol ($\rho = 1,02 \text{ g/cm}^3$) und PTFE ($\rho = 2,1 \text{ g/cm}^3$) an. Beide Materialien sind spezifisch leichter als Aluminiumoxid und zeichnen sich durch eine hydrophobe Oberfläche aus. Es konnte jedoch kein Lieferant gefunden werden, der eine Fraktion $< 200 \mu\text{m}$ im Angebot hatte. Mithilfe einer Cryomill MM 200 der Firma Retsch wurde deswegen ein Verfahren entwickelt, um geeignetes Pulver herzustellen (siehe Kapitel 3.1.2).

Tastversuche in der Kleinanlage mit Polystyrol-Pulver (PS) führten zu der Erkenntnis, dass PS ohne eine gezielte Entgasung der Suspension nicht für die Filtrationstests geeignet ist. Der Hauptanteil der Polystyrolpartikel flotierte kurz nach der Zugabe in die Suspension an die Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche, sodass am Filter kaum Abscheidung gemessen werden konnte. Die Tastversuche mit PTFE zeigten ein besseres Dispergierverhalten und aussagekräftige Abscheideergebnisse.

Um eine Vergleichbarkeit mit den Aluminiumoxid-Versuchen zu erreichen, wurde die Feststoffvolumenkonzentration in der Suspension konstant gehalten. Ein konstantes Massenverhältnis hätte dazu geführt, dass der Volumenanteil der dispersen Phasen in den PTFE-Versuchen wesentlich höher gewesen wäre als für die Al_2O_3 -Experimente. Der erhöhte Volumenanteil würde die Kontaktwahrscheinlichkeit zwischen den Partikeln erhöhen und die Ähnlichkeit der beiden Feststoffsysteme reduzieren. Innerhalb der PTFE-Messreihe wurde jeder Messpunkt mindestens dreimal wiederholt.

In Abb. 6.12 sind die drei eingeführten spezifischen Filtrationseffizienzen für das PTFE-Pulver $< 200 \mu\text{m}$ dargestellt. Für die Fluidgeschwindigkeiten $u_L = 0,41 \text{ m/s}$ und $u_L = 0,11 \text{ m/s}$ überlagern sich die Ergebnisse der spezifischen Effizienzen. Somit besitzen Sedimentations- und Flotationseffekte im Suspensionstank sowie die Redispergierung am Filter für diese Geschwindigkeiten keinen signifikanten Einfluss auf das Filtrationsergebnis. Wird die Hauptfluidgeschwindigkeit weiter reduziert, sinken e_{abs} und e_k ab, wohingegen e_{eff} deutlich ansteigt. Die Ursache dieses gegenläufigen Verlaufes wird in der starken Redispergierung der abgeschiedenen Partikel vermutet. Mit geringerer Fluidgeschwindigkeit steigt die Abscheidung der PTFE-Partikel und aufgrund der geringen Dichte des PTFE können sich vermehrt dreidimensionale zusammenhängende Ablagerungen bilden. Offensichtlich sind die resultierenden Partikelstrukturen aber sehr anfällig für die Redispergierung, während die Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche in den Filter eindringt. Die ausgeprägte Partikelstruktur wird nur lokal destabilisiert, führt aber zur Redispergierung großer zusammenhängender, teilweise stabil abgeschiedener Partikelablagerungen. Dadurch nimmt die am Filter detektierbare Partikelmasse, entgegen der zu erwartenden ansteigenden Tendenz, ab.

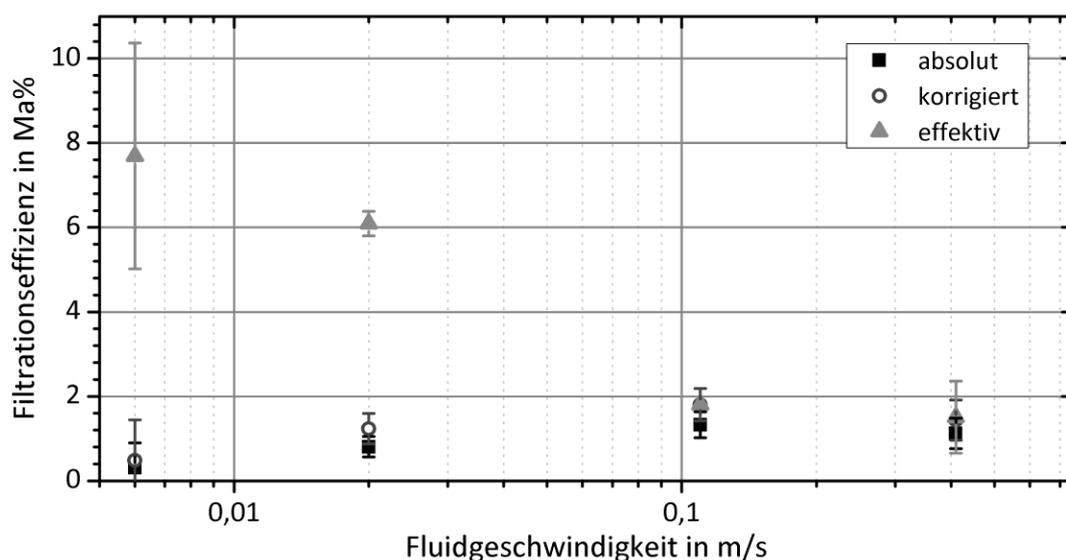


Abb. 6.12: Spezifische Filtrationseffizienzen des PTFE Pulvers $< 200 \mu\text{m}$ für vier Hauptfluidgeschwindigkeiten mit den definierten Referenzmesspunktbedingungen

Die Ergebnisse von Abb. 6.12 zeigen, dass auch die PTFE-Partikel bei geringen Fluidgeschwindigkeiten zur Redispergierung neigen. Die effektive Filtrationseffizienz erreicht für die geringste Geschwindigkeit im Mittel das 15-fache der korrigierten Filtrationseffizienz. Demzufolge ist der Einfluss der Redispergierung für die PTFE-Partikel noch höher als für die Aluminiumoxidpartikel (siehe Abb. 6.10). Die Schwerkraft und die Haftung können als

Ursache für die höhere Redispergierungsneigung ausgeschlossen werden, da PTFE-Partikel einen wesentlich geringeren Schwerkrafteinfluss erfahren als die Al_2O_3 -Partikel. Darüber hinaus wird angenommen, dass die Haftkräfte (Haftenergien) für beide Partikelsysteme annähernd gleich sind, da sich die Oberflächen des Al_2O_3 -F8261 und des PTFE chemisch sehr ähnlich sind. Dies wird auch durch die Kontaktwinkelergebnisse in Kapitel 3.1 bestätigt.

Die Ursache für den großen Einfluss der Redispergierung wird in den destabilisierenden Vorgängen während des Durchlaufens der Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche durch den Filter vermutet. Entweder verursacht die Drainage der kontinuierlichen Phase die Ablösung der Partikel oder es kommt zu benetzungsbedingten Kräften, die zur Redispergierung der abgeschiedenen Partikel führen. Leider konnte im Rahmen dieser Arbeit die letztere Hypothese nicht geklärt werden. Hierfür sollten im weiteren Verlauf des Sonderforschungsbereichs 920 detaillierte Untersuchungen durchgeführt werden.

In *Abb. 6.13* werden die effektiven Filtrationseffizienzen für beide Partikelsysteme vergleichend dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass e_{eff} für die hydrophoben Al_2O_3 -Partikel immer größer ist als für die PTFE-Partikel. Der Unterschied der effektiven Filtrationseffizienz zwischen den beiden Partikelsystemen steigt mit kleiner werdender Hauptfluidgeschwindigkeit überproportional an. Eine Ursache dafür ist vermutlich die Dichte der dispersen Phase. Der Einfluss der Sedimentation und der Trägheit steigt proportional mit der Dichtedifferenz zwischen disperser und kontinuierlicher Phase an, sodass Aluminiumoxid entsprechend besser abgeschieden werden kann. Zusätzlich wird vermutet, dass die unterschiedlichen E-Module und die Rauheit des jeweiligen Partikelsystems weitere relevante Einflussparameter für die erreichte Abscheidung sind. Die harten und scharfen Kanten der Al_2O_3 -Partikel könnten gegenüber den weichen und eher runden PTFE-Partikeln zu höheren Reibungsbeiwerten zwischen den Feststoffoberflächen führen, sodass mehrlagige und dreidimensionale Abscheidemorphologien gefördert werden.

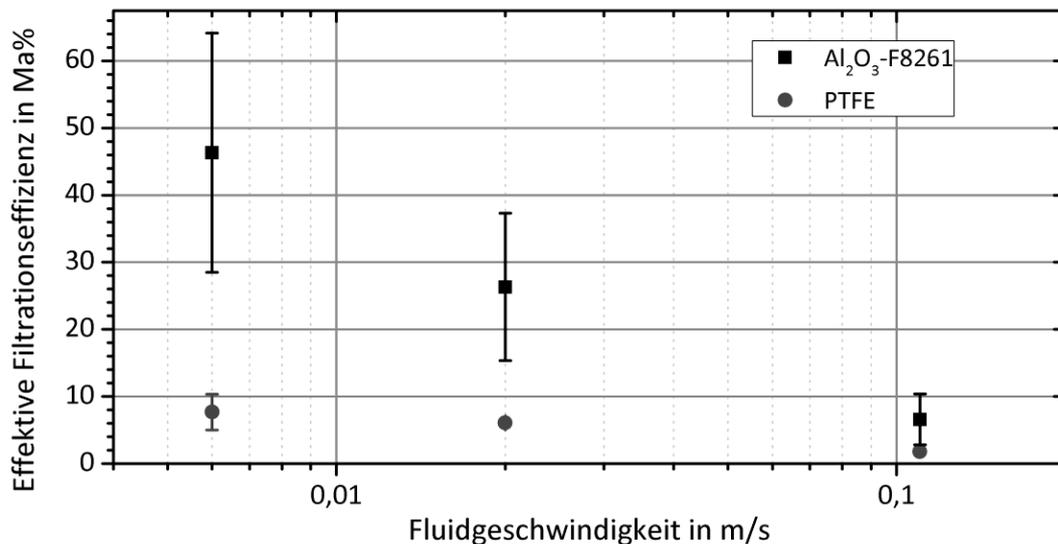


Abb. 6.13: Effektive Filtrationseffizienz in Abhängigkeit von der Fluidgeschwindigkeit zweier Feststoffdichten für Partikel < 200 µm

Die Ergebnisse nach Abb. 6.12 und Abb. 6.13 zeigen den großen Einfluss der Dichte auf die Ergebnisse der Filtrationseffizienz. Sie zeigen auch, wie komplex die Zusammenhänge in der Filtration sein können.

Bezüglich des Dichteinflusses auf die Filtrationseffizienz zeigen der Einzelkollektor und die Kleinanlage deutliche Unterschiede. Im Einzelkollektoraufbau wurde das PTFE wesentlich besser abgeschieden als die vergleichbare Al₂O₃-F8261-Partikelfraktion. Die Ursache für diese deutliche Diskrepanz liegt in der Wirkungsrichtung der Sedimentation. Im Einzelkollektoraufbau wirkt die Sedimentation senkrecht zur Strömungsrichtung. Somit werden sich, trotz des intensiven Rührens der Suspension, die großen Partikel und Agglomerate des Aluminiumoxids am Boden des Suspensionsbehälters ansammeln und somit nicht mehr zur Abscheidung am Kollektor zur Verfügung stehen. Für das PTFE-Pulver ist dieser Einfluss um ein vielfaches geringer. In der Kleinanlage wirkt die Sedimentation in Strömungsrichtung. Somit wird die Abscheidung der spezifisch schwereren Partikel zusätzlich begünstigt.

Für zukünftige Untersuchungen ist es somit notwendig, das Dichteverhältnis zwischen fluiden und disperser Phase im Modellsystem möglichst nahe an die Verhältnisse in der Metallschmelzefiltration anzunähern. Polystyrol ist dafür das aussichtsreichste Partikelsystem, da es eine geringe Dichte hat und eine eher hydrophobe Oberfläche besitzt. Für dessen Anwendung muss die Gassättigung der Flüssigkeit aber auch in der Kleinanlage einstellbar sein. Die Verwendung im Einzelkollektor wurde bereits mittels Tastversuchen überprüft und führte zu guten Ergebnissen.

6.5 Vergleich der numerisch modellierten und der experimentell ermittelten

Filtrationseffizienz

Die detaillierten experimentellen Ergebnisse ermöglichen es nun, die Qualität des in Kapitel 0 beschriebenen Modells zu bewerten. Durch den Vergleich der erreichten Ergebnisse können Defizite des numerischen Ansatzes erkannt werden, was die zukünftige Optimierung des Simulationscodes ermöglichen soll.

In *Abb. 6.14* wird das Ergebnis der erweiterten numerischen Simulation der effektiven Filtrationseffizienz für das komplett hydrophobe Aluminiumoxid-System gegenüber gestellt. Die experimentell ermittelte Filtrationseffizienz ist für alle vier getesteten Hauptfluidgeschwindigkeiten größer als das Ergebnis der erweiterten numerischen Simulation. Mit abnehmender Fluidgeschwindigkeit erhöht sich der Unterschied. Die Tendenzen der beiden Verläufe entsprechen einander bis auf die geringste Fluidgeschwindigkeit relativ gut. Hier zeigt die numerische Simulation einen Abfall der Filtrationseffizienz. Die numerische Simulation, welche die Grundlage für die Modellbildung in Kapitel 0 bildet, berücksichtigt nämlich den Einfluss von Partikelablagerungen auf den Filtrationsprozess nicht. Demzufolge kann die Simulation auch nicht den Zuwachs der verfügbaren Abscheidefläche in Folge der abgeschiedenen Partikel berücksichtigen, welche die Filtrationseffizienz steigern kann.

Ein weiterer Unterschied zwischen dem Experiment und der numerischen Simulation besteht in der Agglomeration der dispersen Phase. Im Rahmen der numerischen Simulation werden Wechselwirkungen der Partikel miteinander und somit auch eine Agglomeration nicht berücksichtigt. Zusätzlich betrachtet die Simulation nur eine begrenzte Anzahl von

Partikelgrößen. Beide Einschränkungen vergrößern den Unterschied zwischen der numerischen Simulation und den experimentellen Ergebnissen.

