ZUR RHEOLOGIE DES BIOGENEN FESTSTOFFS UNTER KOMPRESSION AM BEISPIEL GESCHÄLTER RAPSSAAT

zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

dem Fachbereich 12 - Maschinenwesen -
der Universität Gesamthochschule Essen

vorgelegte

DISSERTATION

von

Dipl.-Ing. Michael Raß
aus Lengerich

Tag der mündlichen Prüfung: 8. Mai 2001
1. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. F. H. Schneider
2. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. B. Gampert
Vorsitzender der Prüfungskomission: Prof. Dr.-Ing. F. Steimle

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Fachgebiet Lebensmittel-Verfahrenstechnik des Fachbereiches 12 der Universität Gesamthochschule Essen.

Für die interessante Aufgabenstellung und wissenschaftliche Betreuung mit vielen wertvollen Diskussionen und Anregungen danke ich besonders Herrn Prof. Dr.-Ing. Felix H. Schneider, der durch die Entwicklung des Schälverfahrens von Rapssaat die Basis für diese Arbeit schuf.

Herrn Prof. Dr.-Ing. B. Gampert sei gedankt für die Übernahme des Korreferates und Herrn Prof. Dr.-Ing. F. Steimle für den Vorsitz im Prüfungsausschuß.

Herr Dipl.-Ing. Ulrich Rütte († Okt. 1997) und Herr Dipl.-Ing. Peter Binz hatten maßgeblichen Anteil an der Schaffung der experimentellen Voraussetzungen. Herr Dipl.-Ing. Christian Schein stand jederzeit für intensive Fachgespräche zur Verfügung. Ihnen und meinen anderen Kollegen/ -innen im Fachgebiet Lebensmittel-Verfahrenstechnik danke ich für die freundschaftliche Atmosphäre und Unterstützung, welche über manche Schwierigkeiten hinweghelfen konnte. Darüber hinaus bedanke ich mich bei allen Studentischen Hilfskräften, Studien- und Diplomarbeitern für ihre Mitarbeit, besonders bei Birgit Kuchinke, Dirk Nixdorf und Dietmar Middendorf.

Die finanziellen Voraussetzungen für diese Arbeit wurde durch ein Forschungsvorhaben des Bundesministeriums für Bildung, Wissenschaft, Forschung und Technologie mit dem Förderkennzeichen 01 ZV 9304/2 (Teilvorhaben Trennpressen geschälter Rapssaat) geschaffen.

Mein besonderer Dank gilt meiner Frau Gudrun für ihre Geduld und die tatkräftige Unterstützung.

Essen, im Mai 2001 Michael Raß

Inhaltsübersicht

Zusammenfassung VII

Erratum XIII

Liste der verwendeten Symbole IX

1 Einleitung 1

2 Zum Stand des Wissens 5

2.1 Trennpressen 5

2.1.1 Klassifizierung und Modellierung der Fest/flüssig-Trennung 5

2.1.2 Permeabilität poröser Systeme 9

2.1.3 Trennpressen auf Seiher-Schneckenpressen 11

2.2 Der biogene Feststoff am Beispiel Rapssaat 16

2.2.1 Anatomie und Struktur 16

2.2.2 Inhaltsstoffe 22

2.2.3 Wasserbindung 25

2.2.4 Mechanische Aufbereitung und hydrothermische Konditionierung 27

2.3 Rheologie biogener Feststoffe und Komprimate 32

2.3.1 Allgemeine Darstellung rheologischer Modelle 33

2.3.2 Mikro-Rheologie biogener Feststoffe 40

2.3.3 Untersuchungen zur Rheologie der Rapssaat 41

2.3.4 Untersuchungen zum Preßverhalten biogener Komprimate 41

2.4 Problemstellung und Arbeitsmodelle 46

2.4.1 Problemstellung 46

2.4.2 Modellierung: Rapssaat und Komprimat 47

2.4.3 Mechanismen der Relaxation 55

2.4.4 Transformation Schneckenpresse - Linearpresse 57

2.5 Terminologie, Symbolik und Zielsetzung 61
2.5.1 Terminologie und Symbolik 61
2.5.2 Zielsetzung 64

3 Versuchstechnik 65

3.1 Versuchsmaterial und Materialbehandlung 65
3.1.1 Material-Charakterisierung 65
3.1.2 Gewinnung von schalenreduzierter Rapssaat 67
3.1.3 Mechanische und hydrothermische Materialbehandlung 68

3.2 Versuchsgeräte und experimenteller Aufbau 77
3.2.1 Linearpreßkammer und Universalprüfmaschine 77
3.2.2 Meß- und Regelungstechnik 80

3.3 Durchführung der Versuche 85
3.3.1 Allgemeine Bedienung der Versuchsanlage 85
3.3.2 Versuche unter Variation der Kompressions-Parameter 86
3.3.3 Versuche unter Variation der Material-Parameter 89
3.3.4 Versuche zur Komprimat-Drainage 91

4 Ergebnisse 94

4.1 Variation der Kompressions-Parameter 94
4.1.1 Variation der Stufenzahl bei konstantem Stufen-Kompressionsgrad 94
4.1.2 Variation des Stufen-Kompressionsgrades 98
4.1.3 Relaxationsverhalten unter Variation der Kompressions-Parameter 101
4.1.4 Variation der Relaxationsdauer 105

4.2 Variation der Material-Parameter im vierstufigen Preßversuch 115
4.2.1 Übersicht 115
4.2.2 Einfluß und Wechselwirkungen der Material-Parameter 117
4.2.3 Extrahierte Rapssaat unter Kompression 129

4.3 Komprimat-Drainage 133

5 Diskussion 138

5.1 Zusammenhang zwischen Komprimat-Rheologie und Kompressions-Parametern 138

5.1.1 Komprimat-Rheologie bei der Erstkompression mit Relaxationsphase 139

5.1.2 Vorgänge in den weiteren Kompressions- und Relaxationsphasen 143

5.1.3 Komprimatdrücke bei Variation der Relaxationsdauer 146

5.1.4 Optimierter mehrstufiger Preßversuch 147

5.1.5 Relaxations-Mechanismen 151

5.2 Zusammenhang zwischen Komprimat-Rheologie, Material-Parametern und Saatstruktur 154

5.2.1 Einfluß des Hüllengehalts 154

5.2.2 Einfluß des Wassergehalts 156

5.2.3 Einfluß der Preßtemperatur 157

5.2.4 Einfluß der hydro-thermischen Denaturierung 158

5.2.5 Einfluß des Aufschlußgrads 161

5.2.6 Wechselwirkungen der Material-Parameter 165

5.3 Komprimat-Drainage 170

5.4 Abschließende Bemerkungen 173

6 Literaturverzeichnis 176

Zusammenfassung

Die vorgelegte Arbeit befaßt sich mit dem Deformationsverhalten biogener Komprimate im Trennpreßvorgang. Die mechanische Fest/flüssig-Trennung zur Gewinnung pflanzlicher Öle erfolgt großtechnisch auf Seiher-Schneckenpressen. Durchsatz und Ausbeute werden durch die Wechselwirkung der komplexen Geometrie- und Bewegungsverhältnisse und der Komprimat-Rheologie bestimmt. Letztere ist von den Eigenschaften des partikulär aufgebauten Komprimats und den Kompressions-Parametern selbst abhängig. Voraussetzung für eine gezielte Optimierung des Prozesses ist die unabhängige Ermittlung der Einflußgrößen Preßgeometrie und Komprimat-Rheologie. Die dazu erforderliche Entkopplung des wechselwirkenden Systems Presse/Komprimat erfolgt durch Übertragung der zuvor modellierten Kompressionsverhältnisse der Schneckenpresse auf eine deformationsgesteuerte Linearpresse mit definierter Zylinder/Kolben-Geometrie.

Durch mehrstufige, die Beanspruchung in der Schneckenpresse simulierende Linearpreßversuche konnten am Beispiel des biogenen Feststoffs ”schalenreduzierte Rapssaat” die für die Funktion einer Seiher-Schneckenpresse erforderlichen Komprimat-Eigenschaften Rückstellkraft und Drainage in Abhängigkeit von Kompressions- und Material-Parametern ermittelt werden. Für schalenreduzierte Rapssaat mit den Material-Parametern 3,4 % Hüllengehalt, 4 % Wassergehalt und 30 °C Preßtemperatur wurde u. a. der Einfluß der Kompressionsstufenzahl, des Stufenkompressionsgrads und der Relaxationsdauer zwischen den Kompressionsstufen untersucht. Unter einheitlichen Kompressions-Parametern wurden die Material-Parameter Hüllengehalt, Wassergehalt, mechanischer Zellenaufschluß, Denaturierungsgrad und Preßtemperatur und deren Wechselwirkung untereinander untersucht.

Steigende Komprimat-Fluiddrücke infolge unzureichender Komprimat-Drainage konnten als limitierende Größe für den Trennpreßvorgang bei hoher Kompression identifiziert werden. Zusätzliche Permeabilitätsversuche verifizieren den Zusammenhang von Fluiddruck und Drainage für unterschiedlich stark gepreßte Komprimate. Hohe Stufenkompressionsgrade und kurze Relaxationsdauern senken die Komprimat-Drainage. Der Aufschluß der zellularen Strukturen bei zunehmender Kompression führt zu einem visko-elasto-plastischen Verhalten der Feststoffmatrix mit kaum steigenden Feststoffdrücken. Mit einem Multi-MAXWELL-Modell werden die Relaxationsphasen mathematisch beschrieben und die Relaxations-Mechanismen erklärt.

Die schlechten Drainage-Eigenschaften bei niedrigen Feststoffdrücken schalenreduzierter Komprimate können durch hydrothermische Konditionierung und/oder vorherigen mechanischen Aufschluß kompensiert werden. Anhand von Modellen sowohl für die biogenen Strukturen der Rapssaat-Partikel als auch für das bipartikuläre Komprimat werden die durch Konditionierung hervorgerufenen Veränderungen des Deformationsverhaltens in den unterschiedlichen Phasen des Trennpreßprozesses plausibel dargestellt.

Erratum
betreffend die Angaben zum Wassergehalt der Versuchsmaterialien

Die exakte Bestimmung des Wassergehalts und der flüchtigen Bestandteile von Ölsaaten erfordert die Trocknung (Dörr-Wäge-Methode) bis zur Gewichtskonstanz. Aufgrund der, im Rahmen dieser Arbeit analysierten, großen Zahl an Proben war die Einhaltung der erforderlichen Trocknungsdauer bis zur Erreichung der Gewichtskonstanz nicht möglich. Da keine Trocknung bis zur Gewichtskonstanz durchgeführt wurde, können entsprechende Fehler bei den absoluten Angaben zum Wassergehalt auftreten. Aktuelle Laboruntersuchungen (Jan./Febr. 2001) im Fachgebiet Lebensmittel-Verfahrenstechnik zeigen insbesondere bei Rapshüllen eine sehr lange Trocknungsdauer; nach 33 Tagen bei 103 °C ± 2 K im HAG-Gerät (Brabender) ist die geforderte Gewichtskonstanz noch nicht erreicht.

Die in Europa gebräuchliche DGF- Standardmethode (B-I 4 [87], identisch mit ISO 665-1977) zur Wasserbestimmung von Ölsaaten definiert im Hinblick auf eine praktikable Anwendung folgendes Abbruchkriterium. Die Bestimmung ist beendet, wenn die Gewichtsabnahme nach aufeinanderfolgenden Messungen (103 °C ± 2 K und atmosphärischem Druck, initiale Trocknungsdauer 3 h) mit 1 h dazwischen liegender Trocknungsdauer gleich oder kleiner als 0,1 % der Einwaage erreicht ist.

In Abweichung zu der DGF-Standardmethode wurde im Rahmen dieser Arbeit dem Wassergehalt der Versuchsmaterialien nach 4 h Trocknungsdauer die, bei einer Trocknungsdauer von 24 h ermittelte durchschnittliche statistische Zunahme von $\Delta xW = 0{,}16$ % hinzu addiert. Bei diesem Verfahren wurde aus zeitlichen Gründen die Wiederholungsmessung nach einer weiteren Trocknungsdauer von 1 h nicht durchgeführt. Diese Modifikation zu der DGF-Standardmethode wurde angewendet um die bei einer bereits 1996 durchgeführten Untersuchung festgestellten längeren Trocknungsverläufe von Rapssaatfraktionen zu berücksichtigen. Die Auswertung von 72 Trocknungsversuchen (24 h; 103 °C ± 2 K; HAG-Gerät) von Rapssaatproben unterschiedlicher Zusammensetzung zeigt folgendes Ergebnis: bei einer Trocknungsdauer von 24 h wird das von der DGF geforderte Kriterium einer geringeren Massendifferenz als 0,1 % der Einwaage zwischen zwei Wägungen (4 h Differenz anstatt der geforderten 1 h) immer eingehalten. Selbst bei einer Verdopplung der Trocknungsdauer von 4 h auf 8 h liegt die Massendifferenz bis auf vier Ausnahmefälle unter dem geforderten Schwellenwert. Insgesamt 14 Proben zeigen nach 20 h Massenkonstanz. Bei 8 Proben ist eine Massenzunahme (Oxidationserscheinungen) zu verzeichnen. Bei den restlichen 50 Proben ist noch eine Gewichtsabnahme von durchschnittlich 0,03 % festzustellen. Die Abweichungen zwischen den Messungen nach 4 h und nach 24 h liegen zwischen minimal $\Delta xW = 0{,}1$ % und maximal $\Delta xW = 0{,}22$ %. Im statistischen Mittel ergibt sich ein Wert von $\Delta xW = 0{,}16$ %, der entsprechend berücksichtigt wurde.

Dadurch liegen die angegebenen Wassergehalte tendenziell höher als bei Einhaltung der DGF-Vorschriften. Die tatsächlichen Wassergehalte können aber, wie die aktuellen Ergebnisse für Rapshüllen zeigen, die angegebenen Werte durchaus noch übersteigen. Wassergehalte von reinen Rapshüllen werden in der Arbeit lediglich in Kapitel 5.2.1 angegeben. Werden jedoch in einer Versuchsreihe Proben mit unterschiedlichem Wassergehalt miteinander verglichen, beziehen sich die Aussagen immer nur auf die Unterschiede im Wassergehalt. Diese angegebenen Differenzen im Wassergehalt sind insofern korrekt, da sie, ausgehend von einem Basismaterial, sorptiv über Differenzwägung eingestellt wurden (vgl. Kapitel 3.1.3).

Liste der verwendeten Symbole

A	Fläche	m^2
B	Permeabilität	m^2
cv	Konsolidierungskoeffizient	m^2/s
drb	bezogen auf Trockenmasse (dry basis)	-
e	Porenziffer	-
F	Kraft	N
G	Druck-Stauchungsverhalten	N/m^2
g	Gravitationskonstante	9,81 $m*s^2$
h	Höhe	m
KG	Kompressionsgrad	%
L/D	Verhältnis (Komprimathöhe / Zylinderdurchmesser)	mm/mm
mJ	Masse der Komponente J	kg
mC_J	Masse Lipid in Komponente J	kg
mI_{SR}	Masse inerter Feststoff im Schälraps	kg
mI_{ESR}	Masse inerter Feststoff im extrahierten Schälraps	kg
mF_{KF}	Masse Feststoff im Kernfleisch	kg
mF_H	Masse Feststoff in den Hüllen	kg
mW_{ISR}	Masse Wasser im inerten Feststoff Schälraps	kg
mW_{SR}	Masse Wasser Schälraps	kg
n_1, n_2	Walzendrehzahlen	min^{-1}
P	Gesamtdruck	bar
P_{jR}	Relaxationsdruck des Komprimats nach der j-Stufe	bar
ΔP	Druckverlust	bar
p_{DL}	Drainage-Öldruck	bar
p_L	Fluiddruck im Komprimat	bar
p_S	Feststoffdruck im Komprimat	bar
r	Kapillarradius	m
s	Walzenspalt	mm
T	Temperatur	°C
t	Zeit	s
Δt	Periodendauer	s
Δt_{ges}	Gesamtdauer Preßversuch nach Vorverdichtung	s
Δt_{Kj}	Dauer der j Kompressionsphase	s
Δt_{Rj}	Dauer der j Relaxationsphase	s

Δt_{Vj}	Verzögerung des Fluiddruckmaximums relativ zur Kompression	s
u	Umfangsgeschwindigkeit	mm/s
Δu	Differnz-Umfangsgeschwindigkeit	mm/s
v	Fluidgeschwindigkeit (Leerrohrgeschwindigkeit)	mm/s
W	Kompressionsarbeit	Nm
xC_J	Fettgehalt der Komponente J	%
xH_S	Hüllengehalt der Saat S	%
xH_{SR}	Hüllengehalt des Schälrapses SR	%
xP_L	Proteingehalt in der Extraktionslösung	kg P/kg L
xP_{Lmax}	max. Proteingehalt in der Extraktionslösung	kg P/kg L
xP_{Lmin}	min. Proteingehalt in der Extraktionslösung	kg P/kg L
xW_J	Wassergehalt der Komponente J	%
XW_J	Wasserbeladung der Komponente J	kg W / kg F
z	Komprimathöhe, Ortskoordinate	mm
Δz	Komprimathöhendifferenz, Kompressionsweg	mm
Δz_{ges}	Gesamtkompression	mm
$\dot{z}$	Kompressionsgeschwindigkeit	mm/min
$\dot{z}_{DL}$	Kolbenvorschubgeschwindigkeit des Drainageölzylinders	mm/min
z_A	Komprimathöhe nach Vorverdichtung (OP)	mm
z_E	Komprimatendhöhe nach n Kompressionsstufen	mm

Griechische Buchstaben

τ	Relaxationszeit	s
ε	Dehnung	-
ψ	Porosität	-
ρ	Dichte	g/cm^3
η	dynamische Viskosität	Pa s
α	Filtrationswiderstand	kg/m^2
λ	Horizontaldruckverhältnis	-
φ	relative Luftfeuchte	-
γ	Steigungswinkel des Schneckensteges	°
$\dot{\gamma}$	Schergefälle	s^{-1}

Phasen und Komponenten

A	Abgeber
C	Lipide
E	Expulsat
ESR	extrahierte schalenreduzierte Saat (Schälraps)
F	Feststoff
FF	Feststoff-Ersatzwand
FH	Feststoff-Hüllen
FKF	Feststoff-Kernfleisch
H	Hüllen
IESR	Inertstoff des extrahierten Schälrapses (fett- und wasserfrei)
ISR	Inertstoff des Schälrapses (fett- und wasserfrei)
K	Komprimat
KF	Kernfleisch
R	Raffinat
S	Saat
SR	Schälraps
W	Wasser

Indices

^{o}	Beginn der Vorverdichtung
*	Gleichgewicht
’	Beginn des Ölaustritts (Oil-Point)
^	Maximum am Ende der Kompressionsphase
A	Abgeber
j	Stufe
K	Kompression
L	Flüssigkeit (Liquid)
n	Stufenzahl
R	Relaxation
S	Feststoff (Solid)
V	verschlossene Zellen
Z	intrazellular

1 Einleitung

Das Pressen biogener Feststoffe zur Abtrennung der eingeschlossenen fluiden Phase findet in der Lebensmittelindustrie großtechnische Anwendung bei der mechanischen Entwässerung von Zuckerrübenschnitzeln und bei dem Abpressen von Öl aus unterschiedlichen Ölsaaten. Diese Arbeit befaßt sich mit der mechanischen Fest/flüssig-Trennung am Beispiel der Rapssaat. Die konventionelle Verarbeitung des biogenen Feststoffs Rapssaat in der Ölmühlenindustrie setzt sich aus fünf Hauptstufen zusammen: der Aufbereitung der Saat, der Pressung, der anschließenden Extraktion des Preßschilfers mit dem Lösemittel n-Hexan, der Desolventierung des Extraktionsschrots und der abschließenden Raffination des Rohöls nach destillativer Entfernung des Lösemittels. Die mechanische Fest/flüssig-Trennung in der Preßstufe erfolgt auf kontinuierlich arbeitenden Seiher-Schneckenpressen, deren Entwicklung um die Jahrhundertwende auf die V.D. Anderson Company in Cleveland zurückgeht [17]. Trotz der langen Historie ist der Kompressionsvorgang des Flüssigkeit führenden biogenen Feststoffs grundsätzlich und insbesondere in der Schneckenpresse bisher wenig wissenschaftlich durchdrungen.

