

# Anwendung der Rotationsfiltration zur Aufbereitung von keramischen Suspensionen

Chr. Münch\*, F. Koppe\*

eingereicht: 14.07.2005, angenommen: 18.07.2005

Stichwörter: Rotationsfiltration, Keramikfilter, Mikrofiltration, Glasrecycling

## Kurzfassung

Es werden Untersuchungen zur Aufbereitung von keramischen Suspensionen mit Hilfe der Rotationsfiltration mit keramischen Filterscheiben vorgestellt. Am Beispiel der Mikrofiltration von Glasursuspensionen wird der vorteilhafte Einsatz dieses Verfahrens in der Keramikindustrie aufgezeigt. Durch die Anwendung dieses Membranverfahrens wird eine geschlossene Kreislaufführung ermöglicht. Die Rückführung von Wertstoffen in den Produktionsprozess und die Vermeidung von Abwässern ergeben für die Keramikindustrie erhebliche ökonomische und ökologische Vorteile. Die Optimierung der Prozessparameter Transmembrandruck und Rotationsgeschwindigkeit führt zu einer Anpassung an den jeweiligen Anwendungsfall. Das vorgestellte Rotationsfiltrationsverfahren ermöglicht eine Aufkonzentration von keramischen Suspensionen bis zu Feststoffgehalten von über 60 Masse %.

## 1 Einführung

Die Behandlung von keramischen Suspensionen spielt in der Keramikindustrie eine große Rolle. Im Folgenden wird ein neuartiges Membranverfahren vorgestellt, mit dem keramische Suspensionen aufkonzentriert werden können. Die Vorteile dieses Verfahrens, bei dem poröse keramische Filterscheiben zum Einsatz kommen, soll am Beispiel der Aufbereitung von Glasursuspensionen gezeigt werden.

Grundbaustein dieses Membranverfahrens ist eine keramische Filterscheibe aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit einer definierten Porosität (Bild 1). Die Filterscheibe mit einem Außendurchmesser von 312 mm und einem Innendurchmesser von 91 mm weist im Inneren eine Drainagestruktur auf (Bild 2). Durch Anlegen von Druck auf der Außenseite der Scheibe permeiert das Filtrat durch das poröse Material in die Drainagekanäle.

Die Filterscheiben werden zu sogenannten Filterstacks angeordnet (Bild 3). Mit Hilfe von polymeren Distanzstücken jeweils zwischen den keramischen Filterscheiben erfolgen die Installation auf einem metallischen Mitteldorn und die Abdichtung der Scheiben