Neben den bereits erwähnten Abweichungen zwischen der erweiterten numerischen Simulation und dem Experiment ist die Anzahl der möglichen Kontaktereignisse als ein gravierender Unterschied zu nennen.

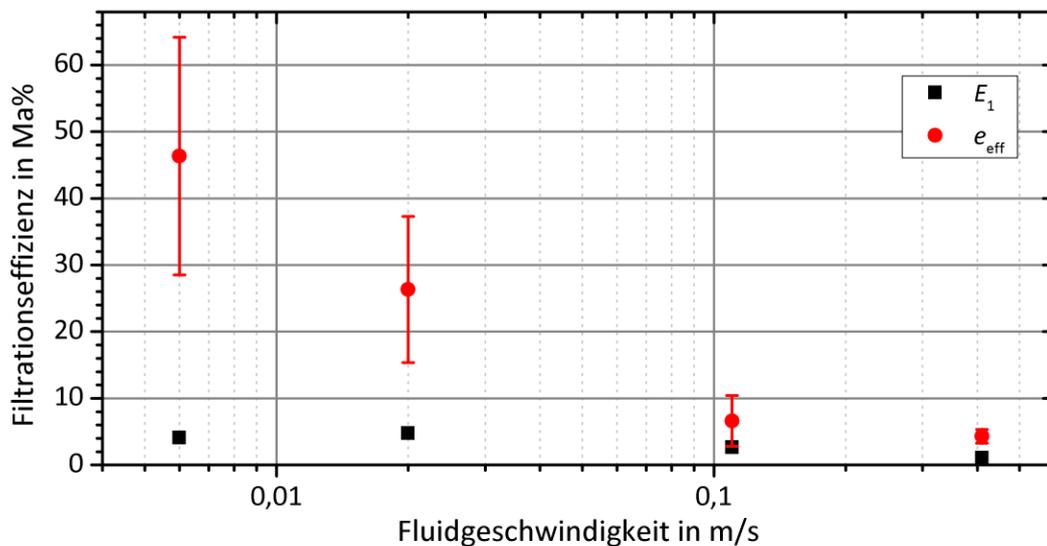


Abb. 6.14: Darstellung der effektiven Filtrationseffizienz für die Al_2O_3 -F8261-Fraktion $< 200 \mu m$ und der Gesamtfiltrationseffizienz aus der erweiterten numerischen Simulation (E_1) aus Kapitel 0

Die numerische Simulation basiert auf der Umströmung eines einzelnen zylindrischen Kollektors. Ein keramischer Schaumfilter besitzt aber auch eine vertikale Ausdehnung, was dazu führt, dass die dispergierten Partikel mehrere Kollektoren umströmen können. Das beeinflusst zum einen das ausgeprägte Strömungsbild und somit die Bewegung der Partikel. Zum anderen erhöht es aber auch die Kontaktwahrscheinlichkeit, weil die Partikel vor jedem Kollektor eine andere Geschwindigkeit besitzen und den Kollektor anders anströmen. Für eine realistische Abschätzung der vertikal aufeinanderfolgenden Stege in einem 20 ppi Filter wurden am Institut für Keramik, Glas und Baustofftechnik Computertomographie (CT)-Untersuchungen durchgeführt. Durch die zerstörungsfreie Untersuchung eines Filters kann die innere Struktur grafisch dargestellt werden. Abb. 6.15 zeigt drei CT-Aufnahmen eines 20 ppi Keramikschaumfilters. Jedes Bild entspricht einem Schnitt des Filters in der XZ Ebene. Da der Filter hochkant untersucht wurde, erfolgt die Durchströmung im Experiment von links nach rechts. Die drei Bilder entsprechen drei unterschiedlichen Ebenen entlang der y-Achse des Filters und zeigen, dass dessen Kollektoranordnung lokal sehr unregelmäßig ist.

Aufgrund der Aufnahmen in *Abb. 6.15* wird angenommen, dass ein Partikel maximal sechs Stege umströmt, während es sich durch den 20 mm tiefen Filter bewegt. Unter der Voraussetzung, dass die Strömungsbahn des beobachteten Partikels jeden Kollektor zumindest tangiert, besitzt das Partikel eine gewisse Wahrscheinlichkeit, mit jedem der Stege zu kollidieren. Durch die erhöhte Aufprallwahrscheinlichkeit nimmt auch die Abscheidewahrscheinlichkeit zu.

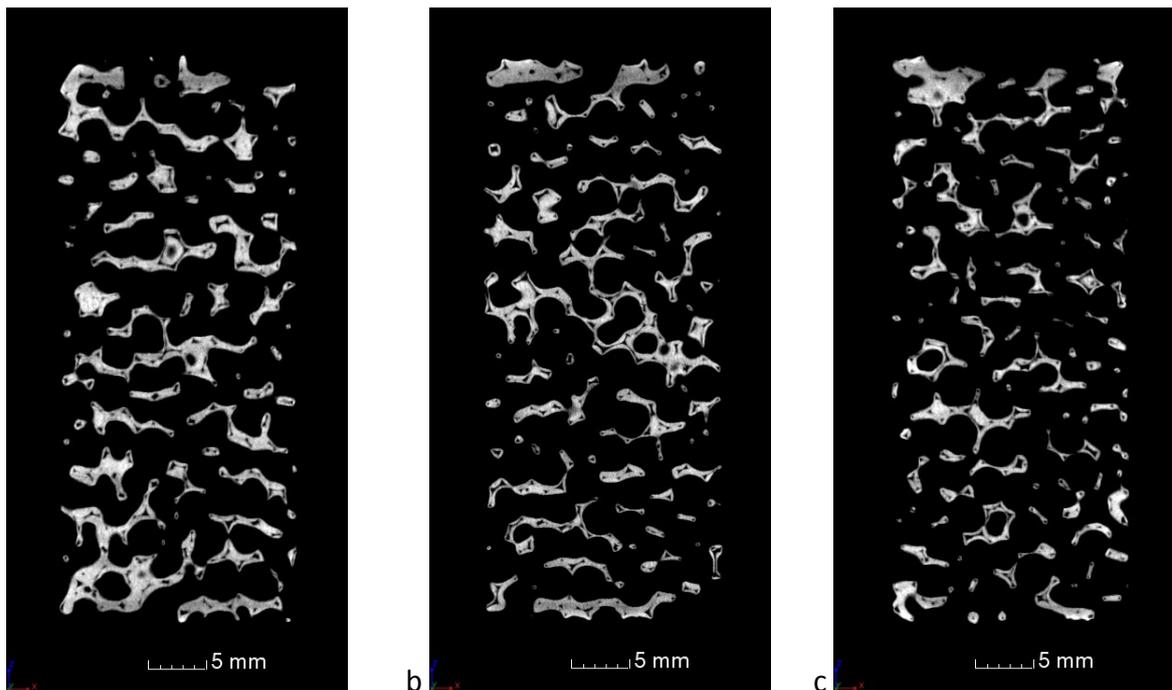


Abb. 6.15: Computertomographie-Aufnahmen der XZ-Richtung eines 20 ppi Keramikschaumfilters entlang der y-Achse des Filters (Durchströmungsrichtung des Filters im Experiment erfolgt von links nach rechts): a) Schnitt 5 mm entfernt vom linken Rand; b) Schnitt in der Mitte des Filters; c) Schnitt 5 mm entfernt vom rechten Rand

Damit die Ergebnisse der erweiterten numerischen Simulation den mehrmaligen Kontaktfall berücksichtigen, werden die Ergebnisse aus *Tab. 4.2* mithilfe der geometrischen Verteilung angepasst. Eine geometrische Verteilung berücksichtigt, dass der Anteil der dispersen Phase nach jedem Kontakt ereignis abnimmt, sodass die berechnete Filtrationseffizienz nie über 100 % steigen kann (Luckert 2004; Heuzeroth et al. 2015b). Die geometrische Verteilung wird mithilfe der Gesamtfiltrationseffizienz E_1 eines Kollektors aus *Tab. 4.2* und der Anzahl von Kontakt ereignissen n nach Gl. 6.4 berechnet.

$$E_n = 1 - (1 - E_1)^n \quad \text{Gl. 6.4}$$

In Abb. 6.16 ist der Einfluss der Kontaktanzahl auf die Ergebnisse der erweiterten numerischen Simulation dargestellt. Mit steigender Kontaktzahl n steigt die berechnete Filtrationseffizienz E_n merklich an. Es wird jedoch deutlich, dass die zugrundeliegende Simulation den Verlauf der effektiven Filtrationseffizienz nicht komplett abbildet. Betrachtet man die Fluidgeschwindigkeiten $u_L = 0,41$ m/s und $u_L = 0,11$ m/s so erreichen Simulation und Experiment für ca. fünf Kontakte ähnliche Ergebnisse. Bei geringeren Fluidgeschwindigkeiten muss die Kontaktzahl n erhöht werden, damit beide Filtrationseffizienzen ein ähnliches Niveau erreichen. Dieser Effekt wird vor allem für $u_L = 0,006$ m/s deutlich, wo erst durch 15 Kontakte ein vergleichbares Niveau erreicht wird. Vergleicht man diese Ergebnisse mit den CT-Bildern aus Abb. 6.15, so wird deutlich, dass $n \gg 5$ unrealistisch erscheint. Somit muss man an dieser Stelle die Qualität der Simulation als noch nicht hinreichend bewerten. Die möglichen Ursachen für diese Abweichungen wurden bereits in vorherigen Diskussionen in diesem Kapitel erwähnt und sollen hier nicht noch einmal wiederholt werden.

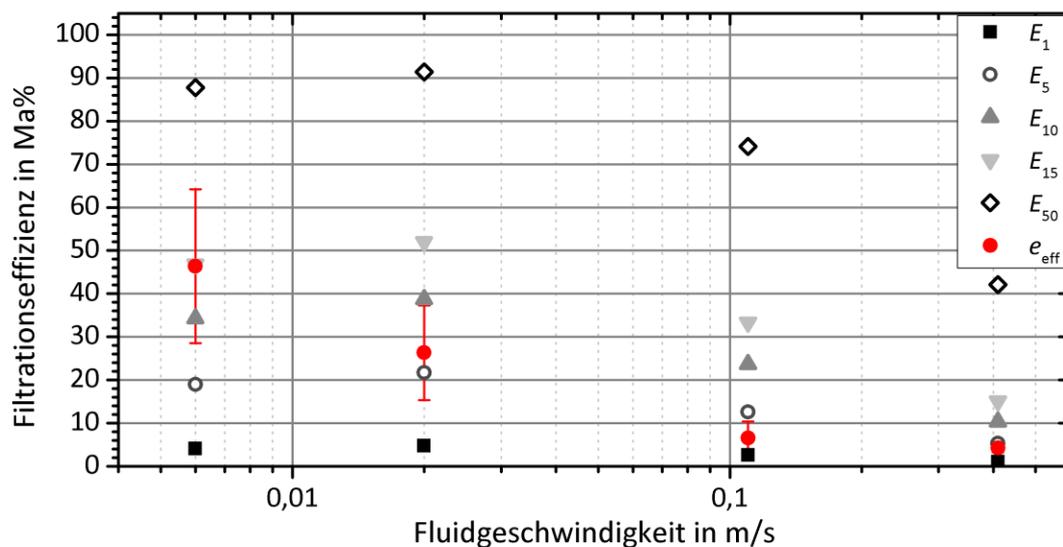


Abb. 6.16: Effektive Filtrationseffizienz für die Al_2O_3 -F8261 Fraktion $< 200 \mu m$ (rot) und die Gesamtfiltrationseffizienz der erweiterten numerischen Simulation unter Berücksichtigung mehrfacher Kontakttereignisse (Graustufen)

Der Vergleich zwischen den experimentellen Ergebnissen und der erweiterten numerischen Simulation zeigt trotz einiger Unterschiede auch Gemeinsamkeiten. Grundsätzlich zeigen beide Resultate, dass die Filtrationseffizienz mit abnehmender Hauptfluidgeschwindigkeit zunimmt. Jedoch unterscheiden sich die Verläufe teilweise signifikant. Die Ausweitung der Simulationsergebnisse auf mehrere Aufprallereignisse ermöglicht zusätzlich die Aussage, dass ein Filter, indem 50 Kontakttereignisse generiert werden, zu einer Abscheidung von ca.

90 % führt. Diese Abscheideleistung entspricht dem definierten Ziel des SFB 920 für zukünftige Filtergenerationen.

Die vorgestellten Ergebnisse verdeutlichen, welches Potential in der Verwendung von numerischen Simulationscodes steckt. Wenn die numerische Simulation des Gesamtfiltersystems (TP B02 des SFB 920) so erweitert werden kann, dass die hydrodynamische Hemmung und der Aufbau von Partikelablagerungen berücksichtigt werden, besteht die Möglichkeit, Prozesse filtrationstechnisch zu optimieren. So würde die Simulation ermöglichen, eine optimale Hauptfluidströmung zu ermitteln, bei der definierte Partikelgrößen abgeschieden werden können. Zusätzlich ließe sich in Abhängigkeit von der benötigten Kontaktanzahl die notwendige Dicke eines Tiefenfilters abschätzen, um eine definierte Filtrationseffizienz zu erreichen.

Die Bedeutung der numerischen Simulation wird vor allem im Zusammenhang mit der Optimierung der Metallschmelzefiltration deutlich. Versuche in diesem Bereich sind sehr teuer und sehr schwer auszuwerten. Da die Viskosität des Fluides und das Dichteverhältnis zwischen disperser Phase und Fluid in der Simulation beliebig angepasst werden können, ermöglicht ein ausgereifter Simulationscode die Filtration mathematisch zu beschreiben und die optimalen Prozessparameter für eine maximale Filtrationseffizienz abzuschätzen.

Für die Erstellung eines belastbaren Simulationscodes sollte neben Versuchen in der Kleinanlage auch der Einzelkollektoraufbau vermehrt eingesetzt werden. Ideal wäre es, wenn man den Einzelkollektoraufbau in einen horizontalen Strömungskanal mit möglichst konstantem Volumenstrom platziert. Werden die Randbedingungen der Simulation an diesen Aufbau angepasst, kann ein direkter Vergleich noch besser gelingen. Im Anschluss kann dann der Abgleich mit einem keramischen Schaumfilter erfolgen.