Der Grund dafür liegt in der Natur der physikalischen Vorgänge, die von ALT [13] wie folgt beschrieben werden: "Die einzelnen Vorgänge, die das Abfließen der Flüssigkeit bewirken, sind kompliziert und von Stoff zu Stoff überaus verschieden, so daß theoretische Untersuchungen, soweit sie sich auf zwangsläufig stark vereinfachte Fälle beschränken, relativ geringe, allgemeine Aussagen versprechen". Damit ist die wünschenswerte Reihenfolge für die Entwicklung bzw. Weiterentwicklung technischer Verfahren,

- die Klärung der naturwissenschaftlichen Grundlagen durch entsprechende Meßverfahren im Labormaßstab und
- die Übertragung der damit gefundenen quantitativen Zusammenhänge auf maschinenbauliche Möglichkeiten

im Regelfall nicht einzuhalten. Für die Neuentwicklung von Verfahren auf dem Gebiet der mechanischen Fest/flüssig-Trennung war bisher das empirisch experimentelle Vorgehen charakteristisch, bei dem Erfahrungen aus orientierenden Labor- und Technikumsversuchen schrittweise auf den größeren Maßstab übertragen wurden [13].

Entgegen der üblichen empirischen Vorgehensweise soll in dieser Arbeit durch gezielte Grundlagen-Untersuchungen am Beispiel des biogenen Feststoffs "schalenreduzierte Rapssaat" die Basis erarbeitet werden, auf der der technische Prozeß zielgerichtet optimiert werden kann. Für die Verarbeitung von geschälter Rapssaat anstatt der ganzen Samen sind mehrere Gründe anzuführen:

- Die Extraktionsschrote der Rapssaat zeigen gegenüber anderen Ölsaaten eine erhöh-

te Hexanretention. Als Verursacher wurden die Rapshüllen nachgewiesen [85].

- Die Rapshüllen sind Träger von unerwünschten Inhaltsstoffen. Die aus schalenreduzierter Rapssaat gewonnen Preßöle enthalten diese kaum noch, so daß auf eine Nachbehandlung durch Dämpfung oder Raffination verzichtet werden kann.
- Durch Entfernung der Rapshüllen mit einem hohen Rohfasergehalt wird der Futterwert des Preßschilfers bzw. des Extraktionsschrots verbessert.

Aus der bisher nicht realisierten Verarbeitung geschälter Rapssaat in Schneckenpressen resultieren Fragen an die Rheologie des biogenen Komprimats. Es ist der Nachweis zu erbringen, ob und unter welchen Kompressions- und Material-Parametern Komprimate aus schalenreduzierter Rapssaat preßbar sind.

Die Abb. 1-1 veranschaulicht als vereinfachtes Schema zugleich die komplexen Zusammenhänge des Trennpressens von biogenen Feststoffen auf Schneckenpressen, die Aufgabenstellung, den Lösungsansatz und damit auch die innere Struktur dieser Arbeit.

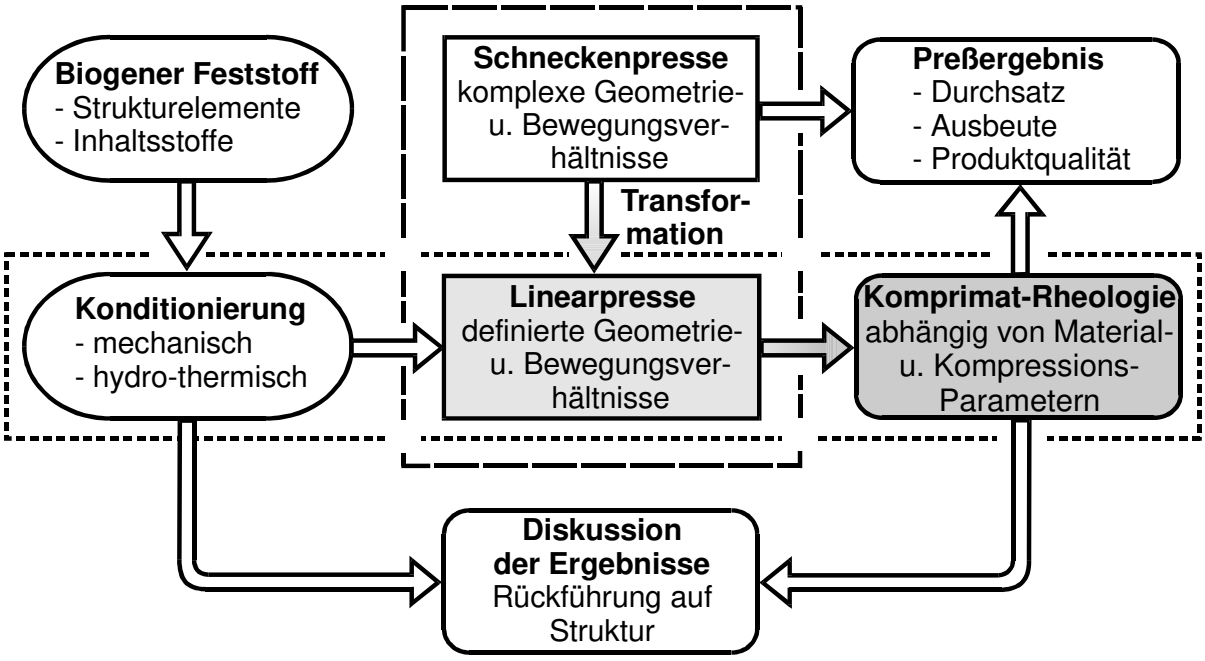


Abb. 1-1: Vereinfachtes Strukturschema zum Trennpressen von biogenen Feststoffen auf Schneckenpressen: Einflußgrößen, Zusammenhänge, Aufgabenstellung und Lösungsansatz

Auf der einen Seite steht das zu pressende biogene Ausgangsmaterial Rapssaat, auf der anderen Seite das zu optimierende Preßergebnis auf einer Seiher-Schneckenpresse. Dieses wird definiert über den erreichten Durchsatz, die Ausbeute und über die Qualität des abgepreßten Öls.

Abhängig ist das Preßergebnis von den Bewegungsverhältnissen des Komprimats im Preßraum. Das Komprimat setzt sich aus einer großen Anzahl biogener fester Einzelpartikel zusammen. Die Bewegungsverhältnisse des im Falle der Rapssaat bipartikulär (Schalen und Kernfleisch) zusammengesetzten Komprimats werden einerseits bestimmt durch die geometrischen Verhältnisse der Schneckenpresse und andererseits durch die Komprimat-Rheologie. Die Rheologie ist selbst von den Kompressionsverhältnissen abhängig, die sich wiederum aus der Wechselwirkung der komplexen Geometrie des Systems Seiher-Schnecke und der Komprimat-Rheologie ergeben. Aufgrund dieses stark wechselwirkenden Systems ist die empirische Vorgehensweise zur Optimierung des Verfahrens bis heute Stand der Technik. Erst unter Kenntnis einer Einflußgröße ist die andere im Sinne der Optimierung gezielt anzupassen.

Die Lösung des Problems erfordert die Entkopplung des wechselwirkenden Systems Presse/Komprimat. Unter den definierten Geometrie- und Bewegungsverhältnissen in einer Zylinder/Kolben-Geometrie (Linearpresse) soll das Deformationsverhalten des biogenen Komprimats ermittelt werden. Die Transformation der Kompressionsverhältnisse von der Schneckenpresse auf die Linearpresse erfordert, unter der Prämisse, den Charakter der Kompression in der Schneckenpressen auch in der Linearpresse zu erhalten, eine eingehende Analyse der Funktion der Schneckenpresse. Die Anforderungen an die Komprimat-Eigenschaften sind für die Funktion der Schneckenpresse zu definieren. In einer im gleichen Fachgebiet parallel durchgeführten Arbeit werden die komplexen Bewegungsverhältnisse des Komprimats in der Schneckenpresse untersucht.

Die Veränderungen der Komprimat-Rheologie können unter den definierten Verhältnissen der Linearpresse auf die zwei bestimmenden Einflußgrößen:

- Kompressions-Parameter und
- durch Konditionierung (mechanisch und hydrothermisch) und Schälung veränderlichen Materialeigenschaften der untersuchten Rapssaat

zurückgeführt werden. Dazu sind drei Gruppen von Experimenten mit unterschiedlichem Charakter erforderlich:

- Versuche mit gleichen Material-Parametern unter Variation der Kompressions-Parameter (Ergebnisse in Kap. 4.1),
- Versuche mit gleichen Kompressions-Parametern unter Variation der Material-Parameter (Ergebnisse in Kap. 4.2) und
- Versuche zur Ermittlung der Komprimat-Drainage unter Variation der Material-Parameter mit gleichen Kompressions-Parametern (Ergebnisse in Kap. 4.3).

Im ersten Teil der Arbeit wird die verfahrenstechnische Operation Trennpressen für die speziellen Fälle Kompression in der Schnecken- und Linearpresse unter Berücksichtigung der Einflußgrößen Preßgeometrie, Permeabilität im Sinne von Komprimat-Drainage und Material-Rheologie beschrieben.

Die Ursachen für die durch Konditionierung veränderlichen Komprimat-Eigenschaften sind in der Anatomie und Struktur der Einzelpartikel und den Inhaltsstoffen zu suchen. Daher wird die Rapssaat unter den zuvor beschriebenen Aspekten charakterisiert. Der Stand der Literatur zu der mechanischen und hydrothermischen Vorbehandlung wird hinsichtlich der Verfahren und den Veränderungen der Strukturen und Saateigenschaften dargestellt. Die Rheologie biogener Strukturen und Komprimate und die Methoden zu deren Ermittlung sowie experimentelle Ergebnisse aus der Literatur werden im Weiteren dargestellt.

Die vorhergehende Analyse des Preßvorgangs in Schneckenpressen ermöglicht die anschließende Formulierung der Problemstellung. Aus den Befunden zur Struktur der Einzelpartikel und der Komprimate und zu den Kompressionsverhältnissen in der Schneckenpresse werden Arbeitsmodelle für die Material- und Komprimat-Struktur und deren Kompressionsverhalten entwickelt, anhand deren die experimentellen Ergebnisse plausibel erklärt werden sollen. Die Geometrie- und Bewegungsverhältnisse der Schneckenpresse werden auf die Zylinder-Kolbengeometrie der Linearpresse übertragen und entsprechende Arbeitsmodelle für die experimentellen Untersuchungen und Ergebnisinterpretationen formuliert. Das Kapitel schließt nach Darstellung der Terminologie und Symbolik mit den konkreten Zielsetzungen dieser Arbeit.

Nach der Beschreibung der Versuchstechnik, differenziert nach der Materialbehandlung, dem experimentellen Aufbau und der Versuchsdurchführung, erfolgt die nach Versuchsgruppen getrennte Darstellung der experimentellen Ergebnisse. In der ebenfalls gegliederten Diskussion werden die experimentellen Ergebnisse unter Einbeziehung der Literatur und der Arbeitsmodelle und unter Rückführung auf die durch Konditionierung veränderbaren Saatstrukturen interpretiert. Als Resümee wird eine Gesamtbeurteilung der Komprimat-Eigenschaften aus schalenreduzierter Saat im Vergleich zu denen aus nativer Saat gegeben.

Die Arbeit schließt mit kritischen Betrachtungen und einem Ausblick, insbesondere zu der Übertragbarkeit und Bedeutung der Ergebnisse für den technischen Prozeß des Trennpressens von schalenreduzierter Rapssaat auf Schneckenpressen.

2 Zum Stand des Wissens

2.1 Trennpressen

Das Trennpressen von Komprimaten aus biogenen Feststoffen nimmt innerhalb der mechanischen Flüssigkeitsabtrennung eine Sonderstellung ein, da die abzutrennende Flüssigkeit intrazellular vorliegt. Die Flüssigkeit muß erst aus den aufzuschließenden Zellen der Einzelpartikel herausgepreßt werden und in die Komprimat-Kapillaren gelangen bevor sie aus dem Komprimat abgepreßt werden kann. Zu Beginn des Preßvorgangs wird zunächst eine Schüttung komprimiert, in der sich erst nach und nach eine flüssige Phase bildet, die einen Teil des Kompressionsdrucks aufnehmen kann.

Die theoretischen Einflußgrößen für das Trennpressen und ihre Wechselwirkungen werden vorgestellt und modelliert. Anschließend wird der technische Preßvorgang von Ölsaaten auf Seiher-Schneckenpressen analysiert um die Anforderungen an das biogene Komprimat für die Funktion der Presse zu formulieren.

2.1.1 Klassifizierung und Modellierung der Fest/flüssig-Trennung

Ziel der mechanischen Fest/flüssig-Trennung ist die Trennung von dispersen Systemen durch den Einfluß mechanischer Kräfte. Disperse Systeme enthalten eine disperse innere Phase, die von einer Dispersionsphase (äußere Phase, Kontinuum) umgeben ist. Die Trennverfahren lassen sich nach Beschaffenheit des Kontinuums in Filtrations- und Trennpreßoperationen unterscheiden. Allen Trennprozessen ist gemeinsam, daß der Feststoff durch ein Filtermittel (Seiher) zurückgehalten wird, während die Flüssigkeit passieren kann. Ist das Kontinuum eine Flüssigkeit, in der Feststoffpartikel dispers verteilt sind, wird von Filtration gesprochen. Ist das Kontinuum ein Feststoff, in dem die flüssige Phase dispers verteilt ist, wird das Trennpressen angewendet.

Bei der Filtration wird der den Trennvorgang antreibende Druck ausschließlich auf das Fluid übertragen. Während der Filtration baut sich ein Filterkuchen auf. Definiert wird das Trennpressen von Feststoff und Flüssigkeit durch das unmittelbare Aufbringen der Trennkraft auf beide Phasen des Komprimats. Der Feststoff stellt die kontinuierliche Phase dar. Bei der Preßfiltration handelt es sich um eine Kombination aus Filtration und Trennpressen. Dem Filtrationsprozeß schließt sich ein Trennpreßprozeß durch Kompression des Filterkuchens an. Es findet eine Umwandlung der kontinuierlichen Phase von flüssig nach fest statt. Aus der Definition ergibt sich, daß der Filtrations- und der Preßfiltrationsprozeß nur bei Gemischen auftritt, bei denen das komplette oder ein Teil des Fluids zu Beginn des Trennprozesses als äußere Phase vorliegt.

Physikalische Modellvorstellungen über ein gepreßtes System im zweiachsigen Spannungszustand stammen aus der Bodenmechanik: TERZAGHI [117] entwickelte ein Mo-

dell für die Konsolidierung eines mit Wasser gesättigten Baugrunds, das später zur Beschreibung der Fest/flüssig-Trennung von mehreren Autoren für die Preßfiltration (SHIRATO et al.) [100] und das Trennpressen von Obst (KÖRMENDY) [48] oder von Ölsaaten (MREMA und MCNULTY) [65] fortentwickelt wurde. Unabhängig vom eingesetzten Material ist der Kompressionsvorgang nach zwei wesentlichen Merkmalen zu unterscheiden:

(1) Deformation unter konstanter bzw. variabler Last [97, 100] als Situationsfall 'Retardierendes Konsolidieren' (d. h. mit elastischer Nachwirkung),

(2) Deformieren mit konstanter bzw. variabler Vorschubgeschwindigkeit [38, 99] als Situationsfall 'Komprimieren mit anschließendem Relaxieren'.

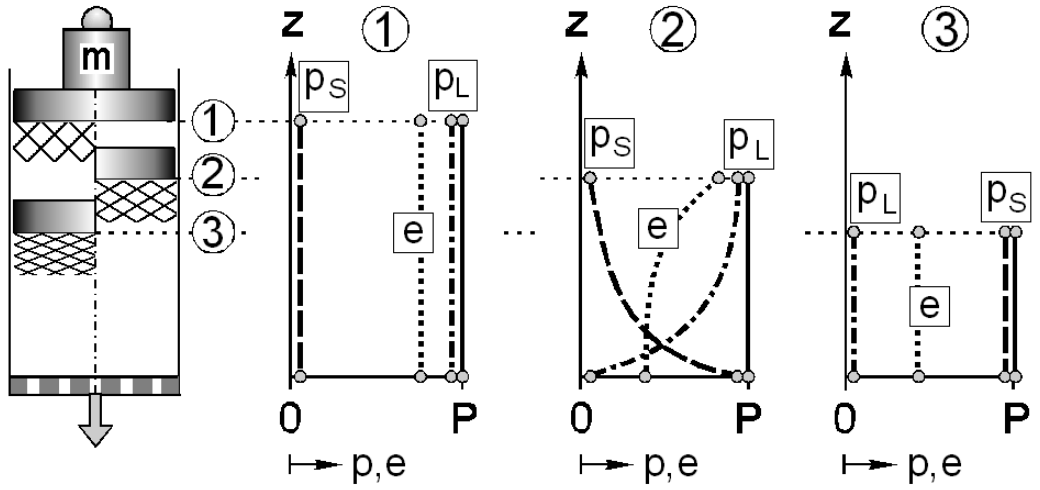
Die axialen Druck- und Porositätsverteilungen sind außerdem abhängig von der gegebenen Seiher-Geometrie der Kolben/Zylinder-Anordnung, also unterschiedlich bei Kolben-, Boden- oder Wand-Seiher bzw. von deren Kombinationen [38].