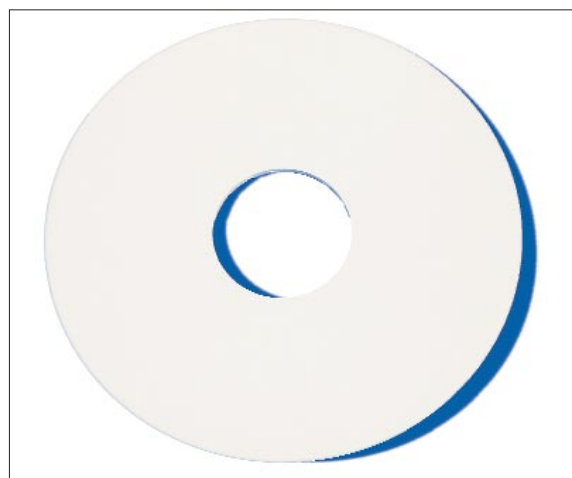


Bild 1 Keramische Filterscheibe  $\text{Al}_2\text{O}_3$

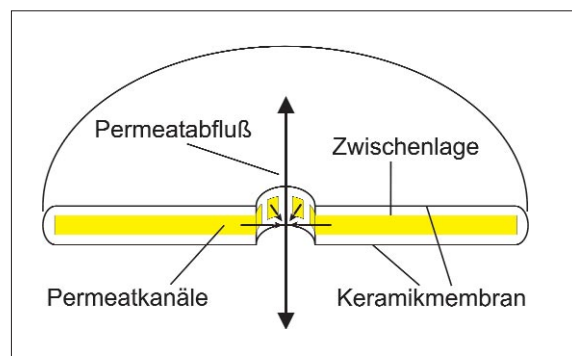


Bild 2 Drainagesystem Filterkeramikscheibe

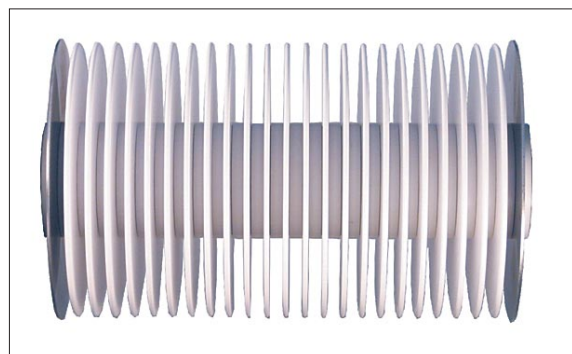
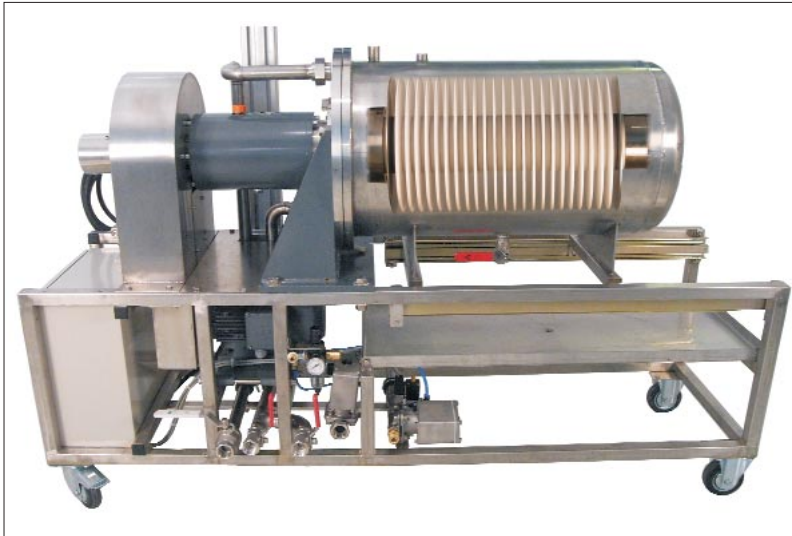


Bild 3 Filterstack

Kontakt: Dipl.-Phys. Christian Münch, KERAFOLE GmbH, Stegenthumbach 4-6, D-92676 Eschenbach, Email: info@kerafol.com



**Bild 4**  
Filtrationsanlage mit rotierenden keramischen Filterscheiben (Membranfläche 6 m<sup>2</sup>) zur Aufkonzentration von keramischen Suspensionen

untereinander. Das im Inneren der Scheibe gesammelte Filtrat wird über den metallischen Mitteldorn abgeführt. Die Filterkeramikscheiben lassen sich modular zu sehr großen Filterflächen anordnen (<100 m<sup>2</sup>). Rechnerisch entspricht 1m<sup>2</sup> Filterfläche 7,5 Stück Filterkeramikscheiben.

Das vorgestellte Verfahren basiert auf einer Rotation der keramischen Filterscheiben, der sogenannten Rotationsfiltration. Der beschriebene Filterstack wird in einer Anlage installiert und in Rotation versetzt (Bild 4). Durch die Rotationsbewegung wird eine hohe Relativgeschwindigkeit zum zu filtrierenden Medium und somit eine permanente Abreinigung der Filteroberfläche erreicht. Dies führt zu Filtrationsleistungen auf hohem Niveau über sehr lange Zeiträume.

Man spricht bei einer derartigen Prozessführung von einer Querstromfiltration (Cross-Flow-Filtration), d.h.



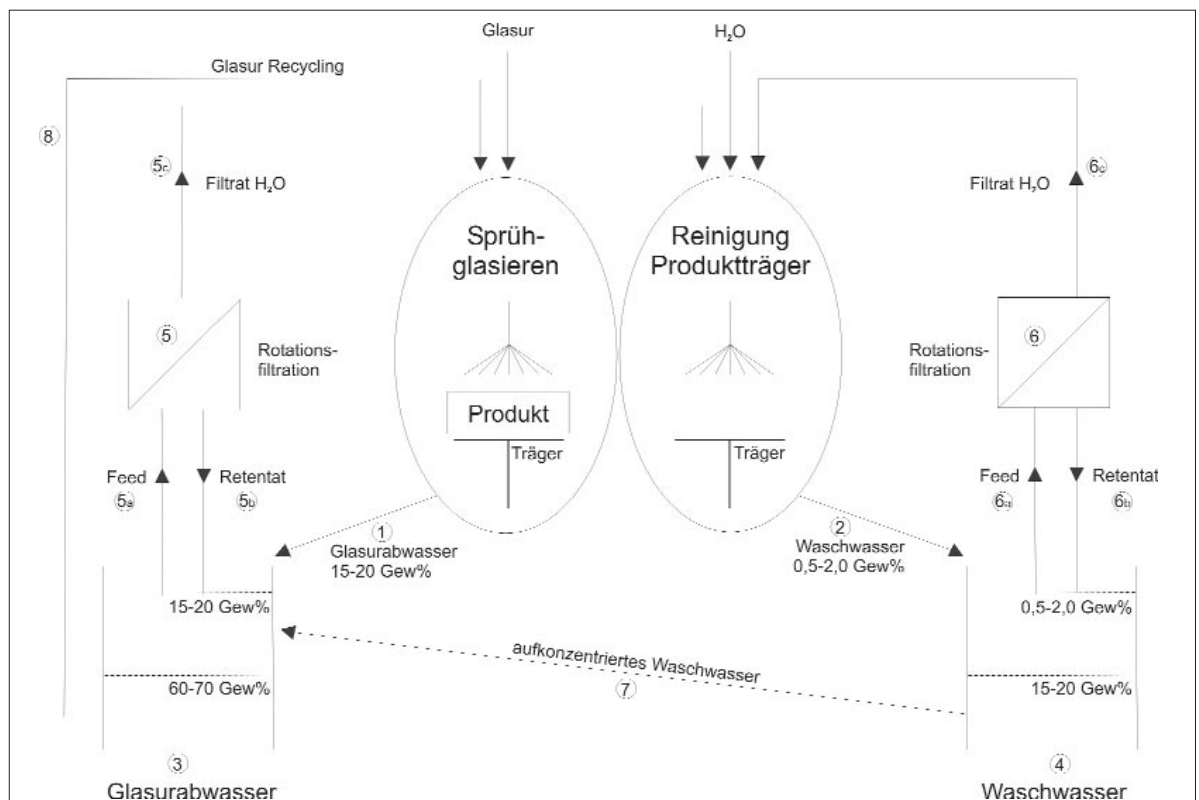
**Bild 6** Stromstörerleiste zur Erzeugung von zusätzlicher Turbulenz