7 Zusammenfassung

Der Sonderforschungsbereiches 920 „Multifunktionale Filter für die Metallschmelzefiltration“ erforscht die Vorgänge während der Filtration von Metallschmelzen für Gießereiprodukte. Das Gießen von Metallen (Aluminium, Stahl) ist ein sehr komplexer Hochtemperaturprozess, bei dem trotz großer Erfahrungen noch nicht alle Vorgänge komplett verstanden sind. Vor allem die Reinheit der Metallschmelze vor der Erstarrung unterliegt vielen unabhängig voneinander ablaufenden Prozessen und kann noch nicht komplett kontrolliert werden. Damit die Gussteile aber maximale Stabilität bei möglichst geringer Materialmenge erreichen, ist es notwendig, die Metallschmelzen möglichst fremdstofffrei abzugießen. Um dieses Ziel zu erreichen, werden im Rahmen des SFB die Vorgänge während der Filtration von Metallschmelzen experimentell sowie durch theoretische und numerische Methoden untersucht.

Die vorliegende Arbeit befasst sich schwerpunktmäßig mit der experimentellen Untersuchung der Abscheidemechanismen von Keramikschaumfiltern. Keramikschaumfilter werden bei der Filtration von Metallschmelzen verwendet, weil nur Keramiken in der Lage sind, die mechanischen, thermischen sowie chemischen Belastungen während der Filtration zu überstehen. Für die Untersuchungen innerhalb der vorliegenden Arbeit wurde ein Modellsystem entwickelt, welches den Prozess der Metallschmelzefiltration bei Raumtemperatur möglichst gut abbildet. Das Benetzungsverhalten der Metallschmelze auf festen Stoffen wurde während der Literaturrecherche als größte Besonderheit der Metallschmelzefiltration erkannt und bildete eine zentrale Anforderung bei der Entwicklung des Modellsystems.

Durch intensive Kooperation innerhalb des SFB 920 konnte im Rahmen dieser Arbeit zusätzlich ein mathematisches Abscheidemodell entwickelt werden. Das Modell kombiniert Ergebnisse einer erweiterten numerischen Simulation mit gemessenen Haftenergieverteilungen zwischen zwei Feststoffen in einer fluiden Phase. Die Haftenergiemessungen ermöglichten es, den Einfluss der Benetzung auf die Haftung zu untersuchen. Dabei konnte festgestellt werden, dass mit abnehmender Benetzbarkeit des Feststoffes durch die umgebende fluide Phase die Haftenergie zwischen zwei Feststoffoberflächen zunimmt. Der Anstieg wird durch hydrophobe Wechselwirkungen und

die Entstehung von feinsten Gaskapillaren erzeugt (sogenannten Nanobubbles). Der gemessene Haftenergieanstieg kann dabei mehrere Größenordnungen betragen.

Ein Ergebnis des entwickelten Abscheidemodells ist die Hiller-Zahl. Die Hiller-Zahl ist eine dimensionslose Kennzahl, welche die Haftwahrscheinlichkeit eines aufgeprallten Partikels beschreibt. Ist die Hiller-Zahl für ein definiertes Aufprallereignis > 1 , so bleibt das Partikel am Kollektor haften.

Um die Filtrationsmechanismen in den keramischen Schaumfiltern verstehen zu können, wurde versucht, die Filter hinsichtlich ihrer Geometrie und inneren Struktur genau zu beschreiben. Aufgrund der Unregelmäßigkeit der Filter konnten aber keine Abhängigkeiten zwischen den Eigenschaften der Filter und den untersuchten Prozessgrößen gefunden werden. Deswegen wurde speziell für die Untersuchung des Benetzungseinflusses auf die Filtrationseffizienz eine Abstraktion der Filter vorgenommen. Mithilfe eines entwickelten Einzelkollektoraufbaus konnte nachgewiesen werden, dass die Filtrationseffizienz signifikant von der Benetzung abhängt. Entsprechend den Ergebnissen der Haftenergiemessung nimmt die Filtrationseffizienz zu, wenn die Benetzung zwischen der kontinuierlichen Phase und der dispersen Phase schlechter wird. Dieser Effekt nimmt ab, wenn der Anteil des gelösten Gases in der Suspension reduziert wird. Weiterhin zeigen die Ergebnisse des Einzelkollektoraufbaus, dass die Anströmgeometrie und die Anordnung der Einzelkollektoren einen deutlichen Einfluss auf die Filtrationseffizienz besitzen.

Aufbauend auf den Erkenntnissen der Modellierung und den Einzelkollektormessungen wurden die Versuche mit den Keramikschaumfiltern durchgeführt. Die Versuche mit diesen Filtern bestätigen die für die Einzelkollektoren gefundenen Abhängigkeiten. Die Filtrationseffizienz von keramischen Schaumfiltern kann durch eine logarithmische Normalfunktion beschrieben werden, deren Funktion in zukünftigen Simulationen verwendet werden kann. Die Filtrationseffizienz steigt mit schlechter werdender Benetzung zwischen dem Fluid und der dispersen Phase an. Dieser Effekt wird mit abnehmender Fluidgeschwindigkeit immer deutlicher. Zusätzlich wird mit abnehmender Fluidgeschwindigkeit die Redispergierung von Partikeln von der Filteroberfläche beobachtet. Anhand der Ergebnisse wird postuliert, dass Partikel, die durch Benetzungseffekte abgeschieden wurden, durch Prozessschwankungen im System wieder mobilisiert werden können. Vermutlich wird der Anteil der redispergierenden Partikel auch durch die

Morphologie der Partikelablagerungen bestimmt. Bilden die Partikel dendritische Strukturen, wie es bei geringen Fluidgeschwindigkeiten möglich ist, steigt der Anteil der ablösbaren Partikel stark an. Wird die redispergierte Partikelmasse berücksichtigt, ergibt sich für ein komplett hydrophobes System eine Erhöhung der mittleren Filtrationseffizienz von 15 Ma% auf 46 Ma%. Der Effekt der Redispergierung steigt sogar an, wenn die Dichte der dispersen Phase kleiner wird. Um die Ähnlichkeit zwischen dem entwickelten Modellsystem und der Metallschmelzefiltration weiter zu erhöhen, sollte das Dichteverhältnis zwischen Partikel und Fluid weiter gegen eins angenähert werden. Denn die Reduktion des Dichteverhältnisses in den Experimenten der kleinen Filtrationsanlage reduzierte die Filtrationseffizienz signifikant. Dieser Effekt steigt exponentiell mit abnehmender Fluidgeschwindigkeit.

Abschließend wurden die Ergebnisse aus der kleinen Filtrationsanlage mit der erweiterten numerischen Simulation verglichen. Grundsätzlich stimmen die Abhängigkeiten beider Verfahren überein, im Detail zeigen sie aber deutliche Abweichungen. Vor allem das Absinken der Filtrationseffizienz für die geringste getestete Fluidgeschwindigkeit ist ein signifikanter Unterschied zwischen der Simulation und den in der kleinen Filtrationsanlage ermittelten Ergebnissen. Auch eine Berücksichtigung mehrerer Kontakt Ereignisse für die erweiterte numerische Simulation kann diesen Unterschied nicht beheben. Durch die Berücksichtigung mehrerer Aufprallereignisse wird aber deutlich, dass die numerische Simulation an einem Einzelkollektor das Potential besitzt, die Tiefenfiltration detailliert zu untersuchen. Um dieses Ziel zu erreichen, sollte der Simulationscode der numerischen Modellierung schrittweise durch den Vergleich mit den Experimenten am Einzelkollektor und der kleinen Filtrationsanlage optimiert werden. Ein erster Schritt wäre die Berücksichtigung der hydrodynamischen Hemmung. Deren signifikante Bedeutung für die Filtration konnte durch analytische Berechnung bewiesen werden. Weitere wichtige Einflussgrößen sind die Agglomerationsfähigkeit der dispersen Phase und die Bildung von Ablagerungen auf dem umströmten Kollektor.

Die vorliegende Dissertation bietet einen Überblick über die Thematik der Metallschmelzefiltration und deren Besonderheiten im Vergleich zu herkömmlichen Filtrationsaufgaben. Anhand eines experimentellen Modellsystems konnte nachgewiesen werden, dass das Benetzungsverhalten zwischen der Metallschmelze und den festen

Verunreinigungen einen positiven Einfluss auf die Filtration besitzt. Zusätzlich haben die Hauptfluidgeschwindigkeit sowie die Größe und die Dichte der Partikel einen signifikanten Einfluss auf die Filtrationseffizienz. Um die Filtrationsergebnisse für die Schmelzen zu verbessern, sollte die Agglomeration der Primärpartikel gezielt gefördert werden. Dies kann durch eine optimierte Strömungsführung im Schmelzofen erfolgen. Zusätzlich zeigen die Ergebnisse, dass möglichst geringe Fluidgeschwindigkeiten gewählt werden sollten. Dafür müsste das Optimum zwischen gesteigerter Qualität und Mehraufwand der erhöhten Heizkosten gefunden werden. Weiterführende Experimente im Einzelkollektoraufbau zum Einfluss der Anordnung von Kollektoren können verwendet werden, um die Struktur zukünftiger Filter gezielt hin zu höheren Abscheideraten zu entwickeln.

Innerhalb der experimentellen Untersuchungen konnten der Einfluss der Viskosität der Schmelzen und die Einflüsse von Sintereffekten auf die Filtrationseffizienz nicht untersucht werden. Beide Parameter besitzen eine starke Abhängigkeit von der Temperatur und den chemischen Prozessen innerhalb des Systems. Um diese Parameter zukünftig ebenfalls erforschen zu können, bieten sich numerische Simulationen an, die mithilfe des Raumtemperaturmodells gezielt optimiert werden. Diese optimierten numerischen Simulationen könnten dann zusätzlich verwendet werden, um das Filtrationsverhalten von spezifisch leichteren Partikeln zu untersuchen.

8 Ausblick

Für die zukünftigen Arbeiten im Sonderforschungsbereich 920 werden weitere Verbesserungen an den experimentellen Anlagen empfohlen. Für die kleine Filtrationsanlage sollte daran gearbeitet werden, die Gaskonzentration der Suspension genau einstellen zu können. Denkbar wäre es, den Suspensionsbehälter mit einem Deckel zu verschließen. Nach dem Verschluss könnte dann durch Anlegen eines Vakuums, ähnlich einem Exsikkator, die Gassättigung eingestellt werden. Im weiteren Verlauf könnte dann durch die definierte Zugabe von Blasen in den Fluidstrom der Einfluss von Gasblasen gezielt untersucht werden. Wenn es regelungstechnisch möglich wäre, ließe sich durch die Zugabe von monodispersen Blasen auch der Einfluss der Blasengröße auf die Filtration untersuchen. Ein weiterer Einflussparameter ist die Oberflächenenergie der kontinuierlichen Phase. In Abhängigkeit von oberflächenaktiven Substanzen wie Salzen oder Tensiden müsste es möglich sein, den Einfluss der Benetzung auf die Filtration noch gezielter zu untersuchen. Dafür wäre im Vorfeld zu klären, welche Substanz in welcher Konzentration bestimmte Benetzungszustände erzeugt.

Darüber hinaus wäre es denkbar, durch eine Injektionsöffnung im Anströmrohr vor dem Filter definiert spezifisch leichtere Partikel in das fließende Fluid einzuspritzen. Die Partikel hätten somit nicht mehr die Möglichkeit, an die Flüssigkeit-Gas-Grenzfläche zu gelangen und würden in den Filter transportiert. Die Zugabe des partikelbeladenen Teilstroms muss dafür gasfrei und möglichst isokinetisch erfolgen.

Potentielle Optimierungsvorhaben für den Einzelkollektor wurden bereits beschrieben. Ziel sollte es sein, die Kollektoren in einen vertikal ausgerichteten Kanal einzubauen. Durch die Kanalform wird gewährleistet, dass die Anströmung der Kollektoren konstant erfolgt und die Fluidgeschwindigkeiten äquivalent zur kleinen Filteranlage gewählt werden. Dieser Umbau würde Untersuchungen zum Einfluss der Kollektoranordnung auf die Filtrationseffizienz noch aussagekräftiger machen und somit zur optimalen Gestaltung zukünftiger Filtergenerationen beitragen.

Einen wichtigen Beitrag können zukünftig auch die Ergebnisse von numerischen Simulationen leisten. Dafür müssten die Codes der Simulation stetig verbessert werden. Aufbauend auf den Erkenntnissen dieser Arbeit sollten dabei vor allem der Einfluss der Agglomeration, die Auswirkungen der hydrodynamischen Hemmung und der Aufbau von Partikelablagerungen am Kollektor berücksichtigt werden.