Das Studium von Drücken und Porositäten beim Komprimieren in einer Kolbenpresse hat die im Komprimat wirksamen Kräfte und die daraus resultierenden Wechselbeziehungen zwischen Fluid und Feststoff einzubeziehen:

- die Kräfte zur Überwindung des auftretenden Druckverlustes des im Komprimat strömenden Fluids, abhängig von der Permeabilität des Systems,
- die Deformationskräfte der Feststoffmatrix (die Kompaktierungskräfte) zur Reduzierung des Komprimatvolumens, abhängig vom Druck-Stauchungs-Verhalten (der Rheologie) der Feststoffmatrix und
- die Reibungskräfte zwischen Komprimat und umschließender Zylinderfläche, abhängig von der anisotropen Druckausbreitung (Horizontaldruckverhältnis) und die Reibung zwischen Komprimat und Wandung [41].

Ferner ist eine Kontinuitätsbetrachtung anzustellen: in einer sich konsolidierenden Schicht vergrößert sich die in der Zeiteinheit aus der Schicht austretende Fluidmenge gegenüber der in die Schicht eintretenden um einen Betrag, der der entsprechenden Volumenabnahme der Schicht entspricht [117].

In Abb. 2-1 sind die Druck- und Porositätsverteilungen für den einfachsten Fall der Konsolidierung unter konstanter Last bei untenliegendem Seiher dargestellt. Vorausgesetzt wird ein rein zweiphasiges System als ein poröser, jedoch offenporiger elastischer Feststoff mit einer inkompressiblen Flüssigkeit. Die Konsolidierung ist als nicht-stationärer Vorgang durch Druck- und Porositätsgradienten gekennzeichnet. Lediglich in den Gleichgewichtszuständen zu Beginn und bei vollständiger Retardation liegen homogene Druck- und Porositätsverteilungen vor.



p_S Druck aus Solid-Phase

p_L Druck aus Liquid-Phase

e Porenziffer

Gesamtdruck aus Last der Masse m :

$$P = \frac{m \cdot g}{A} = p_S + p_L = \text{konst.}$$

Abb. 2-1: Verteilung von Solid- und Liquiddruck und Porenziffer im saturierten Feststoff für den Fall der Konsolidierung unter konstanter Last: (1) im Moment der Lastaufgabe, (2) während der Konsolidierung, (3) nach vollständiger Konsolidierung [132]

Die aufgebrachte Last m erzeugt einen Druck P; dieser wird spontan von der inkompressiblen Flüssigkeit aufgenommen. Das Fluid wird verdrängt und durchströmt das Komprimat. Infolge des Druckverlustes nimmt der Fluiddruck über die Kuchenhöhe von der Stelle des höchsten Drucks am Kolben bis zum Seiher ab, und der Feststoffdruck erhöht sich um den Betrag, um den der Flüssigkeitsdruck abnimmt. Infolge des Druck-Stauchungs-Verhaltens der Feststoffmatrix hat die Porenziffer e als Verhältnis von Hohlraumvolumen zu Feststoff-Kompaktvolumen am Seiher den kleinsten Wert [99, 108]. Solange Fluid austritt, ergibt sich der Gesamtdruck P als Summe der Partialdrücke von Feststoffdruck p_S und Fluiddruck p_L. Mit fortschreitender Konsolidierung setzt sich der Vorgang der Porositätsverringerung im Komprimat schichtweise vom Seiher bis zum Kolben fort. Bei Kolbenstillstand und somit vollständiger Konsolidierung stellt sich ein Gleichgewicht ein: der Fluiddruck ist vollständig abgebaut und die Porositätsverteilung ist homogen; die Last wird dann ausschließlich vom Feststoff getragen.

Die von TERZAGHI [117] für die Vorgänge der eindimensionalen Konsolidierung eines Bodens entwickelte Gleichung wurde auch für das Komprimieren mit konstanter Vor-

schubgeschwindigkeit verwendet und variiert [5, 38, 48, 65, 96, 97, 99, 100, 108]. Mit der Gleichung (2-1) wird die zeitliche und örtliche Quantifizierung (Zeitparameter t und Kuchenhöhe z) der Porenziffer e und damit der Fluidausbeute ermöglicht:

$$\frac{\partial e}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial z} \cdot \left(c_v \cdot \frac{\partial e}{\partial z} \right) \qquad \text{mit} \quad c_v = \frac{G \cdot B}{\eta} \tag{2-1}$$

Die physikalischen Größen dieser partiellen Differentialgleichung lassen sich in einem Konsolidierungskoeffizienten c_v zusammenfassen. Das rheologische Merkmal G bezieht sich auf das Druck-Stauchungs-Verhalten der reinen Feststoffmatrix. Über die Viskosität η des abzupressenden Fluids geht die Temperatur in die Vorgänge des Konsolidierens bzw. des Komprimierens ein. Die experimentell ermittelbare Permeabilität B ist durch das Gesetz von Darcy definiert und läßt sich nach Gleichung (2-2) mit Hilfe der Feststoffdichte ρ_s und der Porosität ψ in den Filtrationswiderstand α des Preßkuchens umrechnen [4]:

$$\alpha = \frac{1}{B \cdot \rho_s \cdot (1 - \psi)} \tag{2-2}$$

Die Gleichung (2-1) entspricht formal den Gleichungen für die instationäre Wärmeleitung bzw. Diffusion. Der zu verwendende Lösungsansatz ist vom Situationsfall der Kompression (Last- oder Wegpressen) abhängig. Die Gleichung ist analytisch nur unter genau definierten Randbedingungen und bei Konstanz des charakteristischen Parameters c_v zu lösen. Sowohl der Filtrationswiderstand als auch das rheologische Verhalten der Feststoffmatrix G sind jedoch von den zeitlich variierenden örtlichen Drücken abhängig; wegen nichtlinearen Verhaltens wird in der Regel die Konstanzbedingung nicht erfüllt. Das Verhältnis von Spannung und Dehnung ist von der Zeit und von der Spannungshöhe abhängig und durch visko-elastische Relaxationseffekte gekennzeichnet [38, 78]. Dieses komplexere rheologische Verhalten wird von einigen Autoren durch nichtlineare Ansätze für den E-Modul [117] und durch Mehr-Element-Körper berücksichtigt [5, 98, 120]. Eine Einbeziehung der Relaxationseffekte erweitert die Parameterzahl im Konsolidierungskoeffizienten, was jedoch einer Lösung und damit Anwendung der Differentialgleichung entgegensteht [120]. Der sich verändernde Filtrationswiderstand läßt sich durch Potenzansätze berücksichtigen [96].

Die stofflichen Eigenschaften der zellular strukturierten biogenen Feststoffe mit der intrazellular eingeschlossenen Zielkomponente bleiben in den Berechnungsansätzen unberücksichtigt. Zudem liegt im Falle des Abpressens von Öl aus einer Saat kein saturiertes zweiphasiges System und kein homogener Feststoff vor. Die Luft in den Hohlräumen der Schüttung und in den Interzellularen des Gewebes bestimmen den Preßvorgang vom Start der Kompression bis zum ersten Ölaustritt und darüber hinaus

[90]. Die Effektivität des Abpressens hängt wesentlich vom rheologischen Verhalten des partikulär aufgebauten Komprimats und dessen Beeinflussung durch Konditionieren ab. Die Bestimmung des Druck-Stauchungs-Verhaltens ist für die reine Feststoffmatrix aber problematisch, da experimentell nur die Deformationskräfte für das gesamte Komprimat, also zusammen mit dem Einfluß der Wechselwirkungskräfte zwischen Fluid und Feststoff, ermittelt werden können [132].

2.1.2 Permeabilität poröser Systeme

Das Durchströmungsverhalten von Feststoffen stellt ein umfangreiches eigenständiges Forschungsgebiet dar. Übersichtsarbeiten zu der Fluidströmung in Feststoffbetten liegen von verschiedenen Autoren vor: BRAUER [9], GREENKORN [30], SCHEIDEGGER [82], ZIOLKOWSKA und ZIOLKOWSKI [131]. Die Ansätze zu den Durchströmungsmodellen lassen sich in zwei Kategorien unterteilen, die sich auch an der Einteilung der Fest/flüssig-Trennprozesse orientieren:

Umströmungsmodelle: Sie kennzeichnen häufig Filtrationsaufgaben. Das Fluid stellt die kontinuierliche, den Feststoff umgebende, Phase dar. Während des Filtrationsprozesses hat sich noch kein zusammenhängendes Feststoffgerüst gebildet und somit kommt es auch nicht zu einer Aufteilung des Gesamtdrucks in einen Fluiddruck- und einen Feststoffdruckanteil. Damit spielt die Rheologie der Feststoffmatrix ebenfalls keine Rolle, wodurch die Modellierung des Filtrationsprozesses sich ausschließlich auf die auftretenden Flüssigkeitsdrücke beschränken kann.

Durchströmungsmodelle: Sie spielen eine entscheidende Rolle bei der Modellierung des Trennpreßvorgangs. Die Durchströmungsmodelle befassen sich mit der Strömung des Fluids durch eine kontinuierliche, die Flüssigkeit umhüllende Feststoffmatrix. Die Modellierung der Durchströmung ist bei einem kompressiblen Feststoffgerüst an die Rheologie der Feststoffmatrix gekoppelt. Mit der Volumenänderung der Feststoffmatrix durch einwirkende Kräfte ändert sich das Gefüge der Feststoffphase und somit auch der Durchströmungswiderstand. Ein Indikator für die Volumenänderung ist die Porosität ψ, das Verhältnis von Porenvolumen zu Gesamtvolumen. Gelten Flüssigkeit und Feststoff als inkompressibel, so entspricht die Porenvolumenänderung der Gesamtvolumenänderung. Wird das Feststoffgerüst gestaucht, so nimmt die Porosität ab und der Druckverlust im Fluid steigt an. Als Kennzeichnung der Feststoffmatrix wird die Hohlraumgeometrie gewählt. Das Kapillarsystem der porösen Feststoffschicht kann mit einem System paralleler Röhren verglichen werden. Für Systeme mit niedrigen Porositäten, wie bei Komprimaten während des Trennpressens, besitzen die Durchströmungsmodelle Vorteile. Umströmungsmodelle dagegen führen bei hohen Porositäten zu besseren Ergebnissen [41].

Empirische Gesetze, die einen Zusammenhang zwischen der Fluidgeschwindigkeit und dem Druckverlust bei der Durchströmung eines homogen-porösen inkompressiblen Feststoffs beschreiben, dienen als Grundlage für die Entwicklung von Gleichungen auf dem Gebiet des Trennpressens kompressibler Medien mit inhomogener Porenverteilung. Für Luft und Wasser gibt es eine Vielzahl von empirischen Daten, die aus der Durchströmung unterschiedlichster Feststoffmatrizen gewonnen wurden. Die Daten führten zur Entwicklung verschiedener mathematischer Ansätze (vgl. Kap. 2.1.1).

Gesetz von Darcy

Die Durchströmung poröser Systeme kann generell mit der NAVIER-STOKES-Gleichung beschrieben werden. Für den Fall, daß die Trägheitskräfte gegenüber den Reibungskräften vernachlässigbar sind und ein NEWTONSCHES Fluid vorliegt, kann die NAVIER-STOKES-Gleichung auf das Gesetz von DARCY für laminare Strömung reduziert werden. Der französische Ingenieur DARCY fand 1856 empirisch den Zusammenhang zwischen der Geschwindigkeit und dem Druckverlust des durch eine Sandschüttung strömenden Wassers [82, 131]. Das Gesetz von DARCY definiert die Permeabilität B und ist zugleich Meßvorschrift für die experimentelle Bestimmung.

Das Gesetz von DARCY (Gleichung 2-3) kann für ein homogenes, isotrop-poröses System für den eindimensionalen Fall unter Vernachlässigung der Schwerkraft wie folgt geschrieben werden [41, 131]:

$$v = -\frac{B}{\eta} \cdot \frac{dp_L}{dz} \tag{2-3}$$

mit
- v Fluidgeschwindigkeit (Leerrohrgeschwindigkeit)
- B Permeabilität
- η dynamische Viskosität
- p_L Fluiddruck
- z Ortskoordinate in vertikaler Richtung

Experimentelle Ermittlung der Permeabilität

In der Literatur finden sich eine Vielzahl von Korrelationen zur Berechnung der Permeabilität. Dabei wird die Permeabilität als Funktion der Porosität ψ und eines charakteristischen Durchmessers ausgedrückt. Die Einflüsse unterschiedlicher Feststoffmatrizen und Rahmenbedingungen werden dabei durch eine variable Anzahl von Konstanten berücksichtigt. KASCHEL [41] gibt in seiner Dissertation einen Überblick über die bekanntesten Korrelationen und vergleicht deren Güte für lose und verdichtete

Schüttungen. KASCHEL stellt fest, daß insbesondere für komprimierte Feststoffschüttungen die bekannten Korrelationen eine große Varianz hinsichtlich der ermittelten Permeabilität zeigen. Nach den Erfahrungen von HORRIGHS [37] und SOMERTON et al. [110] ist bei verdichteten Feststoffen die experimentelle Ermittlung der Permeabilität einer Korrelation vorzuziehen, da der Spannungszustand der Feststoffmatrix den Durchströmungswiderstand unmittelbar - trotz konstanter Porosität - beeinflußt. Aus diesem Grund wird in dieser Arbeit ebenfalls versucht, durch eine geeignete Versuchsanordnung (vgl. Kap. 3.2.1) die Permeabilität der Rapskomprimate bei der Durchströmung mit Rapsöl in Abhängigkeit vom Kompressionzustand zu ermitteln.

KASCHEL [41] hat mit einer Versuchseinrichtung die Permeabilität von Komprimaten aus extrahiertem Raps- und Sojaschrot, unter Verwendung der Gleichung von DARCY, ermittelt. Die komprimierten Feststoffe sollen dabei als Gassperre für den kontinuierlichen Ein- und Austrag für einen Hochdruckreaktor dienen. Er verwendete aus diesem Grund als durchströmendes Fluid komprimiertes CO_2-Gas. Unter geringer Variation der Temperatur (28 bis 32 °C) und des Fluiddrucks (26 bis 42 bar) ermittelte KASCHEL Permeabilitätswerte in der Größenordnung von $B = 0{,}8 - 5{,}1*10^{-13}$ m^2. Mit steigendem Differenzdruck des Fluids reduzierte sich dabei die Permeabilität; vermutet wird, daß der Fluiddruckabfall zu einer Stauchung der Feststoffmatrix führt.

In der vorliegenden Arbeit wird unterschieden zwischen dem Austritt der intrazellularen - hinter einer Membran liegenden - Flüssigkeit aus dem einzelnen Saatpartikel und der anschließenden Durchströmung der komprimierten Schüttung. Es ist also zwischen einer Permeabilität des Partikels und des Komprimats zu differenzieren. Um diese Vorgänge auch begrifflich zu unterscheiden, wird vorgeschlagen, das Durchströmungsverhalten des Komprimats mit dem Begriff Drainage zu kennzeichnen und den Begriff Permeabilität für die Durchlässigkeit des Wand/Membran-Systems zu reservieren.

2.1.3 Trennpressen auf Seiher-Schneckenpressen

Im konstruktiven Aufbau technischer Seiherschneckenpressen sind - unabhängig vom Hersteller - wesentliche prinzipielle Gemeinsamkeiten festzustellen [46, 57, 118]. Die Abb. 2-2 zeigt die Schnecke mit Seiher einer technischen Seiherschneckenpresse als Schnittdarstellung; die Abb. 2-3 zeigt eine geöffnete Schneckenpresse.

In einem horizontalen Gang rotiert eine Preßwelle. Diese mit Stegen in Form eines Gewindegangs versehene Welle ist aus Kompressions- und Förderelementen mit verschiedener Steigung zusammengesetzt, die im Wechsel auf einem gemeinsamen Dorn verspannt sind. Durch Variation dieser Elemente kann die Presse für die jeweilige Preßaufgabe - Kalt-, Warmpressen und unterschiedliche Ölsaaten - angepaßt werden.

Die zum Abpressen erforderliche Volumenreduktion mit entsprechender Druckerhöhung wird von den Herstellern durch unterschiedliche Konzepte erreicht [45]:

- Durch die Förderung des Komprimats gegen Drosseln - ein sich im Vergleich zur Gangtiefe der Schnecke verengender freier Ringspalt -, die auf der Schnecke oder im Seiher angebracht werden können;
- sowie durch die Reduzierung des Fördervolumens (freier Raum zwischen Seiher und Schnecke) über eine abnehmende Gangsteigung der Schneckensteghelix und/oder eine kontinuierliche bzw. stufenweise Erhöhung des Schneckenvolumens.

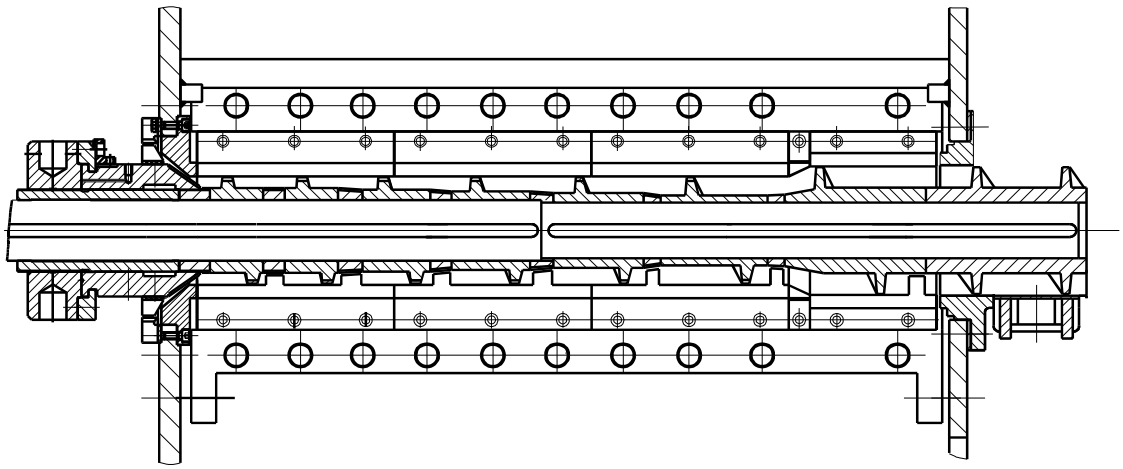


Abb. 2-2: Teilschnitt durch eine technische Schneckenpresse (CIMBRIA SKET, Magdeburg).