die Membranfläche wird tangential angeströmt [1]. Dadurch werden auf der Filteroberfläche Scherkräfte erzeugt, die den Aufbau eines Filterkuchens verhindern. Die Rotationsfiltration stellt eine Weiterentwicklung der bisherigen Cross-Flow-Verfahren dar, bei denen die Überströmung durch das kreislaufartige Umpumpen von großen Flüssigkeitsmengen erzeugt wurde (statischer Filter). Die Rotationsfiltration zeichnet sich gegenüber der konventionellen Cross-Flow-Filtration durch einen deutlich reduzierten Energieeintrag und die Möglichkeit des Anlegens von sehr hohen Überströmungsgeschwindigkeiten aus. Zusätzlich können die beiden die Filtration bestimmenden Größen Druck und Überströmungsgeschwindigkeit entkoppelt werden.

Im Folgenden werden Untersuchungen zum Einsatz der Rotationsfiltration zum Recycling von Glasursuspensionen in der Keramikindustrie dargestellt. Bisher wurden die im Bereich des Glasierens anfallenden Suspensionen über Absetzbecken entsorgt oder über Kammerfilterpressen zurückgehalten.

## 2 Integration der Rotationsfiltration in eine Fertigungslinie zum Glasieren

Die Untersuchungen wurden vor Ort bei einem Porzellanhersteller mit Glasursuspensionen aus der lau-



**Bild 5**  
Schemazeichnung: Volumenströme beim Glasieren und Integration der Rotationsfiltration (geschlossene Kreislaufführung)

fenden Produktion durchgeführt. Der Porzellanhersteller arbeitet mit einer Sprühglasierung. In Fig. 5 sind schematisch die beim Fertigungsschritt des Glasierens anfallenden Volumenströme und die Integration der Rotationsfiltration dargestellt.

Bei der Glasierfertigungslinie entstehen zwei verschiedene Suspensionen als Abwasser. Auf der einen Seite fällt beim Sprühglasieren das Glasurschlickerabwasser an (Verluste durch das Sprühen, Überstand/Bild 5, Nr. 1). Dessen Feststoffgehalt liegt im Bereich 15...20 Masse %. Auf der anderen Seite entsteht beim Reinigen der Träger, auf dem die zu glasierenden Produkte positioniert werden, ein Waschwasser (Bild 5, Nr. 2). Dieses weist einen Feststoffgehalt im Bereich 0,5...2,0 Masse % auf. Beide Suspensionen werden in getrennten Behältern gesammelt (Bild 5, Nr. 3,4). Diesen Behältern ist jeweils eine Rotationsfiltration nachgeschaltet worden (Bild 5, Nr. 5,6).

Die Rotationsfiltrationseinheit besteht aus einem Druckbehälter, in dem der oben beschriebene Filterstack installiert ist. An der Rotationsfiltrationseinheit fallen drei Volumenströme an: Feed, Retentat und Filtrat (Bild 5, Nr. 5a, 5b, 5c, 6a, 6b, 6c). Über eine Membranpumpe wird der Druckbehälter befüllt (Feed) und permanent mit einem geringen Volumenstrom durchströmt. Über die Retentatleitung erfolgt ein Konzentrationsausgleich mit dem Vorlagebehälter. Die keramischen Filterscheiben werden von außen mit Druck beaufschlagt. Es herrscht eine definierte Druckdifferenz zwischen dem Druckbehälter und der Filtratleitung (Transmembrandruck). Dadurch entsteht ein Filtratfluss. Das Filtrat wird über eine Drehdurchführung aus den rotierenden Filterelementen abgezogen. Durch das Abziehen des Filtrats erfolgt eine Aufkonzentration der Suspension im Druckbehälter und im Vorlagebehälter.