9 Symbolverzeichnis

Lateinische Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
A_{EK}	m^2	Fläche eines Einzelkollektors
A_R	m^2	Rohrquerschnittsfläche
a	m	Abstand
a_0	m	minimaler Abstand im Kontakt
a_S	m	Abstand des Stromstörers von der Behälterwand
a_W	m	Spezifischer Abstand eines Partikel zur Wand
b	m	Breite des Stromstörers / Einzelkollektors
C	-	Konstante
C_H	10^{-20} J	HAMAKER-Konstante
C_{Ha}	-	hydrodynamischer Faktor nach HAPPEL
C_u	-	CUNNINGHAM-Faktor
c	g/g	Konzentration
c_D	-	dynamischer Auftriebsbeiwert
c_K	-	Kapillarparameter
c_0	g/g	Ausgangskonzentration
c_i	g/g	Konzentration zum Zeitpunkt i
c_W	-	Widerstandsbeiwert
d	m	Durchmesser
d_{char}	m	charakteristischer Durchmesser
d_{hyd}	m	hydraulischer Durchmesser
d_K	m	Kollektordurchmesser
d_p	m	Partikeldurchmesser
d_{Pore}	m	Porendurchmesser des Filters
d_r	m	Durchmesser der Partikelrauheit nach RUMPF
E_{adh}	J	Haftenergie
ΔE_{adh}	J	Änderung der Haftenergie
E_i	variabel	Haupteffekt i innerhalb einer statistischen Versuchsplanung

E_{kin}	J	kinetische Energie
E_n	Ma%	berechnete Filtrationseffizienz auf Basis der erweiterten numerischen Simulation für n Aufprallereignisse
E_p	J	Energie für plastische Verformung
e_i	-	Qualitätsmerkmal innerhalb der statistischen Versuchsplanung
e_a	Ma%	absolute Filtrationseffizienz
e_{eff}	Ma%	effektive Filtrationseffizienz
e_k	Ma%	korrigierte Filtrationseffizienz
e_{EK}	Ma%	normierte Filtrationseffizienz des Einzelkollektoraufbaus
$e_{EK,F}$	Ma%	flächenspezifische Filtrationseffizienz des Einzelkollektoraufbaus
$e_{EK,M}$	Ma%	massespezifische Filtrationseffizienz des Einzelkollektoraufbaus
F	N	Kraft
F_{adh}	N	Adhäsionskraft
F_D	N	dynamische Auftriebskraft
F_G	N	Gewichtskraft
$F_{G,eff}$	N	Differenz aus Gewichtskraft und Auftriebskraft einer Kugel
F_K	N	Kapillarkraft
F_{phob}	N	hydrophobe Kraftwirkung
F_{red}	N	Summe der Kräfte, die zur Redispergierung abgeschiedener Partikel beitragen
F_{vdW}	N	VAN DER WAALS-Kraft
F_{vis}	N	Verdrängungskraft in Folge viskoser Hemmung
F_W	N	Widerstandskraft
f	-	Strukturparameter
Fr_p	-	Partikel-FROUDE-Zahl
FG	-	funktionelle Gruppe
g	m/s^2	Erdbeschleunigung
H_i	m	Höhe zum Zeitschritt i
H_B	m	Höhe des Suspensionstanks in der Kleinanlage
H_{TF}	m	Gesamthöhe der Tiefenfilterstruktur
H_S	m	Höhe des Stromstörers
h	m	Abstand

h_1	m	Wirkungsbereich der viskosen Hemmung
h_{Film}	m	Risskriterium eines viskosen Fluidfilms
h_K	m	Höhe der Kapillare
h_{min}	m	Endkriterium der viskosen Hemmung
h_{rms}	m	Summe der rms-Rauheitswerte von Filter und Partikel
k	-	Modellkonstante innerhalb der statistischen Versuchsplanung
L_E	m	Länge der benetzten Platte
l	m	Azimuthalradius einer Kapillare
m	g	Masse
m_{B1}	g	Feststoffmasse im Behälter 1
m_{B2}	g	Feststoffmasse im Behälter 2
m_{EK}	g	abgeschiedene Partikelmasse je Einzelkollektor
m_F	g	Filtermasse
\dot{m}_L	kg/s	Massenstrom Flüssigkeit
m_P	g	zugegebene Partikelmasse je Versuch
\bar{m}_R	g	Masse der redispergierten Partikel
\bar{m}_S	g	Partikelmasse innerhalb der Filterhalterung ohne Filter
m_{Sch}	g	Schlackemasse
MW	variabel	Mittelwert
N_S	-	Sedimentationskennzahl
N_I	-	Sperreffektkennzahl
n_F	-	Anzahl der Faktoren / Parameter
n_S	-	Anzahl der Stufen / Einstellungen
n_V	-	Versuchsanzahl
n_{MS}	s^{-1}	Drehzahl des Magnetrührers
O	-	Sauerstoffatom
P	%	Wahrscheinlichkeit
p	Pa	Druck
Δp	Pa	Druckverlust
Pe	-	PECLET-Zahl
R	-	Restgruppe des Moleküls
r_G	mm	Gefäßradius

R_W	-	Rauigkeitsfaktor
Re	-	REYNOLDS-Zahl
r	m	Meridionalradius einer Kapillare
r_{EK}	m	Radius im Einzelkollektoraufbau
r_P	m	Partikelradius
rms_K	μm	mittlere quadratische Rauheit des Kollektors
S_V	m^2/m^3	volumenspezifische Oberfläche
Si	-	Siliziumatom
St	-	STOKES-Zahl
t	s	Zeit
t_B	s	Betriebsdauer
t_K	m	Tiefe des Einzelkollektors
u	m/s	Geschwindigkeit
u_F	m/s	mittlere Fluidgeschwindigkeit in der Filterstruktur
u_{EK}	m/s	mittlere Fluidgeschwindigkeit im Einzelkollektoraufbau
u_I	m/s	Aufprallgeschwindigkeit des Partikels
u_L	m/s	mittlere Fluidgeschwindigkeit der Hauptfluidströmung im Rohr
$u_{P,\perp}$	m/s	Partikelgeschwindigkeit senkrecht zur Filteroberfläche
u_R	m/s	Rührerumfangsgeschwindigkeit an der Rühreraußenkante
V	m^3	Volumen
\dot{V}	m^3/s	Volumenstrom
V_F	m^3	Filtervolumen
W	J	Energie
WE	-	Wechselwirkungseffekt innerhalb der statistischen Versuchsplanung
X_{O_2}	%	Sauerstoffgehalt in der Suspension
x	variabel	Variable / Achse innerhalb des Koordinatensystems
y	variabel	Variable / Achse innerhalb des Koordinatensystems
y_∞	%	Grenzwert des Sauerstoffgehaltes innerhalb der Suspension

Griechische Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
α	°	Aufprallwinkel des Partikel auf dem Kollektor
α_F	-	Feststoffvolumenanteil des Filters
β	°	Winkel der resultierenden Partikelgeschwindigkeit beim Aufprall
β_K	°	Position der Dreiphasenkontaktlinie für eine Kapillare
δ	variabel	Abweichung innerhalb der statistischen Versuchsplanung
γ	J/m ²	Oberflächenenergie
γ_{12}	J/m ²	Grenzflächenenergie zwischen Stoff 1 und Stoff 2
γ_L	J/m ²	Oberflächenenergie der Flüssigkeit
ε	%	Porosität
ε_F	%	Filterporosität
ε_{KP}	%	Porosität einer einlagigen monodispersen Kugelpackung
η	Pa s	Viskosität
η_{EK}	%	Einzelkollektorabscheidegrad
η_i	%	Einzelkollektorabscheidegrad je Transportmechanismus
η_{Ges}	%	Gesamtabscheidegrad der Filterschicht
θ	°	Kontaktwinkel
θ_1	°	Kontaktwinkel Partikeloberfläche-Flüssigkeit
θ_2	°	Kontaktwinkel Substrat-Flüssigkeit
μ	ln(J)	Lageparameter der logarithmischen Normalverteilung
ρ	kg/m ³	Dichte
ρ_L	kg/m ³	Fluiddichte
ρ_S	kg/m ³	Feststoffdichte
σ	ln(J)	Breiteparameter der logarithmischen Normalverteilung
Φ	°	Abscheidewinkel ausgehend vom Staupunkt
Φ_{max}	°	maximaler Abscheidewinkel ausgehend vom Staupunkt
Φ_{min}	°	minimaler Abscheidewinkel ausgehend vom Staupunkt

Indizes

Symbol	Bedeutung
0	Ausgangszustand
1	Zustand nach Ende der Aktion
10	10 % Wert einer Verteilung
50	50 % Wert einer Verteilung
90	90 % Wert einer Verteilung
F	Filter
G	Gas
ideal	ideal
L	Flüssigkeit
leer	ohne Filter
K	Kollektor
krit	kritisch
min	minimal
max	maximal
P	Partikel
real	realer Wert einer Größe
S	Feststoff
⊥	senkrecht

Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
Al ₂ O ₃ - F8261	mit Dynasylan® F8261 beschichtetes Aluminiumoxid
AFM	Rasterkraftelektronenmikroskop (engl.: atomic force microscope)
cp	Partikel am Cantilever (engl.: colloidal probe)
CT	Computertomograph
DOE	Statistische Versuchsplanung (engl.: design of experiment)
MW	Mittelwert
NBFC	Kapillarbrückenkräfte infolge nanoskaliger Blasen (engl.: nanobubble bridging capillary force)
OFAT	klassischer Versuchsplan (engl.: one factor at time)
PTFE	Polytetrafluorethylen
ppi	Poren je Linieninch (engl.: pores per inch)
PS	Polystyrol
REM	Rasterelektronenmikroskop
rms	mittlere quadratische Rauheit (engl.: root mean square)

10 Literaturverzeichnis

- ABB Inc. (Hg.) (2013): PoDFA - The complete solution for inclusion measurement. Inclusion identification and quantification analysis. Analytical Measurements. Quebec (Canada). Online verfügbar unter <http://search-ext.abb.com/library/Download.aspx?DocumentID=9AKK104295D6917&LanguageCode=en&DocumentPartId=&Action=Launch>, zuletzt geprüft am 04.05.2015.
- Acchar, W.; Ramalho, E. G.; Souza, F. B. M.; Torquato, W. L.; Rodrigues, V. P.; Innocentini, M. D. M. (2008): Characterization of cellular ceramics for high-temperature applications. In: *J Mater Sci* 43 (19), S. 6556–6561. DOI: 10.1007/s10853-008-2585-2.
- Acosta, G. F. A.; Castillejos, E. A. H. (2000a): A mathematical model of aluminum depth filtration with ceramic foam filters: Part II. Application to long-term filtration. In: *Metall Mat Trans B Process Metall Mat Process Sci* 31 (3), S. 503–514.
- Acosta, G. F. A.; Castillejos, E. A. H. (2000b): A mathematical model of aluminum depth filtration with ceramic foam filters: Part I. Validation for short-term filtration. In: *Metall Mat Trans B Process Metall Mat Process Sci* 31 (3), S. 491–502. Online verfügbar unter <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0034204816&partnerID=40&md5=ec85ed5118188b27f3b9fbf49c52ab4c>.
- Acosta, G. F. A.; Castillejos, E. A. H.; Almanza, R. J. M.; Flores, V. A. (1995): Analysis of liquid flow through ceramic porous media used for molten metal filtration. In: *Metall and Materi Trans B* 26 (1), S. 159-171. DOI: 10.1007/BF02648988.
- Adams, Michael J.; Edmondson, B. (1987): Forces between particles in continuous and discrete liquid media. In: B. J. Briscoe und Michael J. Adams (Hg.): *Tribology in particulate technology*. Bristol, England, Philadelphia: A. Hilger, S. 154–172.
- Ali, S.; Apelian, Diran; Mutharasan, Raj (1985): Refining of aluminium and steel melts by the use of multi-cellular extruded ceramic filters. In: *Can Metall Q* 24 (4), S. 311–318.
- Almatis GmbH (Hg.): Tabular Alumina T60/64. MSDS 154. Online verfügbar unter www.almatis.com.

- Aneziris, Christos G. (2010): Multifunktionale Filter für die Metallschmelzefiltration – ein Beitrag zu Zero Defect Materials. Finanzierungsantrag des Sonderforschungsbereich 920 der Deutschen Forschungsgemeinschaft. TU Bergakademie Freiberg. Freiberg.
- Aneziris, Christos G.; Dudczig, Steffen; Hubáľková, Jana; Emmel, Marcus; Schmidt, Gert (2013): Alumina coatings on carbon bonded alumina nozzles for active filtration of steel melts. In: *Ceramics International* 39 (3), S. 2835–2843. DOI: 10.1016/j.ceramint.2012.09.055.
- Anlauf, H. (2003): Mechanische Fest/Flüssig-Trennung im Wandel der Zeit. In: *Chem. Ing. Tech.* 75 (10), S. 1460–1463. DOI: 10.1002/cite.200303283.
- Apelian, Diran; Mutharasan, Raj; Ali, S. (1985): Removal of inclusions from steel melts by filtration. In: *J Mater Sci* 20 (10), S. 3501–3514. DOI: 10.1007/bf01113756.
- Attard, Phil (2000): Thermodynamic Analysis of Bridging Bubbles and a Quantitative Comparison with the Measured Hydrophobic Attraction. In: *Langmuir* 16 (10), S. 4455–4466. DOI: 10.1021/la991258.
- Aubrey, L. S.; Dore, J. E. (1993): Ceramic foam. A deep bed or caking filter in aluminum cast shop operations. In: *Light Metals: Proceedings of Sessions, TMS Annual Meeting (Warrendale, Pennsylvania)*, S. 1009–1020.
- Ballal, Deepti; Chapman, Walter G. (2013): Hydrophobic and hydrophilic interactions in aqueous mixtures of alcohols at a hydrophobic surface. In: *J Chem Phys* 139 (11), S. 114706. DOI: 10.1063/1.4821604.
- Banzhaf, Harald (2004): Analytische, numerische und experimentelle Untersuchungen zur Abscheidung von Partikeln aus Ölen mit Hilfe fasriger Tiefenfiltermedien. Aachen: Shaker (Berichte aus der Verfahrenstechnik).
- Bao, Sarina (2011): Filtration of Aluminium - Experiments, Wetting and modelling. PhD Thesis. Trondheim.
- Bao, Sarina; Engh, Thorvald Abel; Syvertsen, Martin; Kvithyld, Anne; Tangstad, Merete (2012): Inclusion (particle) removal by interception and gravity in ceramic foam filters. In: *J Mater Sci* 47 (23), S. 7986–7998. DOI: 10.1007/s10853-012-6688-4.