Vor der jeweiligen Drossel baut sich ein Druck auf, der nach der Drossel entspannt wird und die Umschichtung des Materials vor dem nächsten Druckaufbau ermöglicht. Diese Abfolge von Kompressions- und Relaxations-Elementen führt zu dem von HOMANN et al. [36] und ZAJÍC et al. [130] in Abb. 2-4 oben dargestellten charakteristischen Druckprofil entlang einer Schneckenpresse. Der Druck steigt exponentiell vor den Drosseln an und relaxiert nach der Drossel bis zum nächsten Anstieg, wobei die Druckniveaus der Kompressions- und Relaxationsphasen von Drossel zu Drossel zum Auswurf der Schnecke hin steigen. Wird ohne Drosselelemente gearbeitet, nimmt der Preßdruck über die Seiherlänge zu und fällt zum Austrag hin steil ab (vgl. Abb. 2-4 unten) [36, 45, 124].

Abb. 2-3: Blick auf geöffnete Schneckenpresse (Hochleistungsschneckenpresse HSP 28 der Firma CIMBRIA SKET)

Über das Druckniveau in Schneckenpressen werden in der Literatur nur wenige und zum Teil recht unterschiedliche Angaben gemacht. KNUTH et al. [45] geben Drücke bis 400 bar bei der Verarbeitung von Baumwollsaat in einer Fertigpresse an. ZAJÍC [130] hat an einer Vorpresse der Firma SKET bei der Verarbeitung von Rapssaat Drücke bis 165,5 bar gemessen. BREDESON [10] gibt für die Pressen der French Oil Mill Machinery Co. Maximaldrücke bis ca. 1000 bar an. VADKE und SOSULSKI [122] geben für das Pressen von Rapssaat auf Fertigpressen einen Druckbereich von 1000 bis 1500 bar und für Vorpressen 300 bis 400 bar an. EGGERS et al. [18] haben Drücke bis ca. 90 bar für Rapssaat in einer Schneckenpresse gemessen. SINGER [103] gibt Drücke von 250 bis 300 bar für Vorpressen und 400 bis 1000 bar für Fertigpressen an.

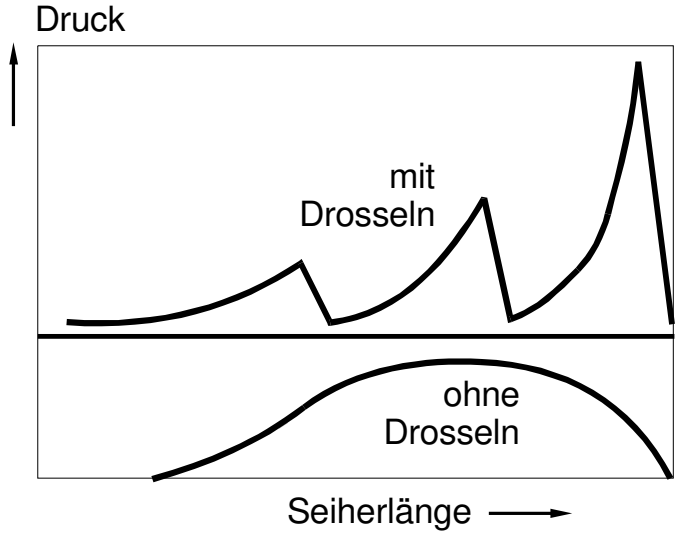


Abb. 2-4:
Druckverlauf über die Seiherlänge bei Schneckenpressen, variiert nach HOMANN [36]

Der den Pressenraum umgebende zweigeteilte Seiherkorb wird gußeisern ausgeführt. In die Seiherkorbhälften werden die speziell angeschliffenen und dadurch auf Keil gestellten Seiherstäbe (vgl. Abb. 2-5) durch Distanzbleche voneinander getrennt eingelegt und mit Klemmleisten verspannt. Die Distanzbleche von ca. 0,1 mm bis 1,0 mm Stärke ermöglichen den Ölabfluß zwischen den Seiherstäben. Klemmleisten als statische Abstreifer im Bereich der meist ohne Schneckensteg ausgeführten Kompressionselemente sollen die Rotation des Komprimats zusätzlich mindern und die axiale Förderung erhöhen.

Über die Funktion einer Schneckenpresse - insbesondere über die Vorgänge in der Presse - sind in der Literatur nur wenig genaue Angaben zu finden, wie ZAJÍC [130] noch 1986 feststellte. Die eigenen Recherchen bestätigen den defizitären Forschungsstand über das Trennpressen auf Schneckenpressen und das Trennpressen von biogenen Feststoffen im allgemeinen. Die Auslegung und Konstruktion von Schneckenpressen beruht im wesentlichen immer noch auf empirischen Daten der Pressenbauer.

Von WARD [124] und ZAJÍC et al. [130] werden die Vorgänge, die zum Abpressen des Öls aus der Saat führen, vereinfacht zusammengefaßt. Im Einzug (Einzugskonus) und ersten Abschnitt der Schnecke wird das Lückenvolumen (Porosität) der vorbehandelten Saat reduziert und damit die äußere Oberfläche verkleinert. Durch Fortführung der Volumenreduzierung werden die Teilchenzwischenräume kleiner und durch vorhergehenden mechanischen Aufschluß freigesetztes Öl beginnt auszutreten. Durch wiederholte Druckerhöhung werden die Saatteilchen selbst deformiert und die Kapillaren zwischen den Teilchen langsam geschlossen. Die abnehmende innere Oberfläche führt zum Ölaustritt, der aber nur solange anhält, bis die Kapillaren verschlossen sind und das eingeschlossene Restöl nicht mehr abfließen kann.

SCHNEIDER [90] analysierte die Funktion einer Seiherschneckenpresse, die sich aus der

Wechselwirkung von Schnecke, Stabseiher und Komprimat ergibt und mit Abb. 2-5 verdeutlicht wird.

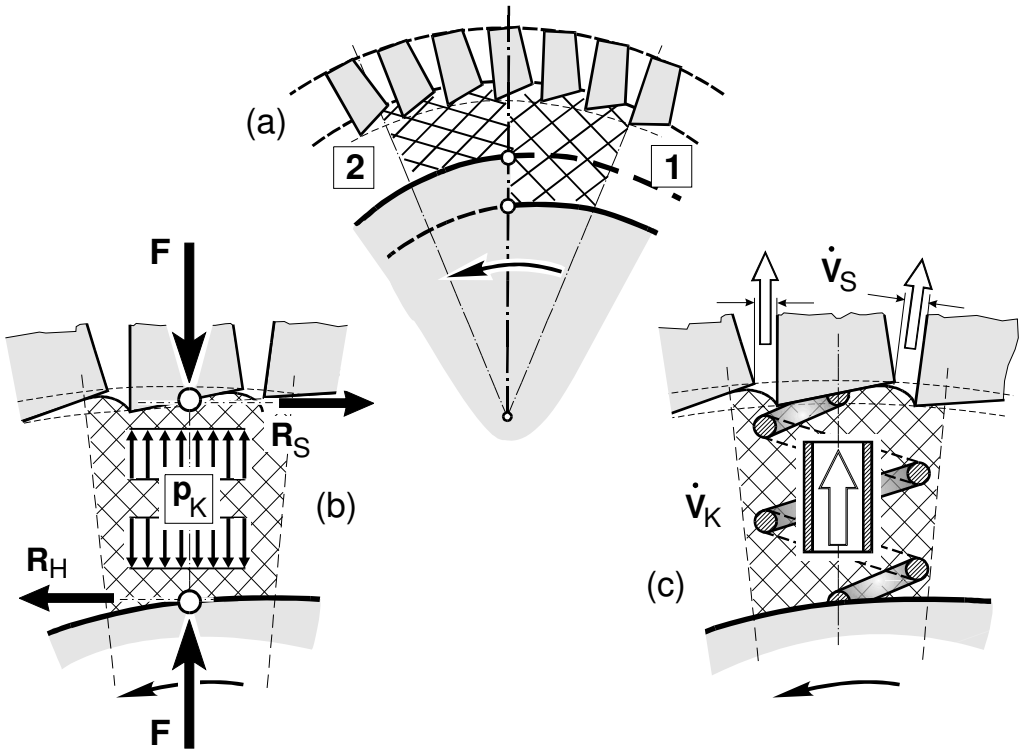


Abb. 2-5: Kernprogressive Schnecke im Stabseiher: (a) Kompression bei einer Umdrehung, (b) Reibungsbedingungen und Rückstellkraft, (c) Drainage und Abfluß aus dem Seiher, variiert nach SCHNEIDER [90]

Die Abb. 2-5(a) zeigt für den hypothetischen Fall rein axialer Förderung die Veränderung des Komprimats vom Zustand 1 zum Zustand 2 bei einer Umdrehung für eine kernprogressive Schnecke. Der Preßkuchen wird während des axialen Transports um eine Gangweite des Schneckenstegs radial komprimiert. Die erforderliche Hinderung des Materials an der Rotation im Preßraum ergibt sich durch die in Abb. 2-5(b) dargestellten Reibungsverhältnisse des Komprimats mit Seiher und Schnecke. Ein Stabseiher mit auf Keil angestellten Stäben erfüllt die Bedingung, daß die Tangential-Reibungskraft R_S zwischen Kuchen und Seiher größer ist als die Reibungskraft R_H zwischen Kuchen und Schnecke. Voraussetzung für die Reibungskräfte und damit erste wesentliche Forderung ist eine hinreichend große elastische Rückstellkraft F des Komprimats, die sich aus dem Widerstand gegen die Volumenverminderung ergibt. Eine vollständige Rotationshinderung ist real jedoch nicht gewährleistet. Aus der Überlagerung von axialer und tangentialer Bewegung folgt der reale Transportweg einer - im Vergleich zur Schnecke - gestreckten Wendelgeometrie.

Die Volumenreduzierung des Komprimats bei axialem Transport in der Schnecken-

presse ist nur bei Ölabfluß $\dot{V}_K$ durch das Komprimat und Abfluß des Öls $\dot{V}_S$ durch die Seiherspalte möglich (Abb. 2-15(c)). Voraussetzungen sind ein hinreichend großer Druckgradient und eine gute Drainage vom Komprimatgrund bis zum Seiher. Damit ergibt sich als zweite wesentliche Forderung die hohe Drainage des Komprimats. Rückstellkraft und Drainage des Komprimats können durch Feder und Kapillare symbolisiert werden [90].

MESKAT [60] bezeichnet die Schneckenpresse als ein ausgeprägt kraftschlüssiges System, in dem sich das Material in Abhängigkeit vom Kompressionsgrad helixförmig durch die Seiherkammer bewegt. BELOBORODOV [7] berichtet ebenfalls über die Beobachtung einer helixförmigen Bewegung des Komprimats in Seiherschneckenpressen zur Ölsaatenverarbeitung, beeinflußt durch Geometrie und Rotation der Schneckenwelle.

2.2 Der biogene Feststoff am Beispiel Rapssaat

Die besondere Komplexität des Trennpressens biogener flüssigkeitsführender Feststoffe liegt in deren Struktur. Daher erfordert die Analyse des Preßvorgangs Kenntnis über den grundlegenden Aufbau des biogenen Gewebes, die Zusammensetzung und die Möglichkeiten der Material-Konditionierung.

Auf eine allgemeine Darstellung biogener Feststoffe wird aufgrund der natürlichen Heterogenität unterschiedlicher Gewebe mit Rücksicht auf den Umfang der Arbeit verzichtet. Die für den Trennpreßvorgang und Komprimat-Rheologie wichtigen charakteristischen Merkmale werden konkret an der in dieser Arbeit verwendeten Rapssaat veranschaulicht.

2.2.1 Anatomie und Struktur

Raps (Brassica napus) und Rübsen (Brassica campestris) gehören zu der Familie der Cruciferen (Kreuzblüter), zu denen auch die morphologisch sehr ähnlichen Senfsorten (Brassica- und Sinapis-Arten) gehören [26]. Ausführliche Beschreibungen der Struktur von Rapssaat liegen von mehreren Autoren vor [74, 109, 112, 126]. Anhand mikroskopischer Schnittbilder beschreibt SCHNEIDER [83, 85, 87] die Anatomie und Struktur der Rapssaat, insbesondere unter den Aspekten Saatschälung und Ölfreisetzung.

Der Schnitt durch ein Saatkorn in Abb. 2-6 zeigt die Anordnung der Saatelemente: der von der Saathülle umgebene Embryo besteht aus der Keimwurzel und zwei Keimblättern, wobei das innere Keimblatt vom äußeren umschlossen wird.

Abb. 2-6: Rapssaat-Schnitt: Embryo (′Kernfleisch′) umgeben von Saathülle (Maßbalken = 400 µm) [85]

Die gekrümmte Keimwurzel liegt in peripherer Lage seitlich zwischen den Keimblättern. Keimblätter und Keimwurzel sind durch eine eng lokalisierte Anwachsstelle miteinander verbunden, die bei geringer mechanischer Beanspruchung bricht. Die Hülle mit einer annähernd gleichen Dicke von ca. 50 µm umschließt den Embryo.

Im vergrößerten Schnitt durch das Speichergewebe in Abb. 2-7 sind die Zellinhalte ausgewaschen. Die Zellwände der lipidführenden Parenchymzellen bilden sich als ein filigranes polygonales Gitterwerk mit orthogonaler Orientierung zum Rand ab. Die Zellenlänge beträgt ca. 40 µm bei einem Durchmesser von ca. 20 µm. Ein auf axialen Transport eingerichtetes, stark verzweigtes Leitgewebe durchzieht das Parenchym.

Zwischen jeweils drei benachbarten Zellen bilden sich dreieckförmige Interzellularen, wie die detaillierte Betrachtung des Parenchymgewebes in Abb. 2-8 zeigt. Diese Interzellularen bilden ein Hohlraumsystem zur Durchlüftung des Gewebes, das netzförmig das Parenchym durchzieht und mit den Spaltöffnungen der Epidermis in Verbindung steht. Das Zellwandsystem - bestehend aus der primären und sekundären Zellwand - umschließt den Protoplasten. Die Zellwände zweier benachbarter Zellen sind durch die gemeinsame Mittellamelle miteinander verbunden.

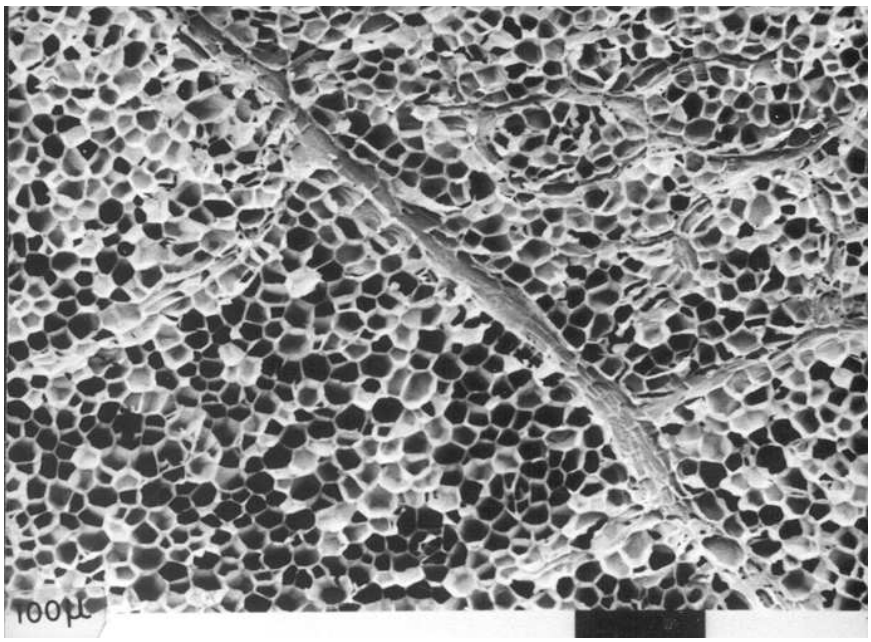


Abb. 2-7: Struktur des Speichergewebes der Rapssaat: Parenchymzellen und Leitgefäßsystem (Maßbalken = 20 µm) [87]

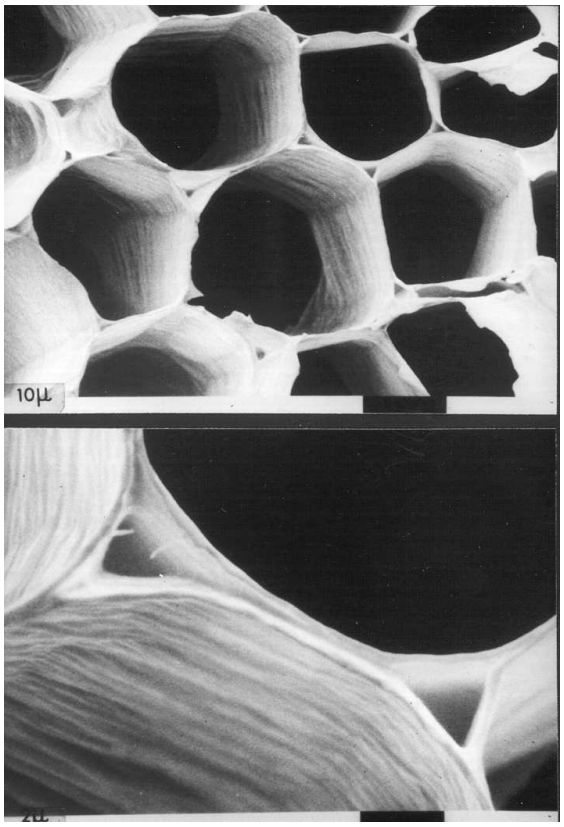


Abb. 2-8: Parenchymzellen mit Interzellularen (Maßbalken im oberen Bild 10 µm, im unteren Bild 2 µm) [87]

Die Zellwandgrundsubstanz insbesondere der primären Zellwand besteht überwiegend aus Zellulose, Pektinen, Glykoproteinen und Hemizellulosen. Die Zellwandgrundsubstanz läßt sich als amorph-isotropes, quellbares Gel charakterisieren, das wegen der polaren und sauren Gruppen stark hydrophile Eigenschaften hat (vgl. Kap. 2.2.3): der Trockenmasseanteil kann unter 5 % liegen. Die Mittellamelle als gemeinsames Verbindungselement benachbarter Zellen besteht überwiegend aus Protopektin, einem verzweigten Polymerisat aus Galakturonsäure und verschiedenen Zuckern. Durch Vernetzung der Protopektinmoleküle mit Hemizellulosemolekülen entsteht eine Art Gelstruktur. Die wichtigste Gerüstsubstanz der primären und sekundären Zellwände ist Zellulose in Gestalt von Mikrofibrillen. Diese bilden Molekülaggregate, sogenannte Fibrillen, die durch Wasserstoffbrücken zusammengehalten werden. Die Sekundärzellwand bildet sich gegen Ende der Wachstumsphase und ist ähnlich wie die Primärzellwand strukturiert. Es überwiegen durch regelmäßige Parallelanordnung gebildete extrem reißfeste Mikrofibrillen mit Breiten bis über 30 nm und Längen bis zu mehreren µm. Die Mikrofibrillen erlauben die Aufnahme der aus einem intrazellularen Druckaufbau resultierenden Tangentialspannungen und verschaffen den Zellen die erforderliche mechanische Festigkeit [43, 55].