Ziel der Versuche war es, die anfallenden Suspensionen dem Glasurprozess wieder zurückzuführen. Die Schritte hierzu waren folgendermaßen konzipiert:

- Aufkonzentration des anfallenden Waschwassers von einem Feststoffgehalt 0,5...2,0 Masse % auf 15...20 Masse %
- Zugabe des aufkonzentrierten Waschwassers zum Glasurabwasser (Fig. 5, Nr. 7)
- Aufkonzentration des Glasurabwassers von 15...20 Masse % Feststoffgehalt auf 60...70 Masse %
- Verwendung des Konzentrats mit einem Feststoffgehalt von 60...70 Masse % als Glasierschlicker (Fig. 5, Nr. 8)
- Verwendung des entstehenden Filtrats (Wasser) als Reinigungswasser (Fig. 5, Nr. 5c, 6c).

Damit ergibt sich das Konzept einer geschlossenen Kreislaufführung, bei der die als Abwasser anfallenden Glasursuspensionen vollständig recycelt und dem Prozess zurückgeführt werden können.

Für die Untersuchungen wurden Filterkeramikscheiben mit einer Trenngrenze von 0,2  $\mu\text{m}$  (Mikrofiltration, [2]) installiert. In der Anlage waren zusätzlich zwei Stromstörerleisten integriert, um auf der Filteroberfläche zusätzliche Turbulenz zu erzeugen (Bild 6). Für die Rotationsfiltration sind folgende Einflussgrößen von Bedeutung:

- Feststoffgehalt des zu filtrierenden Mediums (vorgegeben durch den Anwendungsfall)
- Transmembrandruck als treibende Kraft für die Filtrationsleistung
- Rotationsgeschwindigkeit der keramischen Filterscheiben (Abreinigung der Filteroberfläche).

Die Gewichtung dieser Einflussgrößen wurde untersucht mit dem Ziel, eine Optimierung des Filtrationsprozesses zu erreichen [3].

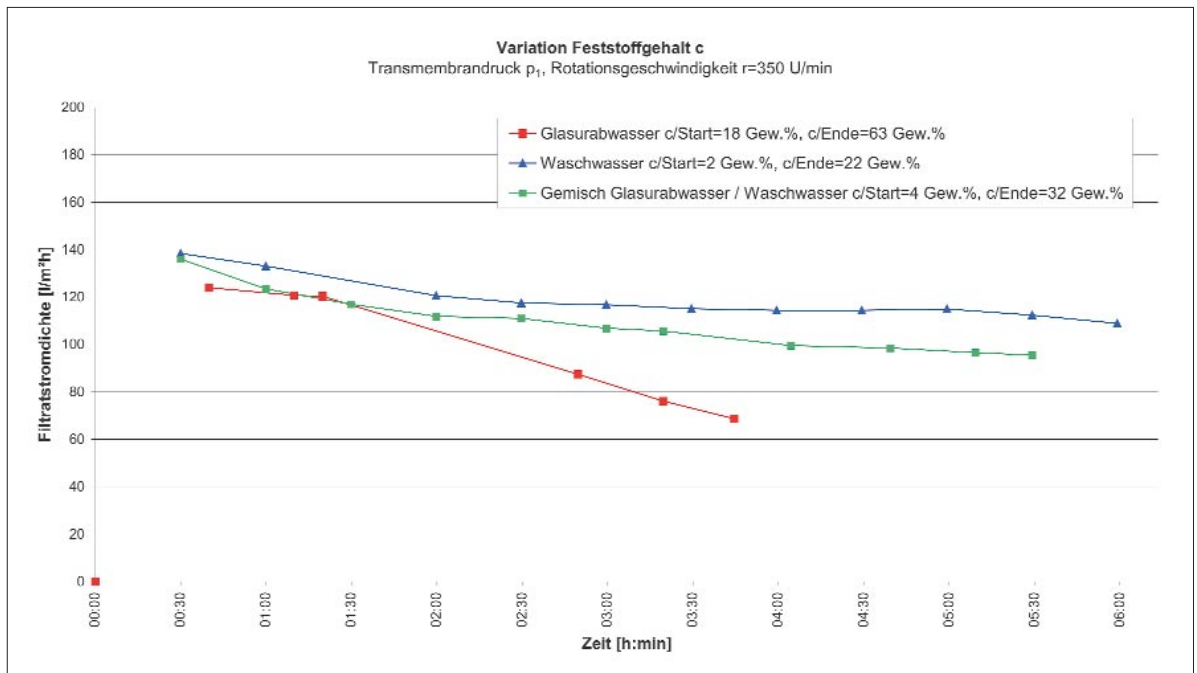
### 3 Ergebnisse und Diskussion

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Versuche zur Variation der Einflussgrößen Feststoffgehalt, Transmembrandruck und Rotationsgeschwindigkeit dargestellt. Übereinstimmend für alle durchgeführten Filtrationen ergab sich ein klares Filtrat von Beginn der jeweiligen Versuche an. Eine Untersuchung der Partikelgrößenverteilung der Glasursuspension zeigte einen  $D_{50}$ -Wert von 3,5  $\mu\text{m}$ . Durch die eingesetzten keramischen Filterscheiben mit einer Trenngrenze von 0,2  $\mu\text{m}$  wurden die Feststoffanteile vollständig zurückgehalten.