- Beale, S. B.; Spalding, D. B. (1999): A numerical study of unsteady fluid flow in in-line and staggered tube banks. In: *Journal of Fluids and Structures* 13 (6), S. 723–754. DOI: 10.1006/jfls.1999.0231.
- Berg, John C. (1993): Wettability. New York: M. Dekker (Surfactant science series, v. 49).
- Berndt, Rolf (1981): Zur Prozessmodellierung der Filtration von Suspensionen unter besonderer Berücksichtigung der Anschwemmfiltration. Habilitation. TU Dresden.
- Binnig, G.; Quate, C. F.; Gerber, Ch (1986): Atomic Force Microscope. In: *Phys. Rev. Lett.* 56 (9), S. 930–933. DOI: 10.1103/PhysRevLett.56.930.
- Blake, T. D.; Kitchener, J. A. (1972): Stability of aqueous films on hydrophobic methylated silica. In: *J. Chem. Soc., Faraday Trans. 1*: 68 (0), S. 1435–1442. DOI: 10.1039/F19726801435.
- Bohnet, Matthias (2004): Mechanische Verfahrenstechnik. Weinheim: Wiley-VCH.
- Bormashenko, Edward (2013): Wetting of real solid surfaces: new glance on well-known problems. In: *Colloid & Polymer Sci* 291 (2), S. 339–342. DOI: 10.1007/s00396-012-2778-8.
- Bowen, W. Richard; Hilal, Nidal (2009): Atomic force microscopy in process engineering. Introduction to AFM for improved processes and products. 1st ed. Oxford, Burlington, MA: Butterworth-Heinemann (Butterworth-Heinemann/ICHEM series).
- Braun, Bob (2004): Molten Aluminum Flow Control via Foam Filtration. In: *Modern Casting* 94 (3), S. 21. Online verfügbar unter <http://search.proquest.com/docview/225599419?accountid=17183>.
- Brenner, Howard (1961): The slow motion of a sphere through a viscous fluid towards a plane surface. In: *Chemical Engineering Science* 16 (3-4), S. 242–251. DOI: 10.1016/0009-2509(61)80035-3.
- Bulkowski, L.; Galisz, U.; Kania, H.; Kudliński, Z.; Pieprzyca, J.; Barański, J. (2012): Industrial tests of steel filtering process. In: *Archives of Metallurgy and Materials* 57 (1), S. 363–369. DOI: 10.2478/v10172-012-0035-2.
- Bundesverband der Deutschen Gießerei-Industrie (2013): Aluminium-Guss. Grundlagen-Anwendungen-Legierungen-Beispiele. Düsseldorf: Giesserei-Vlg.

- Butt, Hans-Jürgen (1994): A Technique for Measuring the Force between a Colloidal Particle in Water and a Bubble. In: *J Colloid Interface Sci* 166 (1), S. 109–117. DOI: 10.1006/jcis.1994.1277.
- Butt, Hans-Jürgen; Cappella, Brunero; Kappl, Michael (2005): Force measurements with the atomic force microscope: Technique, interpretation and applications. In: *Surface Science Reports* 59 (1-6), S. 1–152. DOI: 10.1016/j.surfrep.2005.08.003.
- Butt, Hans-Jürgen; Kappl, Michael (2009): Normal capillary forces. In: *Adv Colloid Interface Sci* 146 (1-2), S. 48–60. DOI: 10.1016/j.cis.2008.10.002.
- Butt, Hans-Jürgen; Kappl, Michael (2010): Surface and interfacial forces. Weinheim: Wiley-VCH (Physics textbook).
- Carman, P. C. (1948): Some physical aspects of water flow in porous media. In: *Discuss. Faraday Soc.* 3, S. 72. DOI: 10.1039/df9480300072.
- Carman, P. G. (1997): Fluid flow through granular beds. In: *Chem. Eng. Res. Des.* 75 (1 SUPPL), S. 32–46.
- Cassie, A. B. D. (1948): Contact angles. In: *Discuss. Faraday Soc.* 3, S. 11. DOI: 10.1039/DF9480300011.
- Cassie, A. B. D.; Baxter, S. (1944): Wettability of porous surfaces. In: *Trans. Faraday Soc.* 40, S. 546. DOI: 10.1039/TF9444000546.
- Chandler, David (2005): Interfaces and the driving force of hydrophobic assembly. In: *Nature* 437 (7059), S. 640–647. DOI: 10.1038/nature04162.
- Chiang, Hsu-Wen; Tien, Chi (1985): Dynamics of deep-bed filtration. Part I: Analysis of two limiting situations. In: *AIChE J* 31 (8), S. 1349–1359. DOI: 10.1002/aic.690310814.
- Colombo, P. (2006): Conventional and novel processing methods for cellular ceramics. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 364 (1838), S. 109–124. DOI: 10.1098/rsta.2005.1683.
- Colombo, P.; Degischer, H. Peter (2012): Highly Porous Metals and Ceramics. In: *Adv. Eng. Mater.* 14 (12), S. 1051. DOI: 10.1002/adem.201200347.
- Conti, C.; Netter, P. (1992): Deep filtration of liquid metals: Application of a simplified model based on the limiting trajectory method. In: *Separations Technology* 2 (1), S. 46–56.

- Damoah, Lucas Nana Wiredu; Zhang, Lifeng (2010): Removal of Inclusions from Aluminum Through Filtration. In: *Metall and Materi Trans B* 41 (4), S. 886–907. DOI: 10.1007/s11663-010-9367-3.
- Dávila-Maldonado, O.; Adams, A.; Oliveira, L.; Alquist, B.; Morales, R. D. (2008): Simulation of Fluid and Inclusions Dynamics during Filtration Operations of Ductile Iron Melts Using Foam Filters. In: *Metall and Materi Trans B* 39 (6), S. 818-839. DOI: 10.1007/s11663-008-9190-2.
- Delannay, F.; Froyen, L.; Deruyttere, A. (1987): The wetting of solids by molten metals and its relation to the preparation of metal-matrix composites. In: *J Mater Sci* 22 (1), S. 1–16. DOI: 10.1007/BF01160545.
- Derjaguin, B.; Landau, L. (1941): Theory of the stability of strongly charged lyophobic sols and of the adhesion of strongly charged particles in solutions of electrolytes. In: *Acta Physico Chemica URSS* 14 (633).
- Dickenson, T. Christopher (1992): *Filters and filtration handbook*. 3rd ed. Oxford, U.K.: Elsevier Advanced Technology.
- Ditscherlein, Lisa (2015): Detektion von Nanobubbles mithilfe von Rasterkraftmikroskopie. Masterarbeit. TU Bergakademie Freiberg, Freiberg. Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik.
- Dore, J. E.; Yarwood, J. C. (1977): CERAMIC FOAM - A UNIQUE METHOD OF FILTERING MOLTEN ALUMINUM ALLOYS. In: *Light Met, AIME Annu Meet, 106th, Proc of Sess 2*, S. 171–189. Online verfügbar unter <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0017434091&partnerID=40&md5=15f3afe65c91b359bc16149496845469>.
- Dörfler, Hans-Dieter (2002): *Grenzflächen und kolloid-disperse Systeme*. Physik und Chemie ; mit 88 Tabellen. Berlin [u.a.]: Springer.
- Doutre, D. A.; Guthrie, Roderick I. L. (1985): Method and apparatus for the detection and measurement of particulates in molten metal. Veröffentlichungsnr: US4555662 A.
- Doutre, D. A.; Hay, G.; Wales, P. A. (1998): Portable liquid metal filtration device for inclusion analysis. Veröffentlichungsnr: US5827982 A.

- Duval, H.; Rivière, C.; Laé, É.; Le Brun, P.; Guillot, J.-B. (Hg.) (2007): Simulation of aluminum filtration including lubrication effect in three-dimensional foam microstructures. TMS Light Met. Orlando, FL (TMS 2007 Annual Meeting and Exhibition). Online verfügbar unter <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-34547888062&partnerID=40&md5=75ec5c5cf1ac74e613c76508dd95ccd6>.
- Duval, H.; Rivière, C.; Laé, É.; Le Brun, P.; Guillot, J.-B. (2009): Pilot-scale investigation of liquid aluminum filtration through ceramic foam filters: Comparison between coulter counter measurements and metallographic analysis of spent filters. In: *Metall Mat Trans B Process Metall Mat Process Sci* 40 (2), S. 233–246. DOI: 10.1007/s11663-008-9222-y.
- Eckert, C. E.; Miller, R. E.; Apelian, D.; Mutharasan, Raj (Hg.) (1984): MOLTEN ALUMINUM FILTRATION: FUNDAMENTALS AND MODELS. Light Metals 1984. Proceedings of Technical Sessions at the 113th Annual Meeting of AIME. Warrendale, Pa, USA.
- Emmel, Marcus (2014): Development of active and reactive carbon bonded filter materials for steel melt filtration.
- Emmel, Marcus; Aneziris, Christos G. (2012): Development of novel carbon bonded filter compositions for steel melt filtration. In: *Ceramics International* 38 (6), S. 5165–5173. DOI: 10.1016/j.ceramint.2012.03.022.
- Emmel, Marcus; Aneziris, Christos G.; Schmidt, Gert; Krewerth, Dominik; Biermann, Horst (2013): Influence of the Chemistry of Surface Functionalized Ceramic Foam Filters on the Filtration of Alumina Inclusions in Steel Melts. In: *Adv. Eng. Mater.* 15 (12), S. 1188–1196. DOI: 10.1002/adem.201300118.
- Evonik Industries AG (2011): Product information - Dynasylan F 8261. Hg. v. Evonik Industries AG. Online verfügbar unter www.dynasylan.com.
- Fankhänel, Beate; Stelter, Michael; Voigt, Claudia; Aneziris, Christos G. (2015): Wettability of AlSi5Mg on Spodumene. In: *Metall and Materi Trans B*. DOI: 10.1007/s11663-015-0307-0.
- Fowkes, Frederick M. (1964): Attractive forces at Interfaces. In: *Ind. Eng. Chem.* 56 (12), S. 40–52. DOI: 10.1021/ie50660a008.
- Fowkes, Frederick M.; Kaczinski, Mary B.; Dwight, David W. (1991): Characterization of polymer surface sites with contact angles of test solutions. 1. Phenol and iodine

- adsorption from methylene iodide onto PMMA films. In: *Langmuir* 7 (11), S. 2464–2470. DOI: 10.1021/la00059a012.
- Fritzsche, Jörg; Peuker, Urs Alexander (2013): The Influence of Particle Agglomeration on the Filtration Efficiency of Ceramic Foam Filters. In: *Filtech Exhibitions Germany* (Hg.): *Filtech 2013. Content: Full Papers. Filtech 2013. Wiesbaden, 22.-24.10 2013*, S. L2.
- Fritzsche, Jörg; Peuker, Urs Alexander (2014a): Particle adhesion on highly rough hydrophobic surfaces: The distribution of interaction mechanisms. In: *Colloids Surf., A* 459, S. 166–171. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2014.07.002.
- Fritzsche, Jörg; Peuker, Urs Alexander (2014b): Untersuchungen zur mechanischen Agglomeratfestigkeit bei der Filtration von Metallschmelzen. *Process Net. Karlsruhe, 2014*.
- Fritzsche, Jörg; Peuker, Urs Alexander (2015): Wetting and Adhesive Forces on Rough Surfaces – An Experimental and Theoretical Study. In: *Procedia Engineering* 102, S. 45–53. DOI: 10.1016/j.proeng.2015.01.105.
- Fritzsche, Jörg; Peuker, Urs Alexander (2016): Modeling adhesive force distributions on highly rough surfaces. In: *Powder Technol.* 289, S. 88–94. DOI: 10.1016/j.powtec.2015.11.057.
- Fritzsche, Jörg; Teichmann, Jakob; Heuzeroth, Fabian; Boogaart, Karl Gerald van den; Peuker, Urs Alexander (2013): Impact of Wetting to the Agglomeration of Dispersed Particles in an Aqueous Medium. In: *Adv. Eng. Mater.* 15 (12), S. 1299–1306. DOI: 10.1002/adem.201300120.
- Gorham, D. A.; Kharaz, A. H. (2000): The measurement of particle rebound characteristics. In: *Powder Technol.* 112 (3), S. 193–202. DOI: 10.1016/S0032-5910(00)00293-X.
- Götzinger, Martin; Peukert, Wolfgang (2003a): Dispersive forces of particle–surface interactions: direct AFM measurements and modelling. In: *Powder Technol.* 130 (1-3), S. 102–109. DOI: 10.1016/S0032-5910(02)00234-6.
- Götzinger, Martin; Peukert, Wolfgang (2003b): Haftkraftverteilungen von rauen Haftsystemen am Beispiel Kugel–Platte. In: *Chem. Ing. Tech.* 75 (12), S. 1848–1852. DOI: 10.1002/cite.200303255.

- Götzing, Martin; Peukert, Wolfgang (2004): Particle Adhesion Force Distributions on Rough Surfaces. In: *Langmuir* 20 (13), S. 5298–5303. DOI: 10.1021/la049914f.
- Guthrie, Roderick I. L.; Isac, Mihaiela (2012): In-Situ Sensors for Liquid Metal Quality. In: *High Temperature Materials and Processes* 31 (4-5). DOI: 10.1515/htmp-2012-0101.
- Hamaker, H. C. (1937): The London—van der Waals attraction between spherical particles. In: *Physica* 4 (10), S. 1058–1072. DOI: 10.1016/S0031-8914(37)80203-7.
- Hammerschmid, Peter; Janke, Dieter (1988): State of Knowledge Regarding the Separation of Inclusions in the Filtration of Steel Melts. In: *Stahl Eisen* 108 (5), S. 45–53.
- Hampton, Marc A.; Donose, Bogdan C.; Nguyen, Anh V. (2008): Effect of alcohol–water exchange and surface scanning on nanobubbles and the attraction between hydrophobic surfaces. In: *J Colloid Interface Sci* 325 (1), S. 267–274. DOI: 10.1016/j.jcis.2008.05.044.
- Hampton, Marc A.; Nguyen, Anh V. (2009): Systematically altering the hydrophobic nanobubble bridging capillary force from attractive to repulsive. In: *J Colloid Interface Sci* 333 (2), S. 800–806. DOI: 10.1016/j.jcis.2009.01.035.
- Hampton, Marc A.; Nguyen, Anh V. (2010): Nanobubbles and the nanobubble bridging capillary force. In: *Adv Colloid Interface Sci* 154 (1-2), S. 30–55. DOI: 10.1016/j.cis.2010.01.006.
- Hansson, Petra M.; Hormozan, Yashar; Brandner, Birgit D.; Linnros, Jan; Claesson, Per M.; Swerin, Agne et al. (2013): Hydrophobic pore array surfaces: Wetting and interaction forces in water/ethanol mixtures. In: *J Colloid Interface Sci* 396, S. 278–286. DOI: 10.1016/j.jcis.2013.01.040.
- Happel, John (1958): Viscous flow in multiparticle systems: Slow motion of fluids relative to beds of spherical particles. In: *AIChE J* 4 (2), S. 197–201. DOI: 10.1002/aic.690040214.
- Happel, John (1959): Viscous flow relative to arrays of cylinders. In: *AIChE J* 5 (2), S. 174–177. DOI: 10.1002/aic.690050211.
- Hartmüller, Jürgen; Ripperger, Siegfried (2014): Berechnung der Haftung von Pulverpartikeln an strukturierten Oberflächen. In: *Chem. Ing. Tech.*, S. n/a. DOI: 10.1002/cite.201300039.
- Hellmann, A.; Schmidt, K.; Ripperger, Siegfried (2012): Berechnung der Staubabscheidung in faserförmigen Filtermedien. In: *Filtrieren und Separieren* 26 (6), S. 396–404.