Unter dem Aspekt der Lipidfreisetzung aus intakten Zellen wurde von SCHNEIDER [89] ein Strukturbild nach Abb. 2-9 formuliert: "Das Detailbild zeigt die Begrenzung der Interzellulare durch zweischichtige Zellwände. Sie umgeben die ölführenden Protoplasten, die jeweils von Plasma-Membranen umschlossen sind. Die zwei Wände und die Membran lassen sich zum Wand/Membran-System Q zusammenfassen. Den drei Teilschichten von Q sind unterschiedliche Funktionen zuzuordnen: die Membran wirkt als osmotische Barriere zwischen Protoplast und Umgebung, die sekundäre Zellwand als 'druckstabiles' Containment und die primäre Zellwand wegen ihres hohen Pektingehalts als Hydrokolloid und somit als Speicher für gebundenes Wasser. Diese drei Eigenschaften des Systems Q beeinflussen wesentlich die technischen Bemühungen um die Freisetzung des intrazellular eingelagerten Öles, sowohl beim Aufschließen und Konditionieren als auch beim Abpressen bzw. beim Extrahieren".

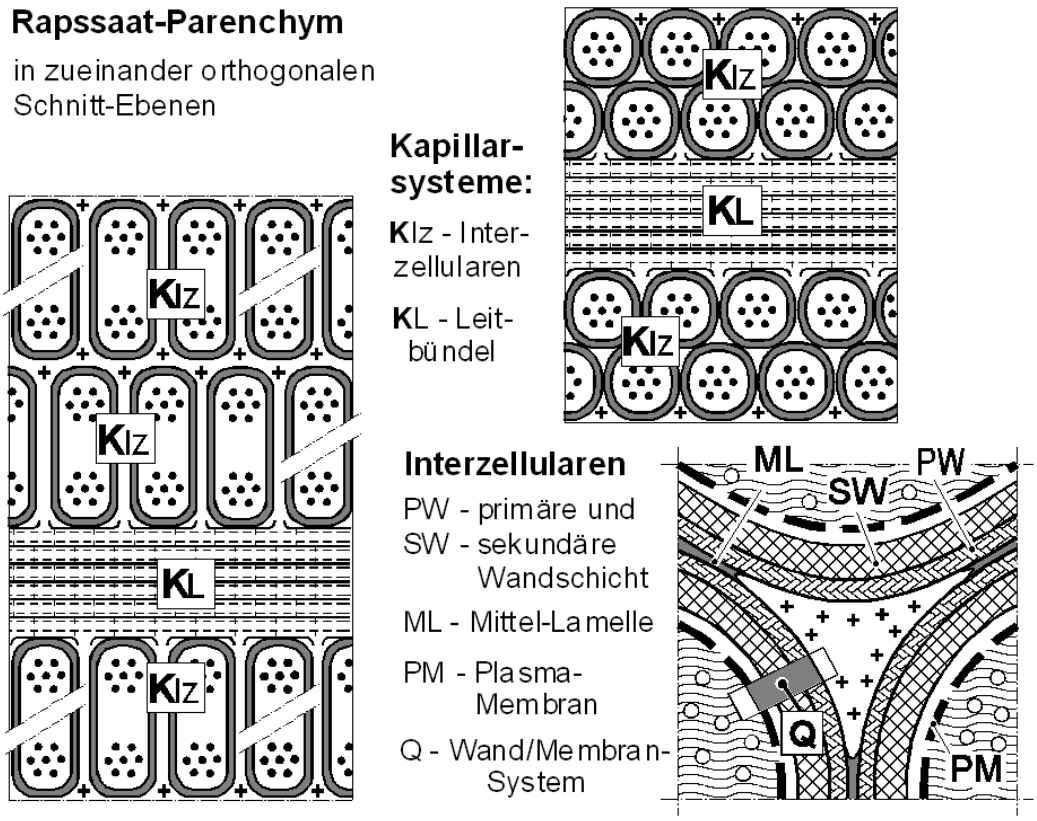


Abb. 2-9: Schematisierte Struktur des Speichergewebes der Rapssaat: Orientierung der Parenchymzellen und der Interzellularen; Wand/Membran-System Q als Ersatzwand, variiert nach SCHNEIDER [88, 89]

Die Abb. 2-10 zeigt deutlich die strukturellen Unterschiede der Rapshüllen zu dem modellierten Speichergewebe. In der Hülle sind deutlich zwei Hauptschichten voneinander zu unterscheiden: eine innere öl- und proteinführende Zellschicht (Endosperm) aus dickwandigen Zellen in peripherer Anordnung und eine kompakte, stark zerklüftete radial orientierte Außenschicht (Testa). Die Testa besteht aus einer dicken Palisadenschicht, die aus lignifizierten Zellwänden gebildet wird sowie einer dünnen wachshaltigen Deckschicht. Bis auf die gelbschaligen Sommerrübsen (dreifach Null-Raps) weisen die Rapsschalen aller anderen Spezies einen hohen Ligningehalt von ca. 27 % auf [19]. Durch Lignifizierung wird die Zellwandgrundsubstanz durch das starre Polymerisat Lignin verdrängt. Aus der engen Verbindung des amorphen isotropen Lignins mit der texturierten Zellulose ergibt sich eine stabile Struktur mit hoher Elastizität [43]. Zwischen der Palisadenschicht und dem Endosperm (Aleuronschicht) ist eine dünne pigmenthaltige Zellschicht angeordnet. Die Rapshüllen werden durch eine stark kollabierte Innenschicht vom Embryo getrennt [26, 61, 112, 127]. Die Hüllen mit einer festen Zellulose-Struktur tragen je nach Rapssorte mit 16 bis 20 % zur Saatkornmasse bei (vgl. Kap. 2.2.2). Der auf Hüllenmasse bezogene Lipidgehalt beträgt knapp 10 % [85].

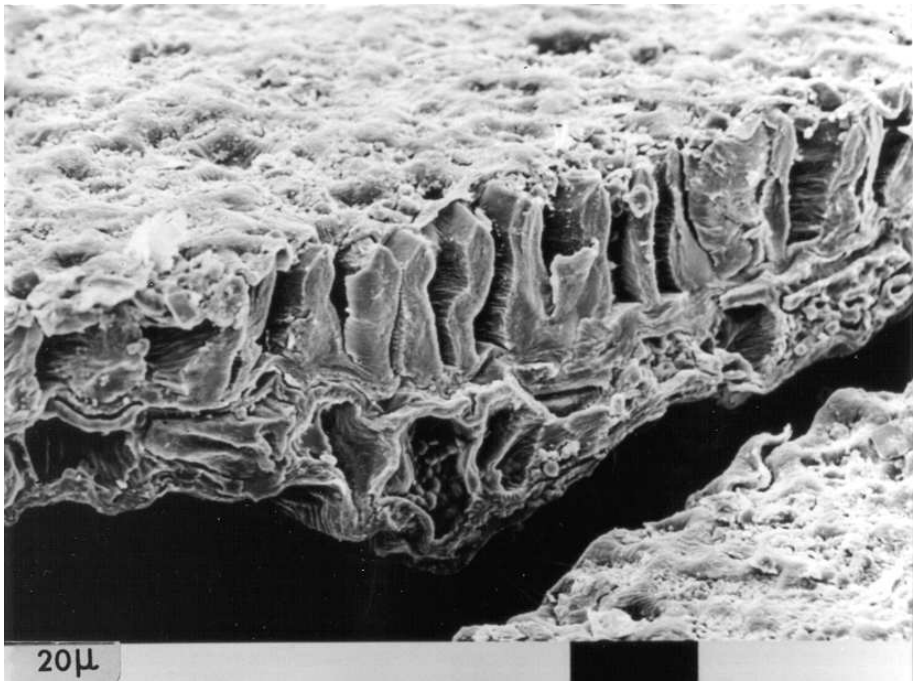


Abb. 2-10: Struktur der Samenhülle: Obere Schicht Samenschale, untere Schicht ölführendes Nährgewebe (Maßbalken = 20 µm; extrahierte Probe) [85]

Die Zellstrukturen von Rapssaat werden von verschiedenen Autoren anhand mikroskopischer Aufnahmen übereinstimmend beschrieben [1, 33, 61, 75, 109, 112]. Die Abb. 2-11 zeigt die Mikrostruktur einer Parenchymzelle. In der Zelle befinden sich große sphärische Proteinkörper (Aleuronkörper 2 -10 µm). Globoide kommen als runde Einschlüsse in den Aleuronkörpern mit variabler Größe von 0,1 - 2,8 µm vor. Die Proteinkörper enthalten in Form von Phytinsäure Phosphor und sehr viele Enzyme, insbesondere Phosphatase und Proteinase [109]. Die Lipidphase bildet kleine Lipidkörper (Oleosomen - synonym: Sphärosomen). Sie sind durch eine im Elektronenmikroskop sichtbare Schicht (als halbe Membran bezeichnet) aus amphiphilen Lipiden und Proteinen zum Cytoplasma hin abgegrenzt [43]. Von FLEISCHER et al. [22] wurde der durchschnittliche Durchmesser der Sphärosomen mit 0,7 µm bestimmt. Die Membran enthält den Enzymapparat für die Synthese der Lipide während der Saatreifung und schützt die Lipide vor den saateigenen Enzymen [32, 109]. Die Proteinkörper sind zur Zellmitte und die Lipidkörper zur Zellwand orientiert. Im Zentrum der Zelle befindet sich der unregelmäßig geformte Zellkern.

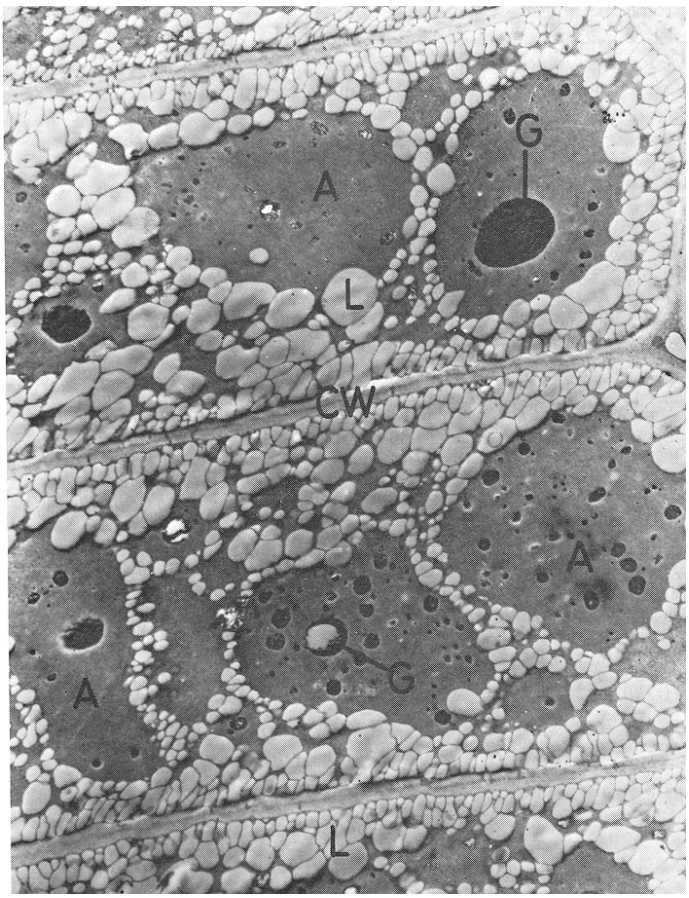


Abb. 2-11:
Elektronen-Mikroskopaufnahme einer Rapssaat-Parenchymzelle (Brassica campestris): CW-Zellwand, L-Lipidkörper, A-Aleuronkörper (Proteinkörper), G-Globoide [1]

Die Zellen sind untereinander durch relativ breite cytoplasmatische Kanäle (Plasmabrücken), den sogenannten Plasmodesmen, miteinander verbunden. Sie ermöglichen die Kommunikation und den interzellularen Transport kleiner Moleküle zwischen benachbarten Zellen [43]. Die Hypothese von MREMA und MCNULTY, daß Öl aus nicht zerstörten Zellen während der Kompression durch diese Plasmodesmen austreten kann, ist aufgrund der Plasmodesmen-Durchmesser zumindest möglich [64]. MREMA und MCNULTY haben die Größe (87 nm) und Anzahl (0,156 Plasmodesmen pro μm^2 Zelloberfläche) der Plasmodesmen von Parenchymzellen der Rapssaat mikroskopisch bestimmt und daraus eine Öberflächenporosität von 0,093 % errechnet. Nach OLLIVON und PERRON [69] haben die Aggregate aus Triglyceriden einen Durchmesser von ca. 20 nm; ein einzelnes Triglyceridmolekül hat Abmessungen von ca. 0,4 *3 nm.

2.2.2 Inhaltsstoffe

Die Zusammensetzung von Rapssaat variiert leicht in Abhängigkeit von der jeweiligen Spezies. ERIKSON et al. [19] untersuchte die Inhaltsstoffe von insgesamt 36 verschiedenen Rapssorten der Spezies Sommer- und Winterraps (Brassica napsus - rapeseed), Sommer- und Winterrübsen (Brassica campestris - turnip rapeseed). Die Durchschnittswerte sind in der Tabelle 2-1 zusammengefaßt dargestellt. In der vorliegenden

Arbeit wurde nur Winterraps verwendet.

Tabelle 2-1: Durchschnittsgehalte von Saatinhaltsstoffen unterschiedlicher Rapssorten in g/kg Saat drb [19]

Spezies	Gesamtfett	Gesamtprotein	Asche	Gesamtrohfaser*	Lignin**
Sommerraps	437	229	43	121	56
Winterraps	470	199	35	127	55
Sommerrübsen[#]	428	232	41	127	54
Sommerrübsen[##]	454	229	41	129	21
Winterrübsen	434	227	43	127	50

*DFPR: dietary fibre polysaccharide residues, **Klason Lignin
[#]Doppel-Null-Sorten, [##]Dreifach-Null-Sorten (gelbschalig)

Proteine

In dieser Arbeit wird unter anderem die hydrothermische Behandlung der Saat mit den einhergehenden Veränderungen der Saateigenschaften unter Kompression behandelt. Da die Saatproteine durch eine gezielte Konditionierung denaturiert werden und sich damit die Verarbeitungseigenschaften ändern, wird im Folgenden auf die Struktur der Proteine näher eingegangen. Jedes Proteinmolekül hat in seinem nativen Zustand eine charakteristische Konformation, nach der die Proteine in zwei Hauptklassen unterteilt werden:

1. Skleroproteine sind Faser- oder Linearproteine sehr unterschiedlicher Art. Sie dienen als strukturgebende Gerüst- und Stützsubstanz. Skleroproteine sind in Wasser und verdünnten Säuren unlöslich und weitgehend resistent gegen enzymatisch-proteolytischen Abbau. Ihre Polypeptidketten sind entlang einer Achse parallel angeordnet, so daß sie eine Faserstruktur besitzen.

2. Globuläre Proteine (Sphäroproteine) sind in Wasser löslich und diffundieren leicht. Sie übernehmen in der Zelle meist eine nicht ortsgebundene, dynamische Funktion. Die Polypeptidketten dieser Proteine sind zu einer dichten Kugel verknäult.

Die Verknüpfung von Aminosäuren durch Peptidbindungen ergibt einen regelmäßig aufgebauten Peptidfaden, an dem in gleichmäßigen Abständen die verschiedenen Seitenketten der am Aufbau des Proteins beteiligten Aminosäuren ansetzen. Von der Anzahl, Art und Folge der Aminosäuren in einer Peptidmolekülkette hängen die chemischen und physikalischen Eigenschaften der Proteine ab. Diese Reihenfolge der Ami-

nosäuren bezeichnet man als Aminosäuresequenz oder auch als Primärstruktur der Polypeptidkette. Proteine erlangen ihre volle biologische Wirksamkeit nicht in linearer Anordnung sondern erst in einer dreidimensionalen Konformation des Moleküls, Sekundärstruktur genannt. Sie stellt eine spezifische Anordnung der Polypeptidkette im Raum dar und wird durch nicht kovalente Bindungen fixiert. Bedeutend ist dabei die Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den immer wiederkehrenden C=0-Gruppen und den NH-Gruppen der Peptidbindung [31].

Die eigentliche Teilchengestalt, insbesondere die der helicalen Proteine, ergibt sich nicht allein aus den Wechselwirkungen zwischen den Peptidbindungen, sondern vor allem auch durch verschiedenartige Bindungen zwischen den Seitenketten des Makromoleküls. Diese durch die Gesamtheit aller Bindungskräfte entstandene räumliche Anordnung wird als Tertiärstruktur bezeichnet. Mitentscheidend für diese Struktur sind kovalente Bindungen wie Disulfidbrücken und nichtkovalente Bindungen wie Wasserstoffbrücken, hydrophobe und elektrostatische Wechselwirkungen. Die Trennungslinie zwischen Sekundär- und Tertiärstruktur ist willkürlich [113]. Treten mehrere Polypeptideinheiten zu Komplexen zusammen, nennt man dies die Quartärstruktur [31].