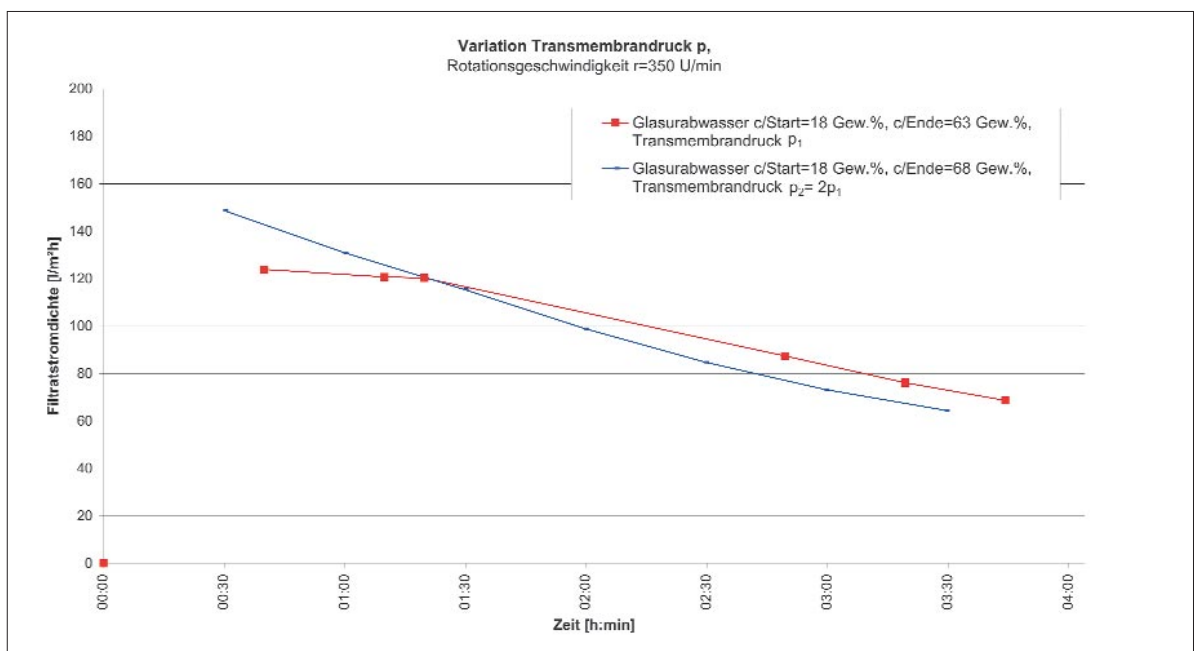
Der zeitliche Verlauf der Filtratstromdichte von Suspensionen mit unterschiedlichen **Feststoffgehalten** ist in Fig. 7 dargestellt. Es wurden ein Waschwasser (Feststoffgehalt zu Beginn  $c/\text{Start}=2$  Masse %), ein Gemisch aus Wasch- und Glasurschlickerabwasser ( $c/\text{Start}=4$  Masse %) und ein Glasurschlickerabwasser ( $c/\text{Start}=18$  Masse %) filtriert. Zu Beginn der Filtration des Waschwassers lag der Wert der Filtratstromdichte bei ca. 140  $\text{l}/\text{m}^2\text{h}$  (normiert an  $1\text{m}^2$  Filterfläche). Während der Aufkonzentration des Feststoffgehalts auf 22 Masse % ergab sich eine Abnahme der Filtratstromdichte auf ca. 110  $\text{l}/\text{m}^2\text{h}$ . Das Suspensionsgemisch wurde auf 34 Masse % aufkonzentriert. Bei dieser Konzentration lag die Filtratstromdichte bei ca. 95  $\text{l}/\text{m}^2\text{h}$ . Der Graphen der Filtratstromdichte des Glasurschlickerabwassers zeigt eine Abnahme auf ca. 70  $\text{l}/\text{m}^2\text{h}$  bei einer Endkonzentration von 63 Masse %. Aus den drei Versuchen, bei denen der Transmembrandruck ( $p_1$ ) und die Rotationsgeschwindigkeit (350 U/min) konstant gehalten wurden, ergibt sich, dass die Filtratstromdichte bei steigendem Feststoffgehalt abnimmt. Das Niveau der erreichten Filtrationsleistungen lag insgesamt sehr hoch (Filtratstromdichten 70...140  $\text{l}/\text{m}^2\text{h}$ ).