- Henry, W. (1803): Experiments on the Quantity of Gases Absorbed by Water, at Different Temperatures, and under Different Pressures. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 93 (0), S. 29–274. DOI: 10.1098/rstl.1803.0004.
- Heuzeroth, Fabian; Fritzsche, Jörg; Peuker, Urs Alexander (2014): Raster-Kraft-Mikroskopie zur Evaluation der Abscheideeffizienz bei der Metallschmelzefiltration. In: *Chem. Ing. Tech.* 86 (6), S. 874–882. DOI: 10.1002/cite.201300183.
- Heuzeroth, Fabian; Fritzsche, Jörg; Peuker, Urs Alexander (2015a): Wetting and its influence on the filtration ability of ceramic foam filters. In: *Particuology* 18 (6), S. 50–57. DOI: 10.1016/j.partic.2014.06.001.
- Heuzeroth, Fabian; Fritzsche, Jörg; Werzner, Eric; Mendes, Miguel A. A.; Ray, Subhashis; Trimis, Dimosthenis; Peuker, Urs Alexander (2015b): Viscous force — An important parameter for the modeling of deep bed filtration in liquid media. In: *Powder Technol.* 283, S. 190–198. DOI: 10.1016/j.powtec.2015.05.018.
- Heuzeroth, Fabian; Peuker, Urs Alexander (2013): Development of a model system to investigate the filtration efficiency of ceramic foam filters used in metal melt filtration. In: Filtech Exhibitions Germany (Hg.): Filtech 2013. Content: Full Papers. Filtech 2013. Wiesbaden, 22.-24.10 2013.
- Hiller, Rainer (1980): Der Einfluss von Partikelstoss und Partikelhaftung auf die Abscheidung in Faserfiltern. Dissertation. Technische Hochschule Fridericiana Karlsruhe, Karlsruhe. Online verfügbar unter <http://d-nb.info/810958899>.
- Hiller, Rainer (1981): Effect of Particle Impact and Particle Adhesion on Precipitation in Fiber Filters. In: *Fortsche Ber VDI* (61).
- Hiller, Rainer; Löffler, Friedrich (1980): Influence of the degree of impact and the degree of adhesion on the separation of particles in fibre filters. In: *Staub Reinhalt. Luft* 40 (9), S. 405–411.
- Hoek, Eric M.V.; Agarwal, Gaurav K. (2006): Extended DLVO interactions between spherical particles and rough surfaces. In: *J Colloid Interface Sci* 298 (1), S. 50–58. DOI: 10.1016/j.jcis.2005.12.031.

- Hoferer, J.; Lehmann, Martin J.; Hardy, E. H.; Meyer, Jörg; Kasper, Gerhard (2006): Highly Resolved Determination of Structure and Particle Deposition in Fibrous Filters by MRI. In: *Chem. Eng. Technol.* 29 (7), S. 816–819. DOI: 10.1002/ceat.200600047.
- Hoffmann, Bernd; Weyrauch, S.; Kubier, Bernd (2002): Zur Berechnung von Haftkräften an raugkeitsbehafteten Oberflächen. In: *Chem. Ing. Tech.* 74 (12), S. 1722–1726. DOI: 10.1002/cite.200290013.
- Hübschen, Bettina (2004): Grundlagenuntersuchungen zur Tiefenfiltration von Metallen. Aachen: Shaker (Schriftenreihe des IME / Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling, Institut und Lehrstuhl der RWTH Aachen, Bd. 10).
- Hübschen, Bettina; Krüger, J. G.; Keegan, N. J.; Schneider, W. (Hg.) (2000): A new approach for the investigation of the fluid flow in ceramic foam filters. *Light Met* (Warrendale Pa). Nashville, TN (Light Metals 2000).
- Huhtanen, Mikko (2012): Software for design of experiments and response modelling of cake filtration applications. Dissertation. Lappeenranta University of Technology, Lappeenranta.
- Iida, Kotaro; Otsuka, Akinobu; Danjo, Kazumi; Sunada, Hisakazu (1993): Measurement of the Adhesive Force between Particles and a Substrate by Means of the Impact Separation Method. Effect of the Surface Roughness and Type of Material of the Substrate. In: *Chem. Pharm. Bull.* 41 (9), S. 1621–1625. DOI: 10.1248/cpb.41.1621.
- Ishida, Naoyuki; Sakamoto, Masanobu; Miyahara, Minoru; Higashitani, Ko (2000): Attraction between Hydrophobic Surfaces with and without Gas Phase. In: *Langmuir* 16 (13), S. 5681–5687. DOI: 10.1021/la991146i.
- Israelachvili, Jacob N. (2011): Intermolecular and surface forces. 3rd ed. Burlington, MA: Academic Press.
- Israelachvili, Jacob N.; Tabor, D. (1972): The measurement of van der Waals dispersion forces in the range 1.5 to 130 nm. In: *Proceedings of the Royal Society of London* 331, S. 19–38.
- Ives, K. J. (1975): *The Scientific Basis of Filtration*. Dordrecht: Springer Netherlands.
- Janke, Dieter; Raiber, Klaus (1996): Grundlegende Untersuchungen zur Optimierung der Filtration von Stahlschmelzen. Forschungsvertrag Nr. 7210-CF/106, Abschlußbericht.

- Brüssel [u.a.]: Kommission der Europä. Gemeinschaften (Technische Forschung Stahl : Stahlerzeugung, 15628 DE).
- Jaunich, H.; Pech, B.; Aneziris, Christos G. (2003): Vorsprung durch Innovation bei der Entwicklung von Speisern und Filtern für die Giessereitechnik. In: *Ceramic forum international* (80), S. D11-D15.
- Joseph, G. G.; Zenit, R.; Hunt, M. L.; Rosenwinkel, A. M. (2001): Particle–wall collisions in a viscous fluid. In: *J. Fluid Mech.* 433, S. 329–346. DOI: 10.1017/S0022112001003470.
- Kanaoka, Chikao; Emi, Hitoshi; Hiragi, S.; Myojo, T. (Hg.) (1986): MORPHOLOGY OF PARTICULATE AGGLOMERATES ON A CYLINDRICAL FIBER AND A COLLECTION EFFICIENCY OF A DUST LOADED FIBER. Aerosols: Formation and Reactivity, Proceedings - Second International Aerosol Conference. Oxford, Engl, Berlin, West Ger: Pergamon Press.
- Kanaoka, Chikao; Emi, Hitoshi; Myojo, Toshihiko (1980): Simulation of the growing process of a particle dendrite and evaluation of a single fiber collection efficiency with dust load. In: *J. Aerosol Sci.* 11 (4), S. 377–389. DOI: 10.1016/0021-8502(80)90046-4.
- Kang, Hie Chan; Jacobi, Anthony M. (2011): Equilibrium contact angles of liquid droplets on ideal rough solids. In: *Langmuir* 27 (24), S. 14910–14918. DOI: 10.1021/la2031413.
- Kasper, Gerhard; Schollmeier, Stefan; Meyer, Jörg (2010): Structure and density of deposits formed on filter fibers by inertial particle deposition and bounce. In: *J. Aerosol Sci.* 41 (12), S. 1167–1182. DOI: 10.1016/j.jaerosci.2010.08.006.
- Kau, Sara M.; Lawler, Desmond F. (1995): Dynamics of Deep-Bed Filtration: Velocity, Depth, and Media. In: *J. Environ. Eng.* 121 (12), S. 850–859. DOI: 10.1061/(ASCE)0733-9372(1995)121:12(850).
- Kennedy, M. W.; Zhang, K.; Fritzsche, R.; Akhtar, S.; Bakken, J. A.; Aune, R. E. (2013): Characterization of Ceramic Foam Filters Used for Liquid Metal Filtration. In: *Metall Mat Trans B Process Metall Mat Process Sci*, S. 1–20. DOI: 10.1007/s11663-013-9799-7.
- Kern GmbH (Hg.): Polytetrafluorethylen (PTFE). Online verfügbar unter <http://www.kern.de/cgi-bin/riweta.cgi?nr=1601&lng=1>, zuletzt geprüft am 15.07.2015.

- Kiss, L. I.; Bui, R. T.; Kocaefe, D.; Fortin, Y.; Waite, P. (Hg.) (2001): Flow structure and stability of the deposition layer in deep-bed filters. Light Met (Warrendale Pa). New Orleans, LA (Light Metals 2001).
- Klinger, C.; Bettge, D. (2013): Axle fracture of an ICE3 high speed train. In: *Engineering Failure Analysis* 35, S. 66–81. DOI: 10.1016/j.engfailanal.2012.11.008.
- Klinter, Andreas J.; Mendoza-Suarez, Guillermo; Drew, Robin A.L. (2008): Wetting of pure aluminum and selected alloys on polycrystalline alumina and sapphire. In: *Materials Science and Engineering: A* 495 (1-2), S. 147–152. DOI: 10.1016/j.msea.2007.10.113.
- Knüppel, Helmut; Brotzmann, Karl; Förster, Nikolaus W. (1965): Untersuchungen über oxydische Verunreinigungen in aluminiumberuhigten, weichen Stählen. In: *Stahl Eisen* 85 (11), S. 675–688.
- Kralchevsky, Peter A.; Denkov, Nikolai D. (2001): Capillary forces and structuring in layers of colloid particles. In: *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* 6 (4), S. 383–401. DOI: 10.1016/S1359-0294(01)00105-4.
- Kralchevsky, Peter A.; Nagayama, Kuniaki (1994): Capillary forces between colloidal particles. In: *Langmuir* 10 (1), S. 23–36. Online verfügbar unter <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0028277134&partnerID=40&md5=99333582149f2066dc9dd5812740c604>.
- Krewerth, Dominik (2015): Experimentelle Analyse des Einflusses nichtmetallischer Einschlüsse auf Anrissbildung und Lebensdauer im Bereich hoher und sehr hoher Zyklenzahlen. Dissertation. TU Bergakademie Freiberg, Freiberg.
- Krüger, Marianne (2014): Zur Filtrationseffizienz von keramischen Schaumfiltern. Masterarbeit. TU Bergakademie Freiberg, Freiberg. Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik.
- Krupp, H. (1966): Theory of Adhesion of Small Particles. In: *J. Appl. Phys.* 37 (11), S. 4176. DOI: 10.1063/1.1707996.
- Krupp, H. (1967): Particle adhesion theory and experiment. In: *Adv Colloid Interface Sci* 1 (2), S. 111–239. DOI: 10.1016/0001-8686(67)80004-6.

- Kubiak, K. J.; Wilson, M.C.T.; Mathia, T. G.; Carval, Ph. (2011): Wettability versus roughness of engineering surfaces. In: *Wear* 271 (3-4), S. 523–528. DOI: 10.1016/j.wear.2010.03.029.
- Kwok, D. Y.; Neumann, A. W. (1999): Contact angle measurement and contact angle interpretation. In: *Adv Colloid Interface Sci* 81 (3), S. 167–249. DOI: 10.1016/S0001-8686(98)00087-6.
- Laé, É.; Duval, H.; Rivière, C.; Le Brun, P.; Guillot, J.-B. (Hg.) (2006): Experimental and numerical study of ceramic foam filtration. TMS Light Metals. San Antonio, TX (135th TMS Annual Meeting, 2006).
- Laitinen, Ossi; Bauer, Kevin; Niinimäki, J.; Peuker, Urs Alexander (2013): Validity of the Rumpf and the Rabinovich adhesion force models for alumina substrates with nanoscale roughness. In: *Powder Technol.* 246, S. 545–552. DOI: 10.1016/j.powtec.2013.05.051.
- Lamb, Horace (1924): *Hydrodynamics*. 5. ed. Cambridge: Cambridge University Press.
- Lee, Jysoo; Koplik, Joel (2001): Network model for deep bed filtration. In: *Phys. Fluids* 13 (5), S. 1076. DOI: 10.1063/1.1359747.
- Lehmann, Martin J. (2005): *Untersuchungen zur Struktur und zur Beladungskinetik von Tiefenfiltern*. Univ., Diss.--Karlsruhe, 2005. Karlsruhe, Karlsruhe: Univ.-Verl. Karlsruhe; Univ. Online verfügbar unter <http://d-nb.info/976560313>.
- Lifshitz, E. M. (1956): The Theory of Molecular Attractive Forces between Solids. In: *Soviet Physics* 2 (1), S. 73–83.
- Lin, Hsiang-Ku; Pryadko, Leonid; Walker, Sharon; Zandi, Roya (2009): Attachment and detachment rate distributions in deep-bed filtration. In: *Phys. Rev. E* 79 (4). DOI: 10.1103/PhysRevE.79.046321.
- Löffler, Friedrich (1965): *Untersuchung der Haftkräfte zwischen Feststoffteilchen und Filterfaseroberflächen*. Dissertation. Technische Hochschule Fridericiana Karlsruhe, Karlsruhe. Maschinenwesen. Online verfügbar unter <http://d-nb.info/481275711>.
- Lösch, Sebastian (2015): *Herstellung und Beurteilung funktionalisierter Cellulose-Tiefenfilterschichten*. Dissertation. TU Bergakademie Freiberg, Freiberg. Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik.