Schalengehalt

Der durchschnittliche Massenanteil der Schale (vgl. Tabelle 2-2) am einzelnen Rapskorn variiert mit der Sorte. Sehr niedrige Schalengehalte wurden durch Züchtung gelber dünnschaliger Sorten erreicht. Die weit verbreiteten Doppel-Null-Winterrapssorten haben einen Schalengehalt von ca. 16 bis 20 % [19, 132, 83].

Tabelle 2-2: Literaturangaben zum Schalengehalt von Rapssaat bezogen auf Trockenmasse

Autoren	**Schalengehalt [%]**
APPELQUIST und OHLSON [1]	12 - 20
SOSULSKI und ZADERNOWSKI [111]	22
JENSEN [39]	10,5 - 17,2
SCHNEIDER und RAß [132, 83]	17 -20
ERIKSON et al. [19]	min. 10,4 *; max. 17,2 **

* Spring turnip Rapeseed - triple low varieties (yellow seeded)

** Winter rapeseed - single low varieties

Die Analysen von ERIKSON et al. [19] zeigen, daß die Schalen wesentliche Träger der Saat-Rohfaser sind. Der Rohfasergehalt von Hüllen variiert zwischen 550 (gelbschalige Sommerrübsen) und 672 g/kg Hüllen drb (00-Sommerraps). Bei den schwarzschaligen Sorten fallen nahezu 50 % des Rohfasergehalts der Rapsschalen auf Lignine, wodurch deren gute Stabilität mit hoher Elastizität begründet ist. Bei den gelbschaligen Sommerrübsen entfallen nur ca. 10 % der Gesamtrohfaser auf Lignine. Der Rohfasergehalt von geschälter Saat ist mit ca. 64 - 84 g/kg Kernfleisch sehr niedrig und damit durch die Schälung auf ca. ein Drittel zu reduzieren.

Enzyme:

Die saateigenen Enzyme haben einen bedeutenden Einfluß auf die Qualität der Produkte Rohöl und Schilfer. Je nach Wahl der Prozeßparameter können die Enzyme aktiviert bzw. deaktiviert werden. Die Einstellung der Material-Parameter kann daher nicht nur im Hinblick auf optimale Verarbeitungseigenschaften erfolgen, sondern muß auch die durch Enzyme katalysierten möglichen Abbauprozesse von Saatinhaltsstoffen berücksichtigen. Als wichtigste Enzyme im Hinblick auf die Produktqualität sind die Lipasen, Myrosinasen und Lipoxygenasen zu nennen [8, 81]. Die Wirkmechanismen und die Beeinflussung der Enzymaktivität durch Saatkonditionierung werden ausführlich in Kap. 2.2.4 dargestellt.

2.2.3 Wasserbindung

Der Wassergehalt der Rapssaat-Komponenten hat einen bedeutenden Einfluß auf die Preßeigenschaften der Raps-Komprimate. Es soll daher im Folgenden auf die Bindungsmechanismen und die Sorptionseigenschaften der Rapssaat-Komponenten eingegangen werden. Umfassende Arbeiten zu diesem Themenkreis wurden von SCHNEIDER [87, 88] veröffentlicht. Gebundene Nässe ist der Anteil Wasser, über dessen Wasserspiegel der Dampfdruck gegenüber dem Sättigungsdampfdruck verringert ist. Die Dampfdruckabsenkung kann als Maß für die Stärke der hygroskopischen Bindung verwendet werden. Die chemische Wasserbindung, z.B. durch Hydrate, ist von physikalisch gebundenem Wasser zu unterscheiden und wird auch aus quantitativen Gründen nicht näher betrachtet. Die Hydratisierung der im biogenen Rohstoff enthaltenen Proteine, bezeichnet als Denaturierung, wird im Kap. 2.2.4 beschrieben.

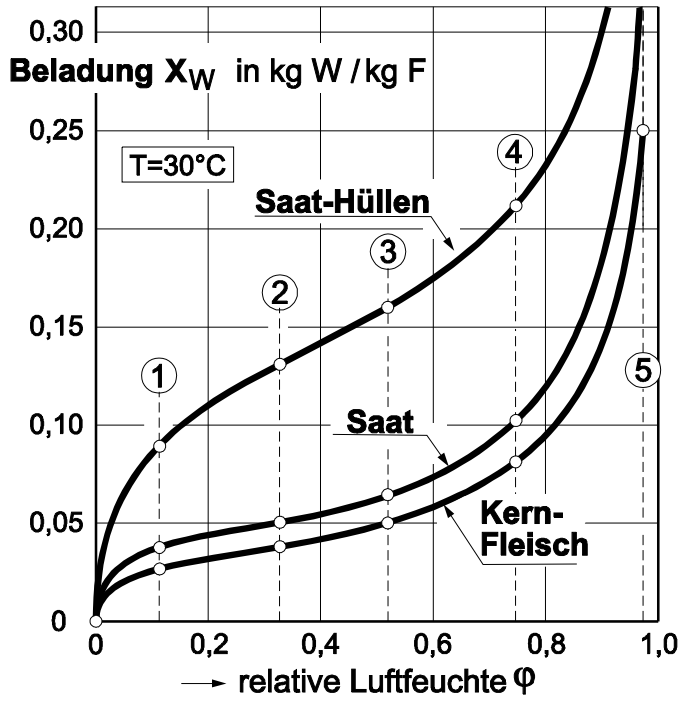
Den Strukturmerkmalen des zellular strukturierten Feststoffs der Rapssaat gemäß Abb. 2-9 lassen sich vier Bindungsmechanismen für Wasser zuordnen:

- adsorptiv - als mono- oder polymolekularer Sorptionsfilm an äußeren und inneren Oberflächen (Leitgefäßbündel mit angrenzenden Parenchymzellen und Übergängen

von Gefäßzellen des Leitgewebes zu den Interzellularen)

- mikrokapillar - durch Kapillarkondensation auf dem stark gekrümmten (unterhalb des kritischen Radius) Sorptionsfilm in Mikro-Kapillaren (Interzellularen)
- hydrokolloidal - in makromolekularen Zellwandsubstanzen (Hydrokolloide)
- osmotisch - in von einer semipermeablen Membran eingeschlossenen intrazellularen Lösung und durch kolloidale Bindung an in der Lösung befindlichen Proteinen.

Die quantitative Beziehung zwischen der Wasserbeladung XW (kg W / kg F) des Feststoffs und der relativen Feuchte φ der umgebenden Atmosphäre wird als Sorptionsisotherme dargestellt. Die Abb. 2-12 zeigt die Sorptionsisothermen von ganzer Rapssaat im Vergleich zu den Rapssaat-Elementen Hüllen und Kernfleisch.



Wasseraktivität gesättigter Lösungen

1	LiCl	0,12
2	$MgCl_2$	0,33
3	$Na_2Cr_2O_7$	0,52
4	NaCl	0,75
5	K_2SO_4	0,97

Abb. 2-12: Sorptionsisothermen von ganzer Rapssaat und Saat-Elementen (Hüllen und Kernfleisch); Einstellung unterschiedlicher relativer Luftfeuchten durch gesättigte Salzlösungen (vgl. Tabelle neben der Graphik); variiert nach SCHNEIDER [85]

Deutlich ist die strukturbedingte größere Wasserbindung der stark zerklüfteten Hüllen im Vergleich zum Kernfleisch zu erkennen. Durch die Schälung reduziert sich daher der Wassergehalt der zu verarbeitenden Saat. Die über den gesamten Bereich der relativen Luftfeuchte ca. doppelt so hohe Wasserbeladung der Hüllen im Vergleich zu dem Kernfleisch erfordert eine differenzierte Betrachtung des Wassergehalts hinsicht-

lich der rheologischen Eigenschaften schalenreduzierter Komprimate mit unterschiedlichen Hüllengehalten.

2.2.4 Mechanische Aufbereitung und hydrothermische Konditionierung

Für einen effektiven Trennpreßprozeß ist die Aufbereitung der Saat vor der Pressung von besonderer Bedeutung. Die Strukturveränderungen und die ausgelösten Vorgänge physikalischer und chemischer Natur haben hinsichtlich Ölgewinnung und Qualität der Produkte einen entscheidenen Einfluß. Aus diesem Grunde wird die Konditionierungsstufe vor dem Pressen detailliert mit den einhergehenden Veränderungen unter Berücksichtigung der Rapssaatstrukturen und der Inhaltsstoffe betrachtet.

In der Literatur werden in weitgehender Übereinstimmung folgende Veränderungen durch mechanische und hydrothermische Konditionierung beschrieben, die anschließend noch näher analysiert werden:

- mechanischer Zellenaufschluß durch Brechen und Flockieren der Saat [10, 12, 34, 68, 122, 102, 124],
- hydrothermischer Aufschluß noch nicht mechanisch zerstörter Ölzellen in der Wärmepfanne [10, 36, 45, 68, 101, 124, 125],
- Verdrängung der Ölphase durch Wasser - Lockerung der Öl-Proteinbindung [28, 34, 101],
- Absenkung der Ölviskosität [12, 36, 51, 68, 101, 124, 125],
- Zerstörung der Lipidkörpermembranen und Zusammenfließen der Lipidtröpfchen zu größeren Aggregaten [68, 74, 122],
- Denaturierung und Koagulation der Proteinkörper [12, 36, 45, 68, 74, 101, 122, 124, 125],
- Einstellung des Wassergehalts [10, 12, 36, 124, 125],
- Förderung der Saatplastizität durch Temperaturerhöhung [36, 101],
- Sterilisation der Saat - Abtötung von Pilzen und Bakterien [36, 45, 124, 125],
- Inaktivierung saateigener Enzyme [8, 12, 36, 44, 45, 51, 68, 74, 124] und
- Zersetzung toxischer Saatinhaltsstoffe [36, 45, 51, 124].

In der Summe sollen durch die oben genannten Effekte der Aufbereitung folgende Forderungen an den Verarbeitungsprozeß erfüllt werden:

- die Funktion der Schneckenpresse muß durch die Komprimat-Eigenschaften - hinreichend große elastische Rückstellkräfte bei ausreichender Drainage - sichergestellt sein,
- Maximierung der Ölausbeute in der Schneckenpresse bei Minimierung der

erforderlichen Antriebsleistung,

- eine Ölqualität, die den nachfolgenden Raffinationsaufwand gering hält und
- eine ausreichende Schilferqualität hinsichtlich der möglichen Verwendungszwecke gekennzeichnet durch gute Extrahierbarkeit (Perkolation und Zellenaufschluß) und geringe Gehalte an antinutritiven Substanzen für die Verwendung als Tierfutter.

Durchführung der mechanischen Aufbereitung

DEUBLEIN [16] und SINGER [102] geben eine Übersicht über das Flockieren von unterschiedlichen Ölsaaten und die dabei eingesetzten Maschinen. Die Zerkleinerung auf Walzenmühlen ermöglicht ein enges Kornspektrum bei einem hohen Wirkungsgrad. Um Feinbruch durch zu spröde und kalte Saat zu vermeiden, müssen Wassergehalt und Temperatur der Saat auf Mindestwerte eingestellt werden. Als Flockierungstemperatur wird von mehreren Autoren 40 °C angegeben [11, 12, 122]. WARD [125] hält eine Temperatur von 70 °C aufgrund der einsetzenden Enzyminaktivierung für vorteilhaft. Diese Flockierungstemperatur kann jedoch schon zu einem ungewollten Ölaustritt auf den Walzen führen. NIEWIADOMSKI [67] gibt Temperaturen von 40 bis 60 °C und Wassergehalte von 6 bis 9 % als Eingangswerte für die Flockierung von Rapssaat an. Die Vorwärmung der Saat erhöht den Durchsatz und reduziert die Leistungsaufnahme aufgrund der verminderten Elastizität der Saatpartikel; das Lückenvolumen im Mahlspalt wird durch die erleichterte Verformung verringert [16, 125]. SINGER [102] gibt dagegen mit steigendem Wassergehalt eine höhere Leistungsaufnahme an, da plastische und gummielastische Stoffe ein größeres Arbeitsaufnahmevermögen haben als spröde Stoffe. Rapssaat wird auf Walzenmühlen mit Glattwalzen flockiert, dabei wird nur eine kleine Voreilung von 1,04 : 1 gewählt, weil bei größerem Schlupf keine stabilen Flocken entstehen. Als Flockendicke für die nachfolgende Pressung werden Werte in dem Spektrum von 0,22 bis 0,30 mm angegeben [67, 122]. Die maximalen Umfangsgeschwindigkeiten liegen bei 10 m/s [16]. Die Flockierwalzen haben einen Durchmesser von bis zu 600 mm und eine Länge von bis zu 1400 mm [16, 67, 102]. Die technologischen Vorgaben bei der Flockierung von geschälter Rapssaat im Vergleich zu ungeschälter verändern sich nach NIEWIADOMSKI [67] nicht.

Effekte der mechanischen Aufbereitung

Der Mahlprozeß auf Walzenstühlen führt zu einer Zerkleinerung der Rapssaat mit dem Aufbrechen der spröden zellulosehaltigen Saathülle und weitgehendem Aufschluß der

ölführenden Zellen im eher plastischen Keimling unter Flockenbildung [67, 102]. Der mechanische Aufschluß führt zu einem teilweisen Austritt der Protein- und Lipidkörper ohne Veränderung ihrer Strukturen, wie Mikroskopaufnahmen von YIU et al. [127] belegen. SINGER [102] gibt als Korngröße des Mahlgutes 0,5 bis 3,0 mm mit einem Aufschlußgrad von 75 bis 80 % an. Das Öl aus den geöffneten Zellen kann aber nicht frei ausfließen, da es in dünnen Schichten an der Oberfläche und den Partikel-Kapillaren festgehalten wird. Die Zerkleinerung der Ölsaat mit entsprechender Oberflächenvergrößerung verbessert Wärmeübergang und Wasseraufnahmekinetik in der nachfolgenden Konditionierung. Der Zellaufschluß verbessert den Ölausfluß beim Pressen und führt zu niedrigeren Restölgehalten nach der Extraktion. Das Vorpressen auf normalen Schneckenpressen gewährleistet keinen vollständigen Aufschluß der Saat in der Presse und kann damit den mechanischen Aufschluß vor dem Pressen nicht ersetzen [12**,** 35]. Das von HOMANN et al. [35] vorgestellte VPEX-Verfahren (Vor-Pressen und EXtrahieren) soll die Vorbehandlung der Saat durch mechanisches Aufschließen und Konditionierung erübrigen. Die Schneckenpresse ist mit speziellen Drosseln versehen, die durch Verschieben des Seihers dem Saatgut angepaßt werden können. Die Scherkräfte in den engen Drosselspalten zerstören die Ölzellen und Erwärmen durch die hohe Reibung die Saat; eine gute Extraktionskinetik wird dadurch gewährleistet.

Die Zerstörung der Rapssaathülle ist für WARD [125] bei der mechanischen Aufbereitung entscheidener als der Aufschluß der ölführenden Zellen. Nach dem Vorpressen befinden sich ohne Flockierung noch intakte Rapssamen im Schilfer, die in der nachfolgenden Extraktion zu erhöhten Restölgehalten und verstärkter Hexanretention führen.

Nach der Zerstörung der Saatstruktur muß unmittelbar weiterverarbeitet werden um Qualitätseinbußen bei den Produkten Öl und Schrot zu vermeiden. Durch die Öffnung der Ölzellen ergeben sich günstige Bedingungen für die Oxidation des Öls und für die Aktivierung der saateigenen Enzyme [102].

Durchführung der hydrothermischen Konditionierung

In der Praxis haben sich zwei Apparate durchgesetzt: mehrstufige Wärmepfannen und Trommelkonditionierer. Letztere zeichnen sich durch ein engeres Verweilzeitspektrum aus. Beide Apparate werden doppelwandig ausgeführt und mit Dampf beheizt. Die Befeuchtung und Erwärmung der Saat erfolgt durch Direkteinsprühung von Dampf bzw. Wasser. Je nach Konditionierungsaufgabe variiert die Anzahl der Trommeln und Böden.

Eine effektive Konditionierung erfordert eine bestimmte Abfolge von Konditio-

nierungsschritten unter Einhaltung gewisser Grenzwerte für die drei Parameter Wassergehalt, Temperatur und Dauer. Die in der Literatur zu findenden Angaben variieren zum Teil stark. Im ersten Konditionierungsschritt wird die Saat erwärmt und befeuchtet um die gewünschten physikalisch-chemischen Strukturveränderungen der Saat zu erzielen [101]. Die Zugabe von Wasser und Dampf kann nach einer Vorwärmung oder parallel erfolgen. Die üblicherweise durchgeführte Zugabe von Dampf führt unter Ausnutzung der Verdampfungsenthalpie zu einem schnelleren Temperaturanstieg. Die häufigsten angegebenen Temperaturwerte liegen in einem Spektrum von 80 bis 95 °C [2, 12, 67, 101, 122, 130]. Höhere Temperaturen mit 105 bis 110 °C werden von ANJOU [2] für die Konditionierung vor dem Fertigpressen, von BRUESKE [11] mit 104 °C und von OHLSON [68] mit 77 bis 100 °C angegeben. Nach der Befeuchtung soll der Wassergehalt mindestens 8 bis 10 % betragen um die wassergehaltsabhängige Denaturierung der Proteinstrukturen (Sklero- und Speicherproteine, Enzyme) zu erzielen [67, 68, 101]. BUHR [12] gibt abweichend den erforderlichen Wassergehalt mit 6 bis 10 % an. Bei zu intensiver Konditionierung durch Temperaturen über 100 °C kann sich die Öl- und Schrotqualität verschlechtern [12, 67]. Nach der Erwärmung und Befeuchtung wird die Saat direkt oder nach einer Temperung bei angestrebtem konstantem Wassergehalt auf einen Preßwassergehalt von 3 bis 7 % abgetrocknet [8, 36, 67, 101, 130]. Die große Varianz im Preßwassergehalt ist durch die unterschiedlichen Schnecken-Konstruktionen mit entsprechenden Anforderungen an die Komprimat-Rheologie zu begründen. Die angegebenen Spektren für die gesamte Konditionierungsdauer variieren stark von nur 15 bis 20 min bei OHLSON [68] über 50 bis 55 min bei SINGER [101] bis 80 bis 90 min bei ZAJÍC [130]. BEYER [8] stellt zur Senkung des Gehalts an nicht hydratisierbaren Phosphatiden und zur Inaktivierung der Myrosinase einen dreistufigen modifizierten Konditionierungsprozeß vor: schnelle Erwärmung auf 100 °C und Befeuchtung mit Dampf auf einen Wassergehalt von 11 bis 12 %; Temperung bei 100 °C für 30 min und Trocknung auf einen Preßwassergehalt von 5 bis 6 %. KOZLOWSKA et al. [51] befürworten die hydrothermische Konditionierung der ganzen Saat vor der Flockierung mit Dampf (2 bar) für 10 bis 30 min zur Vermeidung enzymatischer Prozesse nach dem Flockieren.