Im darauffolgenden Schritt wurde der **Transmembrandruck** variiert (bei gleicher Rotationsgeschwindigkeit von 350 U/min). Fig. 8 zeigt die Filtrationsergebnisse von zwei Versuchen mit Glasurabwässern (Aufkonzentration von 18 Masse % auf 63 bzw. 68 Masse %). Es wurden die Transmembrandrücke  $p_1$  und  $p_2 (=2p_1)$  angelegt. Insgesamt ergaben sich geringe Unterschiede zwischen dem Verlauf der beiden Graphen. Allerdings lag die Filtratstromdichte bei der Filtration mit dem doppelten Transmembrandruck ( $p_2=2p_1$ ) zu Beginn höher (ca. 150  $\text{l}/\text{m}^2\text{h}$ ). Im zeitlichen Verlauf der Filtration kehrte sich das Ergebnis um (nach ca. 1,5 h), und die Werte der Filtratstromdichte lagen leicht niedriger als bei der Filtration mit dem Transmembrandruck  $p_1$ . Der Transmembrandruck stellt die treibende Kraft bei der Filtration dar und führte bei dem Versuch mit verdoppeltem Druck anfangs zu höheren Filtrationsleistungen. Eine erhöhte Filtratmenge ist allerdings auch mit dem Auftreten von mehr Feststoffanteilen an der Filteroberfläche verbunden. Es kann dadurch zu einer Ausbildung eines Filterkuchens kommen. Dieser führt wiederum zu einer Reduzierung der Filtratstromdichte. Im vorliegenden Fall hat sich bei dem Transmembrandruck  $p_2$  über den zeitlichen Verlauf der Filtration ein Filterkuchen ausgebildet. Die Abreinigung der Filteroberfläche durch die Rotation (Rotationsgeschwindigkeit

**Bild 7**  
Variation Feststoffgehalt  $c$ , zeitlicher Verlauf der Filtratstromdichte



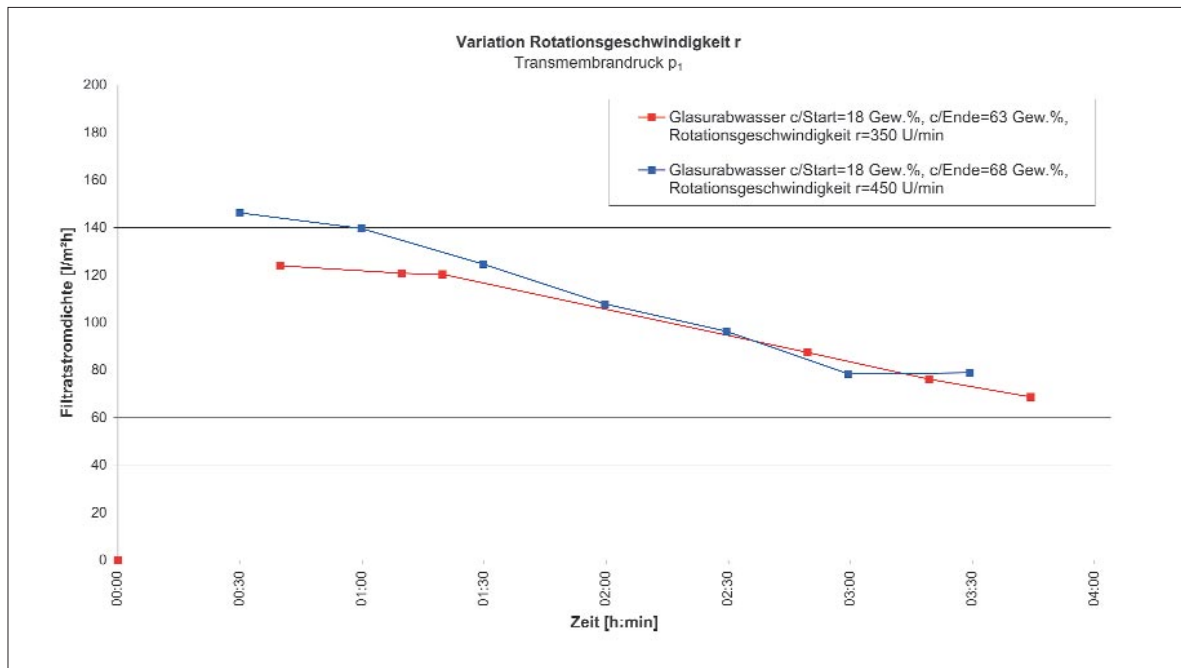
**Bild 8**  
Variation Transmembrandruck  $p$ , zeitlicher Verlauf der Filtratstromdichte