- Lösch, Sebastian; Peuker, Urs Alexander (2013): Untersuchungen zum Ionenaustausch in funktionalisierten Cellulose-Tiefenfilterschichten. Investigations Concerning the Ion Exchange in Functionalized Cellulose Depth Filter Sheets. In: *Chem. Ing. Tech.* 85 (12), S. 1872–1877. DOI: 10.1002/cite.201300019.
- Luckert, Klaus (2004): Handbuch der mechanischen Fest-Flüssig-Trennung. Essen: Vulkan-Verlag.
- Luttrell, G.H; Yoon, Roe-Hoan (1992): A hydrodynamic model for bubble—particle attachment. In: *J Colloid Interface Sci* 154 (1), S. 129–137. DOI: 10.1016/0021-9797(92)90085-Z.
- Luyten, J.; Mullens, S.; Coymans, J.; De Wilde, A. M.; Thijs, I.; Kemps, R. (2009): Different methods to synthesize ceramic foams. In: *Referred Papers Presented at 3rd International Conference on Shaping of Advanced Ceramics (Shaping 3) 3rd International Conference on Shaping of Advanced Ceramics* 29 (5), S. 829–832. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.07.039.
- Matthews, A. L. (1996): Ceramic Filters for the Cast Metal Industry. In: *KEM* 122-124, S. 293–304. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.122-124.293.
- Muhr, Wilfried (1976): Theoretische und experimentelle Untersuchung der Partikelabscheidung in Faserfiltern durch Feld- und Traegheitskraefte. Dissertation. Universität Karlsruhe, Karlsruhe. Mechanische Verfahrenstechnik.
- Oss, Carel Jan van (2003): Long-range and short-range mechanisms of hydrophobic attraction and hydrophilic repulsion in specific and aspecific interactions. In: *J. Mol. Recognit.* 16 (4), S. 177–190. DOI: 10.1002/jmr.618.
- Oss, Carel Jan van (2006): Interfacial forces in aqueous media. 2nd ed. Boca Raton, Fla: Taylor & Francis Ltd.
- Oss, Carel Jan van; Chaudhury, M. K.; Good, Robert J. (1988): Interfacial Lifshitz-van der Waals and polar interactions in macroscopic systems. In: *Chem. Rev.* 88 (6), S. 927–941. DOI: 10.1021/cr00088a006.
- Ovčinnikov, Sergej (2002): Kontrollierte Erstarrung und Einschlußbildung bei der Desoxidation von hochreinen Stahlschmelzen, TU Bergakademie Freiberg.

- Park Systems (2011): XEP. Data Acquisition Program for XE series SPM.
- Parker, John L.; Claesson, Per M.; Attard, Phil (1994): Bubbles, cavities, and the long-ranged attraction between hydrophobic surfaces. In: *J. Phys. Chem.* 98 (34), S. 8468–8480. DOI: 10.1021/j100085a029.
- Parsons, Drew F.; Walsh, Rick B.; Craig, Vincent S. J. (2014): Surface forces: surface roughness in theory and experiment. In: *J Chem Phys* 140 (16), S. 164701. DOI: 10.1063/1.4871412.
- Payatakes, Alkiviades C.; Rajagopalan, Rajamani; Tien, Chi (1974): Application of porous media models to the study of deep bed filtration. In: *Can. J. Chem. Eng.* 52 (6), S. 722–731. DOI: 10.1002/cjce.5450520605.
- Peterson, R.; Chesonis, D. C.; DeYoung, D. H.; Lake, D. E.; Ridler, N. R. (Hg.) (2002): LiMCA comparison of a bed filter and a two stage ceramic foam filter. 131st TMS Annual Meeting. Seattle, WA.
- Peuker, U. A.; Stahl, W. (2001): Steam pressure filtration: Mechanical-thermal dewatering process. In: *Dry. Technol.* 19 (5), S. 807–848. DOI: 10.1081/DRT-100103771.
- Peuker, Urs Alexander (2012): Liquid Metal Filtration - New Approaches. Paper-Nr. P296. World Filtration Congress WFC11. Graz, 16.04.2012.
- Pietsch, W.; Rumpf, Hans (1967): Haftkraft, Kapillardruck, Flüssigkeitsvolumen und Grenzwinkel einer Flüssigkeitsbrücke zwischen zwei Kugeln. In: *Chem. Ing. Tech.* 39 (15), S. 885–893. DOI: 10.1002/cite.330391502.
- Quééré, David (2008): Wetting and Roughness. In: *Annu. Rev. Mater. Res.* 38 (1), S. 71–99. DOI: 10.1146/annurev.matsci.38.060407.132434.
- Rabinovich, Yakov I.; Adler, Joshua J.; Ata, Ali; Singh, Rajiv K.; Moudgil, Brij M. (2000a): Adhesion between Nanoscale Rough Surfaces. In: *J Colloid Interface Sci* 232 (1), S. 10–16. DOI: 10.1006/jcis.2000.7167.
- Rabinovich, Yakov I.; Adler, Joshua J.; Ata, Ali; Singh, Rajiv K.; Moudgil, Brij M. (2000b): Adhesion between Nanoscale Rough Surfaces. In: *J Colloid Interface Sci* 232 (1), S. 17–24. DOI: 10.1006/jcis.2000.7168.

- Raiber, Klaus (1993): Grundlegende Untersuchungen zur Optimierung der Filtration von Stahlschmelzen. Als Ms. gedr. Düsseldorf: VDI-Verl. (Fortschritt-Berichte VDI Reihe 3, Verfahrenstechnik, 345).
- Raiber, Klaus; Hammerschmid, Peter; Janke, Dieter (1995): Experimental Studies on Al₂O₃ Inclusion Removal from Steel Melts Using Ceramic Filters. In: *ISIJ Int* 35 (4), S. 380–388. DOI: 10.2355/isijinternational.35.380.
- Raiber, Klaus; Hantusch, J.; Hammerschmid, Peter; Janke, Dieter (1996): Development of a new ceramic inclusion separator for steel melts. In: *Steel Res* 67 (12), S. 537–542.
- Rajagopalan, Rajamani; Tien, Chi (1976): Trajectory analysis of deep-bed filtration with the sphere-in-cell porous media model. In: *AIChE J* 22 (3), S. 523–533. DOI: 10.1002/aic.690220316.
- Rajagopalan, Rajamani; Tien, Chi (1977): Single collector analysis of collection mechanisms in water filtration. In: *Can. J. Chem. Eng.* 55 (3), S. 246–255. DOI: 10.1002/cjce.5450550303.
- Rembor, Hans-Jörg (2002): Das Verhalten von Tiefenfiltern bei zunehmender Beladung. Univ., Diss.--Karlsruhe, 2001. Aachen: Shaker (Berichte aus der Verfahrenstechnik).
- Reynolds, O. (1886): On the Theory of Lubrication and Its Application to Mr. Beauchamp Tower's Experiments, Including an Experimental Determination of the Viscosity of Olive Oil. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 177 (0), S. 157–234. DOI: 10.1098/rstl.1886.0005.
- Roesch, Karl; Zeuner, Hans; Zimmermann, Kurt (1982): Stahlguss. 2., völlig neu bearbeitete und erw. Aufl. Düsseldorf: Stahleisen (Stahleisen-Bücher, Bd. 17).
- Rubin, Gerhard (1977): Widerstands- und Auftriebsbeiwerte von ruhenden, kugelförmigen Partikeln in stationären, wandnahen laminaren Grenzschichten. Dissertation. Universität Karlsruhe. Chemieingenieurwesen.
- Rumpf, Hans (1974): Die Wissenschaft des Agglomerierens. In: *Chem. Ing. Tech.* 46 (1), S. 1–11. DOI: 10.1002/cite.330460102.
- Sahai, Yogeshwar; Emi, Toshihiko (1996): Criteria for Water Modeling of Melt Flow and Inclusion Removal in Continuous Casting Tundishes. In: *ISIJ Int* 36 (9), S. 1166–1173. DOI: 10.2355/isijinternational.36.1166.

- Scheffler, Eberhard (1986): Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung. 2., stark überarb. Aufl. Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie.
- Schilling, Jonas (2014): Experimentelle Modellierung eines keramischen Schaumfilters an einem Einzelkollektorversuchsstand. Masterarbeit. TU Bergakademie Freiberg, Freiberg. Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik.
- Schöbel, Patrick (2014): Versuche zur Einzelkollektorabscheidung. Studienarbeit. TU Bergakademie Freiberg, Freiberg. Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik.
- Schubert, Heinrich (2003): Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik. Weinheim: Wiley-VCH.
- Schubert, Helmar (1982): Kapillarität in porösen Feststoffsystemen. Berlin u.a: Springer.
- Schwartzwalder, K.; Somers, A. V. (1963): Method of making porous ceramic articles. Veröffentlichungsnr: 3090094.
- Schweers, E.; Umhauer, H.; Löffler, Friedrich (1992): Particle collection efficiency of individual fibers of variable arrangements. In: *Proceedings of the 1992 European Aerosol Conference 23*, Supplement 1 (0), S. 733–736. DOI: 10.1016/0021-8502(92)90516-X.
- Schweers, Elke (1993): Einfluß der Filterstruktur auf das Filtrationsverhalten von Tiefenfiltern. Univ., Diss.–Karlsruhe, 1993. Düsseldorf: VDI-Verl. (Fortschritt-Berichte VDI Reihe 3, 340).
- Sharma, Mukul M.; Yortsos, Y. C. (1987): Network model for deep bed filtration processes. In: *AIChE J* 33 (10), S. 1644–1653. Online verfügbar unter <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0023436731&partnerID=40&md5=e3927d7d167b2c6abadf2db5688f9fd9>.
- Siebertz, Karl; van Bebber, David; Hochkirchen, Thomas (2010): Statistische Versuchsplanung. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- Stanică, C.; Moldovan, P. (2009): Aluminum melt cleanliness performance evaluation using PoDFA (porous disk filtration apparatus) technology. In: *UPB Sci Bull Ser B* 71 (4), S. 107–114.

- Stefan, J. (1875): Versuche über die scheinbare Adhäsion. In: *Ann. Phys. Chem.* 230 (2), S. 316–318. DOI: 10.1002/andp.18752300213.
- Storm, J.; Abendroth, M.; Emmel, Marcus; Liedke, Th.; Ballaschk, U.; Voigt, Claudia et al. (2013): Geometrical modelling of foam structures using implicit functions. In: *International Journal of Solids and Structures* 50 (3–4), S. 548–555. DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2012.10.026.
- Suneja, S. K.; Lee, C. H. (1974): Aerosol filtration by fibrous filters at intermediate Reynolds numbers (≤ 100). In: *Atmospheric Environment (1967)* 8 (11), S. 1081–1094. DOI: 10.1016/0004-6981(74)90043-2.
- Syvertsen, Martin; Kvithyld, Anne; Bao, Sarina; Nordmark, Arne; Johansson, Anders (2014): Parallel Laboratory and Industrial Scale Aluminium Filtration Tests with Al₂O₃ and SiC Based CFF Filters. In: John Grandfield (Hg.): *Light Metals 2014*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, S. 1041–1046.
- Thümmler, Silke; Höhne, Detlef; Husemann, Klaus (2005): Charakterisierung der Benetzungseigenschaften hydrophober Pulver mit der kapillaren Steighöhenmessung. In: *Chem. Ing. Tech.* 77 (3), S. 297–300. DOI: 10.1002/cite.200407078.
- Tian, Chenguo; Guthrie, Roderick I. L. (1995): Direct simulation of initial filtration phenomena within highly porous media. In: *Metall and Materi Trans B* 26 (3), S. 537–546. DOI: 10.1007/BF02653871.
- Tian, Chenguo; Mazumdar, Dipak; Guthrie, Roderick I. L. (1999): Analyses of the dynamic processes of liquid metal filtration. In: *Metall Mat Trans B Process Metall Mat Process Sci* 30 (5), S. 891–900. Online verfügbar unter <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0033207542&partnerID=40&md5=3c8776894e2a278239972d0943081adc>.
- Tichy, Josef Walter (2007): Zum Einfluss des Filtermittels und der auftretenden Interferenzen zwischen Filterkuchen und Filtermittel bei der Kuchenfiltration. Techn. Univ., Diss.-- Kaiserlautern, 2007. Als Ms. gedr. Düsseldorf: VDI-Verl. (Fortschritt-Berichte VDI Reihe 3, Verfahrenstechnik, 877).

- Tien, Chi; Payatakes, Alkiviades C. (1979): Advances in deep bed filtration. In: *AIChE J* 25 (5), S. 737–759. Online verfügbar unter <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0018517128&partnerID=40&md5=e377311ce516fc78449425445bfb60a3>.
- Tokunaga, Junji (1975): Solubilities of oxygen, nitrogen, and carbon dioxide in aqueous alcohol solutions. In: *J. Chem. Eng. Data* 20 (1), S. 41–46. DOI: 10.1021/je60064a025.
- Uemura, Ken-ichiro; Takahashi, Masamitsu; Koyama, Shinji; Nitta, Masaki (1992): Filtration Mechanism of Non-metallic Inclusions in Steel by Ceramic Loop Filter. In: *ISIJ Int* 32 (1), S. 150–156. DOI: 10.2355/isijinternational.32.150.
- Valipour M., N.; Birjandi, F. Ch.; Sargolzaei, J. (2014): Super-non-wettable surfaces: A review. In: *Colloids Surf., A* 448, S. 93–106. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2014.02.016.
- VDI e.V. (Hg.) (2013): VDI-Wärmeatlas. 11., bearb. und erw. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; Springer.
- Verwey, E. J. W.; Overbeek, J. Th. (1948): Theory of the Stability of Lyophobic Colloids. The Interaction of Sol Particles having an Electric Double Layer. Amsterdam: Elsevier.
- Vinogradova, Olga I. (1995): Drainage of a Thin Liquid Film Confined between Hydrophobic Surfaces. In: *Langmuir* 11 (6), S. 2213–2220. DOI: 10.1021/la00006a059.
- Voigt, Claudia; Jäckel, Eva; Aneziris, Christos G.; Hubáľková, Jana (2013): Investigations of reticulated porous alumina foam ceramics based on different coating techniques with the aid of micro CT and statistical characteristics. In: *Ceramics International* 39 (3), S. 2415–2422. DOI: 10.1016/j.ceramint.2012.09.001.
- Washburn, Edward W. (1921): The Dynamics of Capillary Flow. In: *Phys. Rev.* 17 (3), S. 273–283. DOI: 10.1103/PhysRev.17.273.
- Wenzel, Robert N. (1936): Resistance of Solid Surfaces to Wetting by Water. In: *Ind. Eng. Chem.* 28 (8), S. 988–994. DOI: 10.1021/ie50320a024.
- Werner, Joern; Aneziris, Christos G.; Dudczig, Steffen; Rigaud, M. (2013): Young's Modulus of Elasticity of Carbon-Bonded Alumina Materials up to 1450°C. In: *J. Am. Ceram. Soc.* 96 (9), S. 2958–2965. DOI: 10.1111/jace.12526.