Effekte der hydrothermischen Konditionierung

Die hydrothermische Konditionierung reduziert nach WARD [125] den Trubanteil auf der Schneckenpresse durch Plastifizierung der Saat. Die denaturierten Wand/Membran-Systeme noch intakter Zellen können durch die Verdampfung von eingeschlossenem Wasser aufgeschlossen werden. Die Intensität und Kinetik der Denaturierung der Saatproteine - Koagulation der Proteinkörper und Inaktivierung der Saatenzyme - ist von der Kombination der drei Konditionierungs-Parameter Wasser-

gehalt, Temperatur und Dauer abhängig. Nicht denaturierte Proteine können bei der Ölgewinnung (Pressen und Extrahieren) in das Öl gelangen und bilden einen Schleim, der die Ölreinigungsschritte durch Filtration und Zentrifugation erschwert.

GOLDOWSKIJ [28] beschäftigte sich bereits 1936 intensiv mit den physikalisch-chemischen Effekten bei der Ölsaatenverarbeitung, insbesondere mit dem Einfluß des Wassers bei der Konditionierung flockierter Saat, über den auch SINGER [101] berichtet. Die hydrophilen, von Proteinen und Kohlenhydraten (Hydrokolloide) gebildeten Oberflächen der flockierten Saat sind von der schwach polaren Ölphase benetzt. Bei der Konditionierung wird Wasser direkt oder in Form von Dampf zugegeben. Die stark polare Wasserphase kann die Ölphase verdrängen und benetzt die Oberfläche der Saatteilchen durch Anlagerung an die polaren Gruppen der hydrophilen Gele. Die Hydrokolloide binden das Wasser und quellen. Die Oberflächenspannung an der Grenzfläche Wasser/Saatteilchen ist durch diese enge Bindung sehr klein im Gegensatz zur Paarung Öl/Saatteilchen. Die Oberflächenkräfte der Saatteilchen werden durch die Konditionierung mit Wasser abgesättigt. Die Ablösung der Ölphase von der Oberfläche erleichtert das nachfolgende Abpressen. Nach der Dampfbehandlung im Konditionierer bildet sich durch die Verdrängung der Ölphase ein deutlich erkennbarer Ölfilm auf den Saatpartikeln, der zur Aggregation der Saatpartikel führt und die Rieselfähigkeit stark einschränkt.

PONNE et al. [74] untersuchten die Inaktivierung der Lipasen durch hydrothermische Konditionierung mit Dampf bzw. Mikrowellenbestrahlung und beschreiben die strukturellen Veränderungen anhand von Mikroskopaufnahmen. Die thermische Behandlung durch Dampf oder Mikrowellenbestrahlung führt zur Zerstörung der feinen, die Sphärosomen umgebenden Membranen, worauf das Öl zu größeren Tröpfchen in Zellwandnähe zusammenfließt und eine quasikontinuierliche Phase bildet. Die Proteinkörper agglomerieren zu größeren Komplexen in der Zellmitte. Mit längerer Einwirkungszeit nehmen die beschriebenen Strukturschädigungen zu. Die Effekte treten bei Mikrowellenbehandlung schneller ein. Die strukturellen Veränderungen werden durch die Ergebnisse und Mikroskopaufnahmen von FORNAL et al. [24], YIU et al. [127], SMITH [109] und MILLS [61] bestätigt.

Unter der Denaturierung der Proteine versteht man die Veränderung der nativen Proteinstruktur. Die geordnete Sekundär- und Tertiärstruktur, die dem Protein die biologische Aktivität und Kristallisierbarkeit verleiht, wird entfaltet und somit zerstört. Die Primärstruktur bleibt dabei erhalten (vgl. Kap. 2.2.4) [54]. Der Übergang bei der Denaturierung von einem hochgeordneten in einen ungeordneten Zustand wird durch eine hohe positive Entropieänderung begleitet. Die Nebenvalenzen, die das globuläre Protein in der nativen Konformation stabilisieren, werden durch die zunehmende Wärmebewegung gelöst und das Proteinmolekül wird entfaltet [91].

Die Strukturveränderungen der Proteine können anhand ihrer veränderten Löslichkeit nachgewiesen werden. Dabei ist der Denaturierungsgrad der Proteine und die Inaktivierung der Enzyme von der Intensität der Konditionierung abhängig, wie die von FORNAL et al. [24] und KOZLOWSKA et al. [51] publizierten Ergebnisse zeigen. Nach einer Dampfbehandlung (100 °C) von 6 min fällt die Proteinlöslichkeit stark ab und die Myrosinasen sind völlig inaktiviert. Eine Konditionierungsdauer über 9 min hinaus senkt die Proteinlöslichkeit nur noch geringfügig. Ab einer Dauer der Dampf-Konditionierung von 6 min verbessert sich die Extraktionskinetik für längere Extraktionszeiten. Dieser Effekt wird von FORNAL et al. [24] mit den strukturellen Veränderungen durch Zerstörung der Lipidkörper-Membranen begründet.

Alle Vorbehandlungen der Rapssaat führen nach VADKE und SOSULSKI [122] zu Strukturveränderungen, die ihrerseits die Viskositäten der Saatbestandteile beeinflussen. Das Zusammenfließen der Öltröpfchen zu größeren Öltropfen nach Zerstörung der Lipidkörpermembranen sowie die Viskositätsabnahme nach Erwärmung erleichtern das Abpressen. Die Erhöhung des Preßwassergehalts führt zu einer Abnahme der Komprimat-Viskosität in der Schneckenpresse, wodurch Durchsatz und Preßdruck abgesenkt werden. Durch die Proteindenaturierung steigt die Viskosität der Saatmasse in der Schnecke an und die Preßdrücke und Durchsätze nehmen zu. Aus der Summe dieser Veränderungen ergibt sich eine Komprimat-Viskosität in der Schneckenpresse, die von VADKE und SOSULSKI als die entscheidende Größe für die Qualität der Pressung hinsichtlich Durchsatz und Preßdruck angesehen wird. Eine Aussage über die Ölqualität als Folge der Material-Konditionierung und der Preßtemperatur wird nicht getroffen. Die Autoren sehen Forschungsbedarf, um die einzelnen durch mechanische und hydrothermische Vorbehandlung beeinflußten Saatstrukturen in ihrer Wirkung auf die Komprimat-Viskosität und die Filtrationseigenschaften des Komprimats zu charakterisieren.

Mit dieser Arbeit wird versucht, die Fragestellung der Autoren nach der Rheologie und Komprimat-Drainage zu beantworteten. Die Autoren reduzierten die mechanischen Eigenschaften auf die rheologische Größe Viskosität. Die allgemeine Frage nach den Filtrationseigenschaften ist hinsichtlich der unter fortgeführter Kompression veränderlichen Komprimat-Drainage einerseits und der Partikel-Permeabilität für die Ölphase andererseits zu spezifizieren.

2.3 Rheologie biogener Feststoffe und Komprimate

Das phänomenologische Deformationsverhalten - Beziehung zwischen Kraft, Deformation und Zeit - von Materialien kann mit Hilfe mathematischer Gleichungen beschrieben werden, die eine Entsprechung in Form von mechanischen Analogiemodel-

len haben [66]. Die Ermittlung dieser Modelle ist nur unter bestimmten Randbedingungen für definierte Einzelkörper möglich. Das Deformationsverhalten des partikulären Komprimats in einer Schneckenpresse wird jedoch, wie die bisherigen Abschnitte zeigen, durch die Rheologie des biogenen Einzelkörpers und durch die Wechselwirkung der sich bildenden Feststoffmatrix und Fluidphase in Abhängigkeit von den Kompressions-Parametern bestimmt.

Diese Arbeit soll die Einflußgrößen auf das Deformationsverhalten des biogenen Komprimats beleuchten. Mechanische Analogiemodelle können und sollen dabei nur als Werkzeug dienen, um bestimmte Effekte zu visualisieren bzw. in engen Grenzen Mechanismen auch zu quantifizieren. Es kann sich daher bei diesen Modellen immer nur um eine Annäherung an bestimmte Aspekte des realen Materialverhaltens handeln. Eine Methode zur Bestimmung des Relaxationsverhaltens des partikulär aufgebauten Komprimats wird vorgestellt.

Veränderungen im phänomenologischen Deformationsverhalten des biogenen Komprimats können auf strukturelle Veränderungen der Gewebe der biogenen Einzelpartikel zurückgeführt werden. Die in Kapitel 2.3.2 vorgestellte Mikro-Rheologie betrachtet die mechanischen Eigenschaften der einzelnen Komponenten des zellularen Gewebes, die in der Summe das phänomenologische rheologische Verhalten des biogenen Körpers und letztendlich des biogenen Komprimats bestimmen. Die Mikro-Rheologie ist für diese Arbeit von besonderer Bedeutung, da die Strukturen der Rapssaat durch mechanische und hydrothermische Vorbehandlung stark beeinflußt werden können, wie in Kapitel 2.2.4 dargestellt wurde.

Zur Ermittlung des komplexen Deformationsverhaltens von biogenen Komprimaten für den gesamten Trennpreßvorgang sind Experimente unter angenähert realen Verhältnissen erforderlich. Der relevante Stand der Literatur zu diesen Versuchen wird mit dem Schwerpunkt "Rapskomprimate" betrachtet. Ansätze unter Verwendung mechanischer Analogiemodelle lagen zur allgemeinen Beschreibung des Deformationsverhaltens für Rapskomprimate nicht vor.

2.3.1 Allgemeine Darstellung rheologischer Modelle

Die mathematische Beschreibung des rheologischen Verhaltens beruht auf der Verwendung von idealen Materialien bzw. idealen Körpern, die die fundamentalen rheologischen Eigenschaften verkörpern. Die mechanischen Eigenschaften realer Körper setzen sich immer aus allen rheologischen Grundeigenschaften Elastizität (HOOKE-

Element), Viskosität (NEWTON-Element) und Plastizität (ST.VENANT-Element) zusammen [79]. Durch Kombination der rheologischen Grundelemente ergeben sich komplexe Modelle mit einer Differentialgleichung ohne eindeutige Lösung, wodurch die Anwendung solcher Modelle eingeschränkt wird. Analytische Lösungen der Differentialgleichungen sind nur für bestimmte Randbedingungen und lineare Modelle möglich. Die Annahme von linearen rheologischen Körpern, d.h. die Modellparameter sind nur von der Zeit und nicht von der Spannung abhängig, ist nur für sehr kleine Dehnungen (zerstörungsfreie Prüfung) zulässig [66]. Drei unterschiedliche Beanspruchungsgrößen und damit Randbedingungen für die mathematische Gleichung können zur Ermittlung der rheologischen Eigenschaften eingesetzt werden:

- Retardationsversuche (konstante Spannung)
- Relaxationsversuche (konstante Dehnung)
- dynamische Versuche (zyklisch wechselnde Dehnung)

Je nach Art der Materialien und der Beanspruchung unterscheiden sich auch die zu verwendenden Analogiemodelle. So beschreiben sowohl das KELVIN-Modell (Parallelschaltung von HOOKE- und NEWTON-Element) wie das MAXWELL-Modell (Reihenschaltung von HOOKE- und NEWTON-Element) ein visko-elastisches Verhalten, wobei das letztere eher für Flüssigkeiten und das erst genannte eher für Festkörper verwendet wird [3]. Je nach der Komplexität des Materialverhaltens können die visko-elastischen Grundmodelle durch Parallelschaltung bzw. Reihenschaltung von KELVIN- bzw. MAXWELL-Modellen zu sogenannten Multi-KELVIN- bzw. Multi-MAXWELL-Modellen erweitert werden [66]. Diese Modelle beschreiben immer nur das getestete Materialverhalten unter gegebenen Versuchs- und Randbedingungen und haben nicht den Anspruch, das gesamte Deformationsverhalten des Materials für alle Beanspruchungsformen zu beschreiben.

Von PELEG [70] wurden Überlegungen zu allgemeingültigen Modellen angeführt, die unabhängig von den Versuchsbedingungen das Materialverhalten der festen Prüfkörper durch Hinzunahme von Bruchelementen beschreiben können. Ein komplexes Materialverhalten kann durch Kombination von mehreren dieser generalisierten Körper modelliert werden. Solche allgemeingültigen Modelle verlieren aber durch die Anzahl und die komplexe Anordnung ihrer Einzelelemente ihre mathematische Beschreibbarkeit und Anschaulichkeit und damit den Zweck eines Modells.

Die mechanischen Analogiemodelle mit einer überschaubaren Anzahl von rheologischen Elementen können aber eine sinnvolle Approximation des realen rheologischen Verhaltens darstellen. Sie ermöglichen, Veränderungen im rheologischen Verhalten zu quantifizieren und Mechanismen zu visualisieren auch ohne die konstitutive Gleichung des Modells zu lösen.

Rheologie biogener Feststoffe

Das phänomenologische rheologische Verhalten von visko-elastischen biogenen Feststoffen wird häufig durch die mechanischen Analogiemodelle, KELVIN- bzw. MAXWELL-Modell und deren Reihenschaltung (BURGERS-Modell) erklärt und interpretiert [66]. In der Praxis erfolgt die Bestimmung des rheologischen Verhaltens pflanzlicher Festkörper durch Deformation definierter Probekörper (zylindrischer) oder der Einzelkörper (Saat, Knolle oder Frucht) selbst zwischen z.B. parallelen Platten [55]. Ziel dieser Untersuchungen ist nach LINKE [55] z.B.:

- die Charakterisierung des Reifezustands,
- die Ermittlung von Korrelationen zwischen rheologischen Eigenschaften und ausgewählten Stoffparametern,
- die Bestimmung des Deformationsverhaltens bei Sortier-, Transport- oder Verarbeitungsprozessen und
- die Schaffung von Modellen zur mathematischen Beschreibung des Deformationsverhaltens.

Nach MOHSENIN und MITTAL [62] ist die Verwendung von linearen mechanischen Analogiemodellen zur Beschreibung der Rheologie biogener Feststoffe in Relaxationsversuchen nur unter definierten Randbedingungen bei Dehnungen von 1,5 bis 3 % zulässig, die eine Strukturzerstörung des biogenen Gewebes ausschließen. Beispiele für zerstörungsfreie Untersuchungen von biogenen Feststoffen mit Bestimmung eines mechanischen Analogiemodells für den Relaxations- oder Retardationsfall sind in der Literatur zu finden [21, 23, 59, 63, 95, 123].

Da die reale Beanspruchung der biogenen Feststoffe in den Ernte-, Transport-, und Verarbeitungsprozessen häufig eine irreversible Gewebezerstörung zur Folge hat, werden auch gezielt Prüfdeformationen angewendet, die zum Bruch (Versagen des zellularen Gewebes) des Prüfkörpers führen, wobei die Bruchspannung als rheologisches Merkmal herangezogen wird [55]. Plastisches und damit nichtlineares Verhalten ab einer gewissen Beanspruchung der biogenen Festkörper kann durch ergänzende ST.VENANT-Elemente visualisiert werden [29].

Rheologie der biogenen Komprimate

Das phänomenologische Deformationsverhalten des Komprimats ist abhängig von der sich im Preßvorgang stark verändernden Komprimat-Struktur und -Zusammensetzung, den Drainage-Eigenschaften und den Kompressions-Parametern. Zu Beginn liegt bei der Kompression von Ölsaaten ein je nach Vorbehandlung unterschiedlich strukturiertes Schüttgut vor. Erst durch ausreichende Kompression der Schüttung bildet sich ein

Komprimat, das nicht sofort wieder in seine Einzelpartikel zerfällt. Der Beginn des Ölaustritts (Oil-Point) kann als Kriterium für den Wandel von Schüttung zum Komprimat genommen werden. Nach SCHULZE und SCHWEDES lassen sich die Eigenschaften von Schüttgütern und deren Komprimate weder mit den für Festkörper noch mit den für Flüssigkeiten benutzten Gesetzen und Modellen beschreiben [92].

Bei der Pressung von Ölsaaten wird ein Aufschluß des Gewebes durch große Deformationen des Komprimats zur Gewinnung der eingeschlossenen Zielkomponente gezielt herbeigeführt. Die nicht reversiblen Strukturveränderungen führen zu einem nichtlinearen rheologischen Verhalten des Komprimats, das nicht mehr ausschließlich durch Kombinationen von ideal elastischen (HOOKE) und viskosen Elementen (NEWTON) dargestellt werden kann. Nichtlineares Verhalten kann durch Hinzufügen von plastischen Elementen (ST.VENANT) und durch Bruch- und Kontaktelemente modelliert werden [71]. Trotz dieses Aspekts überwiegen Ansätze mit ideal elastischem Verhalten für das Druck-Stauchungs-Verhalten der Feststoffmatrizen in den Ansätzen der in Kapitel 2.1.1 dargestellten mathematischen Modelle. Dadurch wird die analytische Lösung der Differentialgleichung vereinfacht [5, 49, 65, 105, 107, 119]. Die untersuchten biogenen Feststoffmatrizen zeigen unter Kompression jedoch nicht das erwünschte ideale elastische Verhalten, so daß die Übereinstimmung von Modell und Experiment häufig noch unbefriedigend ist. In der Weiterentwicklung sind daher auch nichtlineare elastische und visko-elastische Ansätze für das Deformationsverhalten in Form von empirischen Funktionen (Potenzansätze) verwendet worden [106]. Eine Darstellung dieser Zusammenhänge ist mit mechanischen Analogiemodellen nicht mehr möglich.

Bei Beschränkung auf Teilbereiche des Deformationsverhaltens können mechanische Analogiemodelle zur Beschreibung des Komprimats verwendet werden. Für das viskoelastische Relaxationsverhalten werden dabei entweder ein HOOKE-KELVIN-Körper als Reihenschaltung eines HOOKE-Elements mit einem KELVIN-Körper [5] oder ein Multi-MAXWELL-Modell verwendet [120, 128]. Diese Modelle beschreiben nur für die Randbedingungen der Relaxation (konstante Dehnung) das Komprimatverhalten. Nichtlineares Verhalten (z.B. plastische Deformationen) während der Kompression kann mit einem Modell für die Relaxation nicht erfaßt werden, wodurch die Gültigkeit dieser Modelle stark eingeschränkt wird.