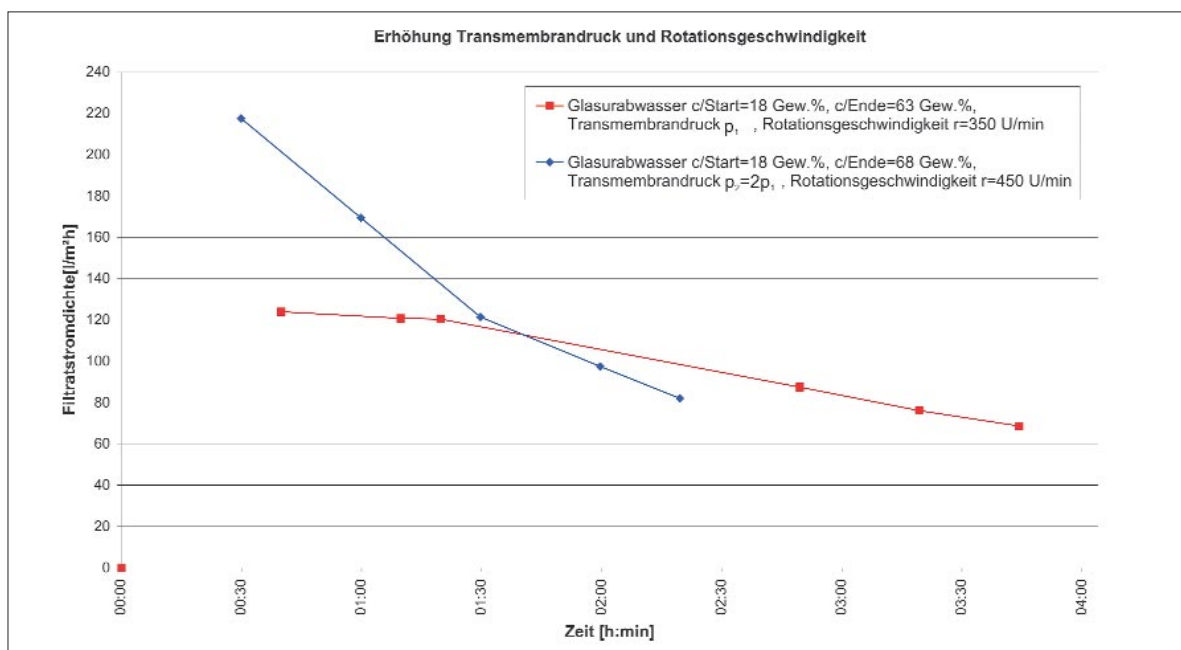
350 U/min) war dabei nicht ausreichend, um den Aufbau eines Filterkuchens zu verhindern. Als Folge davon sanken die Werte der Filtratstromdichte bei dem Transmembrandruck von  $p_2$  sogar leicht unter denen der Filtration mit  $p_1$ . Die bisher dargestellten Versuche wurden mit einer **Rotationsgeschwindigkeit** von 350 U/min durchgeführt. Bild 9 zeigt dazu vergleichend die Ergebnisse einer Filtration mit einer Rotationsgeschwindigkeit von 450 U/min. Es wurde jeweils ein Glasurabwasser bei dem Transmembrandruck  $p_1$  filtriert. Bis auf die Anfangsphase wiesen die Werte der Filtratstromdichte geringe Unterschiede auf. Der Grund hierfür liegt darin, dass bei dem vergleichsweise niedrigen Transmembrandruck  $p_1$  die Neigung zur Ausbildung eines Filterkuchens gering ist. Deshalb führte eine verbesserte Abreinigungswirkung durch die Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit in diesem Fall zu keiner

Steigerung der Filtratstromdichte. Die geringere Rotationsgeschwindigkeit war in diesem Fall ausreichend. In einer darauf folgenden Versuchsreihe wurden sowohl der **Transmembrandruck** als auch die **Rotationsgeschwindigkeit** erhöht (Glasurabwasser). Bild 10 zeigt den Vergleich einer Filtration mit erhöhten Werten der Prozessparameter (Transmembrandruck  $p_2=2p_1$ , Rotationsgeschwindigkeit 450 U/min) mit einer Filtration mit den ursprünglichen Einstellungen ( $p_1$ , 350 U/min). Das Ergebnis war eine deutlich erhöhte Filtratstromdichte bei höherem Transmembrandruck und höherer Rotationsgeschwindigkeit. Als Folge davon wurde die Endkonzentration in deutlich verkürzter Zeit erreicht. Im Gegensatz zu den oben dargestellten Ergebnissen konnten bei erhöhtem Druck auch höhere Filtratleistungen erzielt werden. Der höhere Druck sorgte zwar für einen verstärkten Transport von Feststoff zur Filteroberfläche, aber





**Bild 9**  
Variation Rotationsgeschwindigkeit  $r$ , zeitlicher Verlauf der Filtratstromdichte



**Bild 10**  
Erhöhung Transmembrandruck  $p$  und Rotationsgeschwindigkeit  $r$ , zeitlicher Verlauf der Filtratstromdichte

durch die gesteigerte Rotationsgeschwindigkeit und die dadurch verstärkten Scherkräfte an der Membranoberfläche konnte die Ausbildung eines maßgeblichen Filterkuchens verhindert werden [4]. Die Filtratstromdichte wies in der Anfangsphase Werte um  $220 \text{ l/m}^2\text{h}$  auf. Selbst bei einer Feststoffkonzentration von fast 70 Masse % konnte noch eine Filtratstromdichte von ca.  $80 \text{ l/m}^2\text{h}$  erzielt werden. Ein ähnliches Verhalten zeigte sich auch bei der Filtration des Washwassers (hier nicht dargestellt).