- Wertzner, Eric; Mendes, Miguel A. A.; Ray, Subhashis; Trimis, Dimosthenis (2013a): Modeling and simulation of metal melt filtration process. In: Filtech Exhibitions Germany (Hg.): Filtech 2013. Content: Full Papers. Filtech 2013. Wiesbaden, 22.-24.10 2013.
- Wertzner, Eric; Mendes, Miguel A. A.; Ray, Subhashis; Trimis, Dimosthenis (2013b): Numerical Investigation on the Depth Filtration of Liquid Metals: Influence of Process Conditions and Inclusion Properties. In: *Adv. Eng. Mater.* 15 (12), S. 1307–1314. DOI: 10.1002/adem.201300465.
- Whyman, G.; Bormashenko, Edward (2012): Wetting Transitions on Rough substrates: General Considerations. In: *Journal of Adhesion Science and Technology* 26 (1-3), S. 207–220.
- Yang, Wen; Duan, Haojian; Zhang, Lifeng; Ren, Ying (2013): Nucleation, Growth, and Aggregation of Alumina Inclusions in Steel. In: *JOM* 65 (9), S. 1173–1180. DOI: 10.1007/s11837-013-0687-z.
- Yang, Z. G.; Zhang, J. M.; Li, S. X.; Li, G. Y.; Wang, Q. Y.; Hui, W. J.; Weng, Y. Q. (2006): On the critical inclusion size of high strength steels under ultra-high cycle fatigue. In: *Materials Science and Engineering: A* 427 (1–2), S. 167–174. DOI: 10.1016/j.msea.2006.04.068.
- Yin, H.; Shibata, H.; Emi, T.; Suzuki, M. (1997): "In-situ" observation of collision, agglomeration and cluster formation of alumina inclusion particles on steel melts. In: *ISIJ Int* 37 (10), S. 936–945. Online verfügbar unter <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0031354592&partnerID=40&md5=69464578b14dbe657238951a5e0f1d42>.
- You, Siming; Wan, Man Pun (2013): Mathematical Models for the van der Waals Force and Capillary Force between a Rough Particle and Surface. In: *Langmuir* 29 (29), S. 9104–9117. DOI: 10.1021/la401516m.
- Young, T. (1805): An Essay on the Cohesion of Fluids. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 95 (0), S. 65–87. DOI: 10.1098/rstl.1805.0005.
- Yue, Qiang; Zou, Zong-shu; HOU, Qin-fu (2010): Aggregation Kinetics of Inclusions in Swirling Flow Tundish for Continuous Casting. In: *Journal of Iron and Steel Research, International* 17 (5), S. 6–10. DOI: 10.1016/S1006-706X(10)60091-X.

- Zamani, Amir; Maini, Brij (2009): Flow of dispersed particles through porous media — Deep bed filtration. In: *Journal of Petroleum Science and Engineering* 69 (1-2), S. 71–88. DOI: 10.1016/j.petrol.2009.06.016.
- Zeller, Andreas (2011): Substitution der Kieselgur durch regenerierbare Zellulosefasern auf einem neuartigen Filtrationssystem für Brauereien. Dissertation, TU Bergakademie Freiberg.
- Zhang, L.; Taniguchi, S. (2000): Fundamentals of inclusion removal from liquid steel by bubble flotation. In: *Int Mater Rev* 45 (2), S. 59–82. DOI: 10.1179/095066000101528313.
- Zhang, Lifeng; Thomas, Brian G. (Hg.) (2003): Inclusions in continuous casting of steel. Proceedings XXIV National Steelmaking Symposium. Morelia, Mexico, 26-28 Nov.
- Zhang, Xue Hua; Quinn, Anthony; Ducker, William A. (2008): Nanobubbles at the Interface between Water and a Hydrophobic Solid. In: *Langmuir* 24 (9), S. 4756–4764. DOI: 10.1021/la703475q.
- Zhou, X. B.; Hosson, J. Th M. de (1995): Influence of surface roughness on the wetting angle. In: *J. Mater. Res.* 10 (08), S. 1984–1992. DOI: 10.1557/JMR.1995.1984.
- Ziskind, G.; Fichman, M.; Gutfinger, C. (1995): Resuspension of particulates from surfaces to turbulent flows—Review and analysis. In: *J. Aerosol Sci.* 26 (4), S. 613–644. DOI: 10.1016/0021-8502(94)00139-P.
- Zlokarnik, Marko (1999): Rührtechnik. Theorie und Praxis. Berlin [u.a.]: Springer (Chemische Technik, Verfahrenstechnik).

11 Anhang

11.1 Herstellung Polytetrafluorethylen Pulver

Mahlparameter zur Herstellung der PTFE-Partikelgrößenverteilung < 200 µm:

- Einsatzmasse: 5g
- Anzahl der Mahlzyklen: 5
- Dauer der Mahlzyklen: 3 min
- Dauer der Zwischenkühlung: 2 min
- Partikelgröße des Ausgangsmaterials: < 2 mm

Ablauf des Mahlprozesses:

- Vorkühlen: beim ersten Durchgang 8 min, sonst 4 min (da Mahlbehälter bereits kalt)
- Stickstoff Verbrauch beachten! Wenn 20 l Flasche angesteckt ist, sollte bereits nach dem zweiten Mahlzyklus (2 mal kompletter Mahlprozess ≈ 60 min) der Behälter nachgefüllt werden
- Nach Beendigung der fünf Mahlzyklen: Entleerung des Mahlraumes in ein Plastegefäß
- Entnahme der Mahlkörper
- Abfüllen der erzeugten Partikel in den Vorratsbehälter
- Reinigung der Mahlkörper und des Mahlraumes mit einem trockenen Papiertuch
- Bei allen Arbeiten sind stets Schutzbrille und Thermohandschuhe zu tragen

11.2 Berechnung der vdW-Kräfte und der Kapillarkräfte basierend auf Kapitel 2.3

Die Berechnung beruht auf der Abb. 2.16 und der Herleitung in Kapitel 2.3. Der Wert für die Haftkraft des trockenen Systems ist Ergebnis einer Messung innerhalb des Teilprojektes B04 des SFB 920.

Berechnet nach	benötigte Größe	Einheit	Al ₂ O ₃ -Luft-Al ₂ O ₃	PTFE-Luft-PTFE	Al ₂ O ₃ -Wasser-Al ₂ O ₃	PTFE-Wasser-PTFE
Tab. 2.5	HAMAKER-konstante	10 ⁻²⁰ J	15	3,8	6,7	0,33
Annahme	effektiver Abstand <i>a</i>	m	5,00E-09	5,00E-09	5,00E-09	5,00E-09
Annahme	Partikeldurchmesser <i>d_p</i>	m	7,50E-05	7,50E-05	7,50E-05	7,50E-05
Annahme	Rauheitsdurchmesser <i>d_r</i>	m	5,00E-07	5,00E-07	5,00E-07	5,00E-07
Gl. 2.8	<i>F_{vdw}</i>	N	-2,644E-10	-6,699E-11	-1,181E-10	-5,817E-12
Tab. 2.1	Oberflächenenergie <i>σ_L</i>	J/m	0	0	0,0727	0,0727
-	Radius Partikel	m	3,75E-05	3,75E-05	3,75E-05	3,75E-05
Annahme	Kontaktwinkel Partikel-Fluid <i>q₁</i>	°	0	0	110	110
Annahme	Kontaktwinkel Fluid Substrat <i>q₂</i>	°	0	0	110	110
Annahme	Winkel der Gaskontaktzone <i>b</i>	°	180	180	45	45
Gl. 2.14	<i>c_K</i>	-	0	0	-6,242E-01	-6,242E-01
Gl. 2.13	<i>F_K</i>	N	0	0	-2,140E-05	-2,140E-05
-	<i>F_{Adh} = F_{vdw} + F_K</i>	N	-2,644E-10	-6,699E-11	-2,139E-05	-2,140E-05
-	Median der Haftkraftverteilung abgeleitet aus der Adhäsionsenergieverteilung	N	-8,975E-09	N.N.	-5,246E-08	N.N.

Der Vergleich der Berechnungen mit dem Median der Haftkraftverteilungen zeigt, dass im trockenen System die Berechnung deutlich geringere Haftkräfte erzeugt, als im AFM gemessen wurden. Für die Ergebnisse unter Berücksichtigung der Kapillarkräfte sind die Berechnungen deutlich oberhalb der gemessenen Ergebnisse, was den Ergebnissen von ATTARD (ATTARD 2000) entspricht. Die Ergebnisse der Berechnungen bestätigen aber den bedeutenden Einfluss der Kapillarkräfte, welche in den AFM-Messungen gemessen wurden.

11.3 Rezeptur zur Herstellung der Dynasytan-Beschichtung

				Dichte		Masseanteil
1. Isopropanol Vorlegen						
				0,78	g/cm ³	95,8
2. Verdünnung der Dynasytan-Lsg. auf 1 Ma% bezogen auf Feststoffmasse in Vorlage						
				1,33	g/cm ³	1
3. Zugabe von 2-10 Ma% destilliertem Wasser						
				1	g/cm ³	3
4. Zugabe von 0,2 Ma% von 37% Salzsäure						
				1,19	g/cm ³	0,2
5. Gemisch 5 h rühren lassen						
6. Gemisch innerhalb von 24 h aufbrauchen						
7. Nachreaktion für ca. 4 h in Trockenschrank bei 120°C - Achtung Alkohol entsteht bei Reaktion						
Anzahl Filter		-	15		nötige Masse Dynasytan	
Masse zu beschichtender Filter		g	100		1	
Porosität der Filter		-	0,85			
Zielvolumen Flüssigkeit:	ml	200	400	600	750	1000
Masse Flüssigkeit	g	158,584	317,168	475,752	594,69	792,92
Masse Isopropanol	g	151,923	303,847	455,770	569,713	759,617
Volumen Isopropanol	ml	194,774	389,547	584,321	730,401	973,868
Masse Dynasytan	g	1,586	3,172	4,758	5,947	7,929
Volumen Dynasytan	ml	1,192	2,385	3,577	4,471	5,962
Anteil dest. Wasser	Ma%	2,000	2,000	2,000	2,000	2,000
Masse dest. Wasser	g	4,758	9,515	14,273	17,841	23,788
Volumen Wasser	ml	4,758	9,515	14,273	17,841	23,788
Masse Salzsäure	g	0,317	0,634	0,952	1,189	1,586
Volumen Salzsäure	ml	0,267	0,533	0,800	0,999	1,333
Summe der Teilflüssigkeiten	g	158,584	317,168	475,752	594,690	792,920
Summe der Teilvolumina	ml	200,990	401,980	602,970	753,713	1004,950

11.4 Ergebnistabelle der statistischen Versuchsplanung am Einzelkollektorsystem

In Tab. 11.1 und Tab. 11.2 sind die vollständigen Ergebnistabellen der statistischen Versuchspläne aus Kapitel 5.2 übersichtlich dargestellt. Auf Basis der Planmatrix, welche die Versuchsreihenfolge beschreibt und die Einstellung der gewählten Faktoren des jeweiligen Versuches (A: Rauheit der Kollektoren; B: mittlere Umfangsgeschwindigkeit; C: Gasgehalt der Suspension). Die Berechnung der der Effektmatrix erfolgt mit Gl. 3.16. Das Qualitätsmerkmal entspricht der gemessenen flächenspezifischen Filtrationseffizienz $e_{EK,F}$. Zusätzlich enthält die Ergebnistabelle den Mittelwert aller Messung eines DOE ϵ_{DOE} .

Für das beschichtete Aluminiumoxid ist die mittlere Umfangsgeschwindigkeit (Haupteffekt (HE) 2) der bedeutendste Einflussparameter. Wohingegen bei dem PTFE Pulver der Gasgehalt (HE 3) der Suspension der dominante Einfluss ist. Die Rauheit (HE 1) besitzt in beiden System einen untergeordneten Einfluss auf das Qualitätsmerkmal. Für beide Feststoffsysteme sind die Wechselwirkungseffekte zusätzliche Einflussfaktoren, deren Einfluss aber immer unterhalb der definierten Haupteffekte HE 2 und HE 3 liegt. Besitzen die Wechselwirkungseffekte ein anderes Vorzeichen als der Haupteffekt, wirkt dieser abschwächend und würde in diesem Beispiel den Wert des Qualitätsmerkmals reduzieren.

Tab. 11.1: Ergebnistabelle der DOE im Einzelkollektoraufbau für das beschichtete Aluminiumoxid < 200 μm

Planmatrix				Effektmatrix									
				Haupteffekte			Wechselwirkungseffekte					Qualitätsmerkmal	
Versuch	A	B	C	1	2	3	12	13	23	123	ϵ_{DOE}	$e_{EK,F}$	
5	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	0,67	
3	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1,04	
1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	0,57	
2	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	0,87	
7	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1,04	
8	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1	1,55	
4	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	0,91	
6	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	0,81	
Effektmatrix				0,015	0,405	0,17	-0,205	-0,2	0,15	-0,12	0,9325		
Modellkonst.				0,0075	0,2025	0,085	-0,103	-0,1	0,075	-0,06	-		

Tab. 11.2: Ergebnistabelle der DOE im Einzelkollektoraufbau für das PTFE-Pulver < 200 µm

Planmatrix				Effektmatrix									
				Haupteffekte			Wechselwirkungseffekte					Qualitäts- merkmal	
Versuch	A	B	C	1	2	3	12	13	23	123	ε	$e_{EK,F}$	
6	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	2,65	
5	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	2,14	
3	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	2,51	
8	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1	3,24	
1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	1,4	
2	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	0,88	
7	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2,8	
4	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	1,92	
	Effektmatrix			0,035	0,85	1,03	0,04	-2E-16	-0,225	-0,515	2,1925		
	Modellkonst.			0,0175	0,425	0,515	0,02	-1E-16	-0,113	-0,258	-		