Die aufkonzentrierten Suspensionen wurden in ersten Tests dem Glasprozess zurückgeführt. Dabei ergaben sich nach der Sinterung der entsprechenden Produkte sehr gute Glaseigenschaften. Ein Grund dafür lag darin, dass alle anorganischen Bestandteile und insbesondere die Feinanteile der Glasursuspensionen bei der Rotationsfiltration mit keramischen Filtern vollständig erhalten geblieben sind.

#### 4 Zusammenfassung und Ausblick

Die Ergebnisse der Untersuchungen zeigen, dass sich die Rotationsfiltration mit keramischen Filterscheiben sehr gut zur Aufbereitung von Glasursuspensionen eignet. Es lässt sich sowohl das Glasurabwasser als auch das Washwasser zur Reinigung der Produktträger wieder aufkonzentrieren und unmittelbar in der Produktion wieder verwenden. Für die Keramikindustrie ergeben sich dadurch erhebliche Einsparpotenziale, da durch den Einsatz der Rotationsfiltration eine geschlossene Kreislaufführung der Prozesswässer beim Glasieren möglich wird. Die Vorteile bestehen in dreifacher Hinsicht:

- Reduzierung von Abwasserkosten
- Rückführung aller Wertstoffe in den Glasierprozess
- Verwendung des klaren Filtrats als Reinigungsmedium für die Produktträger.

Die Untersuchungen haben ergeben, dass sich die in Bild 5 dargestellte Konzeption vollständig umsetzen lässt.

Mit der Rotationsfiltration ergibt sich eine deutlich vorteilhaftere Alternative zu den bisher eingesetzten Kammerfilterpressen. Die Rotationsfiltration ist im Vergleich zu Verfahren mit Kammerfilterpressen weniger personalintensiv. Zudem wird nicht über Filterkuchen gearbeitet, die wieder verflüssigt werden müssen, sondern es ergibt sich direkt eine aufkonzentrierte Glasursuspension mit einem definierten Feststoffgehalt zwischen 60 und 70 Masse % (Litergewichte 1580...1750 g/l).

Tests mit Glasuren anderer Hersteller haben gezeigt, dass sich nicht alle Glasursuspensionen gleich verhalten. Unterschiede ergeben sich insbesondere, wenn rheologische Hilfsstoffe verwendet werden. Es müssen jeweils über Testfiltrationen die optimalen Prozessparameter erarbeitet werden. Der Transmembrandruck muss derart eingestellt werden, dass die Abreinigungswirkung durch die Rotation der Filterscheiben ausreicht, den Aufbau eines Filterkuchens zu verhindern. Im Vergleich zur konventionellen Cross-Flow-Filtration (mit tubularen Systemen) ermöglicht das vorgestellte Verfahren der Rotationsfiltration die für diese Aufgabenstellung zwingend notwendige getrennte Einstellung von Transmembrandruck und Rotationsgeschwindigkeit.

Über das hier vorgestellte Beispiel der Anwendung mit Glasursuspensionen hinaus gibt es weitere Untersu-

chungsarbeiten, die gezeigt haben, dass die Rotationsfiltration auch ganz allgemein zur Aufbereitung von keramischen Suspensionen geeignet ist [5]. Insbesondere zur Aufbereitung von Schlickern für die Herstellung von hochqualitativen keramischen Bauteilen ist der Einsatz der Rotationsfiltration vorteilhaft.

Auf Grund der sehr guten chemischen und thermischen Beständigkeit der keramischen Filterscheiben, der Möglichkeit der Rückspülung und der Verfügbarkeit der Scheiben in unterschiedlichen Porengrößen (Mikro- und Ultrafiltration) lässt sich die Rotationsfiltration an eine Vielzahl von Anwendungen anpassen. Nach einer Optimierung der Prozessparameter ergeben sich konstant hohe Filtrationsleistungen über sehr lange Zeiträume.

## Literatur

- [1] Rautenbach, R.: Membranverfahren, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York, 1997, p. 199ff
- [2] Rushton, A.; Ward, A. S.; Holdich, R. G.: Solid-Liquid Filtration and Separation Technology, VCH, 1996
- [3] Tarleton, E. S.; Wakeman, R. J.: Understanding Flux Decline in Crossflow Microfiltration: Part II – Effects of Process Parameters, Trans IChemE 72, Mai 1994, p. 431-439
- [4] Altmann, J.; Ripperger, S.: Partikeltransport und Schichtbildung an überströmten mikroporösen Membranen, Chem.-Ing.-Tech. 68 (1996) [10]
- [5] Dibaj, A. M.; Ziegler, G.: Effizienter Wasserentzug bei keramischen Suspensionen mittels Querstromfiltration, DKG Jahrestagung 2004, Karlsruhe, Abstracts