Phänomenologische Modellierung des Relaxationsverhaltens

Die Spannungsrelaxation ist wichtig zum Verständnis der mechanischen Eigenschaften des gepreßten biogenen Komprimats. Das Relaxationsverhalten spiegelt die internen Vorgänge aus der Wechselwirkung von Feststoffmatrix und Flüssigkeit wieder. Die mathematische Beschreibung von Relaxationsverläufen kann durch exponentielle

Abklingfunktionen erfolgen. Dieses visko-elastische Materialverhalten kann mit dem mechanischen Analogiemodell des MAXWELL-Körpers (MX) phänomenologisch beschrieben werden [63]. Die phänomenologische Beschreibung des Deformationsverhaltens fester oder halbfester Stoffe verwendet als Folgegröße die Schubspannung oder die Normalspannung σ (N/mm^2) bei bekannter Probengeometrie. In der vorliegenden Arbeit wird die Normalspannung, ausgedrückt als Komprimatdruck P (Summe Feststoffdruck p_S + Fluiddruck p_L), als Folgegröße verwendet. Der Komprimatdruck P kann aus der Kompressionskraft über die Querschnittsfläche des Preßzylinders ermittelt werden.

Verbleibt nach vollständiger Relaxation ein elastischer Rückstelldruck P*, wird der MAXWELL-Körper durch ein paralleles HOOKE-Element ergänzt. Läßt sich der Druckabfall infolge der Komplexität des Materialverhaltens nicht hinreichend genau mit einer Exponentialfunktion mathematisch beschreiben, so kann durch Summation von Exponentialfunktionen eine Annäherung der experimentellen Kurve erfolgen. Dabei repräsentiert jede Exponentialfunktion einen Relaxations-Mechanismus. Für die mechanische Analogie bedeutet dies die Parallelschaltung aus einer variablen Anzahl von MAXWELL-Körpern und einem parallelen HOOKE-Element, die in der Literatur als Multi-MAXWELL-Modell (MXM) (vgl. Abb. 2-13) bezeichnet wird und zur Anwendung kommt [21, 23, 59, 63, 95, 123].

Die Lösung der Differentialgleichung des Multi-MAXWELL-Modells kann für den Fall der Relaxation nach Erreichen von $\hat{P}$ zur Zeit $\hat{t}$ (vgl. Abb. 2-13) mit Gleichung (2-4) beschrieben werden:

$$P(t) = \sum_{i=1}^{n} P_i \cdot \exp\left(\frac{-t}{\tau_i}\right) + P^* \qquad (2\text{-}4)$$

$$\text{mit } P_i = E_i \cdot \varepsilon\,;\ \tau_i = \frac{\eta_i}{E_i}\,;\ P^* = \varepsilon \cdot E_{n+1}$$

Darin bezeichnen E_i die Elastizitäts-Moduli der jeweiligen HOOKE-Elemente H_i; η_i die dynamischen Viskositäten der jeweiligen NEWTON-Elemente N_i; τ_i die Relaxationszeiten der einzelnen MAXWELL-Körper und ε die einheitliche Dehnung der MAXWELL-Körper und des einzelnen HOOKE-Elements E_{n+1}. Die Dehnung $\varepsilon = \frac{\Delta h}{h} = \frac{h - \Delta z}{h}$ ist die lineare Deformation Δh bezogen auf die ursprüngliche Höhe h. Nach einer unendlichen Relaxationszeit stellt sich der Gleichgewichtsdruck P* ein.

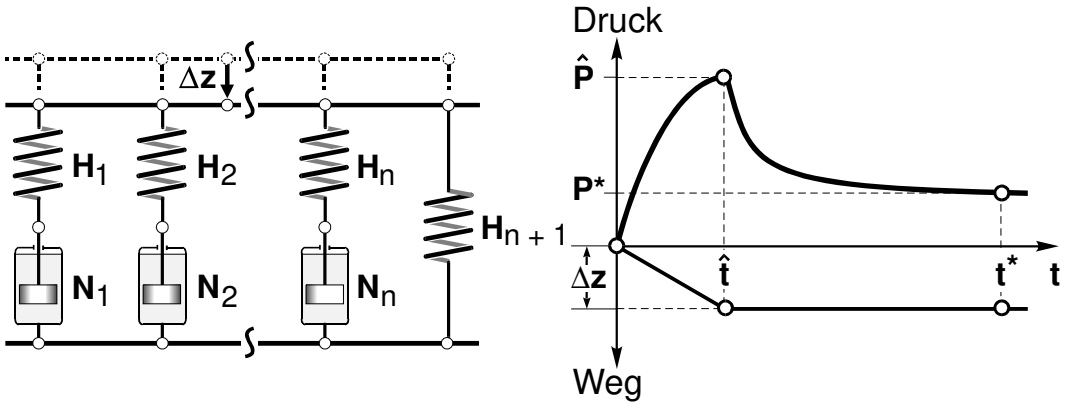


Abb. 2-13: Multi-MAXWELL-Modell mit Druckverlauf P(t) nach einer Deformation Δz mit konstanter Geschwindigkeit [132]

Die Differentialgleichung als Lösung für einen einfachen MAXWELL-Körper wird mit Gleichung (2-5) beschrieben:

$$P(t) = \hat{P} \cdot \exp\left(\frac{-t}{\tau}\right) \qquad (2\text{-}5)$$

Nach der Relaxationszeit τ fällt der Druck $\hat{P}$ auf den e-Teil $P_\tau = \frac{\hat{P}}{e}$ ($P_\tau = \hat{P} \cdot 0{,}3679$) und für $t \rightarrow \infty$ auf Null ab. Die Relaxationszeit τ ist damit das charakteristische Merkmal für die Geschwindigkeit des Relaxationsvorgangs des MAXWELL-Körpers. In der logarithmischen Darstellung des Drucks P(t) beschreibt die Relaxationszeit τ die Steigung der an die Originalkurve angelegten Tangente. Sind wie bei dem Multi-MAXWELL-Modell n Körper parallel geschaltet, sind auch n diskrete Relaxationszeiten für das Modell bestimmbar.

MOHSENIN konnte das Relaxationsverhalten von gepreßter Alfalfa mit einem Wassergehalt von 40 % in einer Zylinder-Kolben-Geometrie mir vier parallel geschalteten MAXWELL-Körpern nach der ´Sucsessive Residuals´-Methode modellieren. Die Bestimmung eines möglichen parallelen HOOKE-Elements ist nur durch Langzeit-Relaxationen möglich. Die Vernachlässigung eines real vorhandenen HOOKE-Elements bei der Auswertung kurzer Relaxationsphasen hat jedoch Rückwirkung auf die Bestimmung der Modellparameter der MAXWELL-Körper [63]. In dieser Arbeit wird generell ein durch Langzeitversuche experimentell bestimmter elastischer Rückstelldruck P^* bei der Modellierung des Relaxationsverhaltens auch kurzer Relaxationsphasen berücksichtigt.

In Abb. 2-14 ist die beispielhafte Auswertung des Relaxationsverhaltens eines Rapskomprimats mit der Methode "successive residuals" dargestellt. Der Relaxationsplot wird im halblogarithmischen Netz dargestellt.

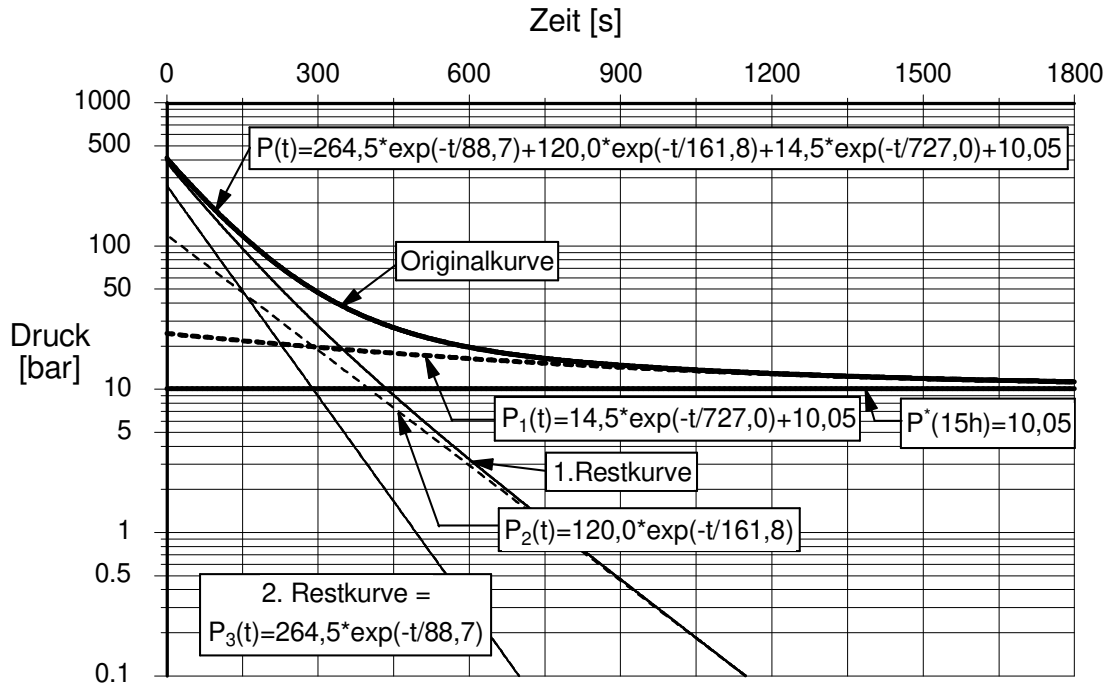


Abb. 2-14: Beispiel einer Analyse des Relaxationsverhaltens eines Rapskomprimats mit der Methode "successive residuals" unter Berücksichtigung des angenäherten Gleichgewichts-Relaxationsdrucks $P^*(15h)$

An das Ende der Originalkurve wird eine Tangente angelegt. Die Tangentengleichung wird unter Hinzunahme des Gleichgewichts-Relaxationsdrucks P^* ermittelt. Der Exponentialterm der Tangentengleichung beschreibt den 1. MAXWELL-Körper. Durch Subtraktion der Tangentengleichung von der Originalkurve erhält man die erste Restkurve, an die wieder eine Tangente angelegt werden kann, die den 2. MAXWELL-Körper beschreibt. Durch Subtraktion der 2. Tangente von der ersten Restkurve erhält man die zweite Restkurve, die abermals durch eine Tangente angenähert wird. Dieses Verfahren wird solange wiederholt, bis sich Restkurve und Tangente decken und keine weitere Restkurve mehr ermittelt werden kann. Die Steigungen der Tangenten entsprechen der Relaxationszeit τ_i des jeweiligen MAXWELL-Körpers und können mit Gleichung (2-6) ermittelt werden. Die Schnittpunkte der Tangenten mit der Ordinate beschreiben die Drücke P_i, die zu Beginn der Relaxation im HOOKE-Element der jeweiligen MAXWELL-Körper gespeichert sind.

$$\tau_i = \frac{t_2 - t_1}{\ln P_i(t_1) - \ln P_i(t_2)} \qquad (2\text{-}6)$$

2.3.2 Mikro-Rheologie biogener Feststoffe

Eine Übersichtsarbeit, die den Stand der Literatur zu diesem Teilgebiet der Rheologie zusammenfaßt, wurde 1992 von PITT [73] vorgelegt. Aus der Sicht der Struktur- bzw. Mikro-Rheologie werden folgende wesentliche Strukturmerkmale für das rheologische Verhalten des biogenen Gewebes beschrieben. Elementarbaustein des Gewebes ist die einzelne Zelle, bestehend aus einer stabilen visko-elastischen Zellwand (Primär- und Sekundärzellwand), die einen viskosen Protoplasten umgibt. Durch das osmotische System Cytoplasma-Membran/Zellflüssigkeit erhält die Zelle einen Turgor (Binnendruck). Der Turgor stabilisiert die Zelle in ihrer Form und hat maßgeblichen Anteil an der Rheologie des biogenen Gewebes. PITT hat den Einfluß des Turgors auf die Rheologie experimentell ermittelt. Durch Einlegen der biogenen Proben in Lösungen mit unterschiedlichen Wasseraktivitäten kann der Turgor gezielt manipuliert werden. Ein hoher Turgor verleiht dem Gewebe zusätzliche Festigkeit. Hohe Binnendrücke führen unter Kompression durch die Vorspannung der Zellwände eher zu einer Zerstörung des Gewebes durch Aufplatzen der Zellwände. Die rheologischen Eigenschaften der Zellwände werden maßgeblich durch die Textur der Zellulosematrix und durch den Anteil an besonders festen Gerüstsubstanzen wie Lignin bestimmt. Die Festigkeit der Zellwände ergibt sich aus der Kombination der Textur, der Zusammensetzung und dem stützenden Binnendruck. PITT hat die einzelne Zelle mit einem zweidimensionalen Analogiemodell bestehend aus einer hexagonalen Anordnung von Federn modelliert, die eine inkompressible Flüssigkeit einschließen.

Das rheologische Verhalten des Zellenverbands unter Kompression ist stark von den mechanischen Eigenschaften der Mittellamelle abhängig, die die einzelnen Zellen zu einem meristematischen Gewebe miteinander verbindet. Die pektinhaltige Mittellamelle hat ein stark vom Wassergehalt abhängiges rheologisches Verhalten. Eine mit steigendem Wassergehalt plastifizierte Mittellamelle erleichtert die Formänderung des Gewebes. Das zellulare Gewebe kann durch Verformung der Mittellamellen insgesamt eine plastische Deformation erfahren, ohne daß die einzelnen Zellen mechanisch zerstört werden [72].

Aus der Kombination und Wechselwirkung der rheologischen Eigenschaften der Strukturen ergibt sich für das biogene Gewebe ein sehr komplexes nichtlineares Deformationsverhalten, das naturgemäß stark mit Herkunft variiert. Von PITT sind zwei Mechanismen für nichtreversible Strukturveränderungen bei größeren Deformationen aufgezeigt worden: Bruch der steifen Zellwände und damit Aufschluß der Zellen und Zellverschiebung durch plastische Deformation der Mittellamellen.

2.3.3 Untersuchungen zur Rheologie der Rapssaat

DAVISON et al. [14] haben mit einer Instron-Prüfmaschine die mechanischen Eigenschaften von ganzer Rapssaat unter Kompression und von Rapsschalen unter Zug untersucht. Der durch Kompressionsversuche bis zum Bruch der Saat bestimmte Elastizitäts-Modul (E-Modul) zeigt eine deutliche Abhängigkeit vom Wassergehalt. Die Erhöhung des Wassergehalts von 7,2 auf 10,6 % erniedrigt den E-Modul bereits von 701,76 auf 385,40 N/mm^2. Die weitere Erhöhung des Wassergehalts auf 17 % reduziert den E-Modul dann nur noch auf 324,11 N/mm^2. Durch Zugversuche bis zum Bruch an präparierten Rapshüllen-Fragmenten einer Saat mit 7,2 % Wassergehalt wurde ein E-Modul von 2177 N/mm^2 bestimmt. Diese Untersuchungen geben schon einen Hinweis auf deutlich unterschiedliche mechanische Eigenschaften von Kernfleisch und Schalen. In einer Folgeuntersuchung von DAVISON et al. [15] wurde der isotherme Kompressionskoeffizient von Rapskernfleisch zu 0,00039 cm^2/N bestimmt, der damit in der Größenordung von Pflanzenöl liegt (0,00049 cm^2/N). Das Rapskorn wird daher von den Autoren als ein fluidgefüllter Behälter mit einer elastischen Wand modelliert. Relaxationsversuche von BARGALE et al. [6] bestätigen den deutlichen Einfluß des Wassergehalts auf die rheologischen Eigenschaften ganzer Rapskörner. Das Relaxationsverhalten der ganzen Rapskörner konnte mit einem Multi-MAXWELL-Modell aus drei parallelen MAXWELL-Körpern modelliert werden. Sowohl die Relaxationskräfte als auch die Relaxationszeiten fallen deutlich mit steigendem Wassergehalt. Dem Wasser wird ein plastifizierender Effekt zugesprochen.

2.3.4 Untersuchungen zum Preßverhalten biogener Komprimate

In der Literatur finden sich zwei Gruppen von Untersuchungen zum Trennpreßverhalten biogener Komprimate: Einerseits experimentelle Untersuchungen auf technischen Maschinen (Schneckenpressen) und andererseits Untersuchungen im Labormaßstab unter Verwendung vereinfachter Preß-Geometrien, um das Kompressionsverhalten des Feststoffs unabhängig von den Maschinen-Parametern ermitteln zu können. Letztere Untersuchungen entsprechen dem Wesen der Experimente dieser Arbeit und werden im Folgenden zusammengefaßt dargestellt.

Untersuchungen in der Zylinder/Kolben-Geometrie

Als vereinfachte Geometrie zur experimentellen Bestimmung des Kompressions- und Filtrationsverhaltens unterschiedlicher Güter werden fast ausschließlich Zylinder/Kolben-Geometrien verwendet. Dabei werden überwiegend Hydraulikpressen zur Erzeugung des erforderlichen Preßdrucks, der auch Führungsgröße ist, eingesetzt. Für

den Fall der Filtration und der Preßfiltration wird mit der Führungsgröße Druck in den meisten Fällen der reale Kompressionsvorgang abgebildet. Die Verwendung von Hydraulikpressen zur Untersuchung von real deformationsgesteuerten Kompressionsvorgängen (Trennpressen auf Schneckenpressen) ist jedoch kritisch zu bewerten. Kompressionsversuche mit einer Zylinder-Kolben-Geometrie mit der Führungsgröße Weg benötigen Spindelpressen mit Gleichstrommotoren zur exakten Wegsteuerung. Ein Grund für die Verwendung von Hydraulikpressen liegt sicherlich in dem gegenüber Spindelpressen deutlich günstigeren Preis. Nicht vermeidbare Eigenverformungen der Pressenkonstruktion unter hoher Last führen bei Hydraulikpressen zu keiner Verfälschung der Führungsgröße Druck. Die Führungsgröße Weg wird dagegen bei Spindelpressen in seiner Genauigkeit unter Last beeinträchtigt, woraus sich ein deutlich höherer Aufwand für die Meß- und Regelungstechnik ergibt (vgl. Kap. 3.2.2). Für eine möglichst genaue Abbildung weggesteuerter Kompressionsvorgänge in einer Zylinder/Kolben-Geometrie (Linearpresse) ist jedoch die Verwendung von einer Spindelpresse mit entsprechender Meß- und Regelungstechnik unerläßlich.

Experimentelle Ergebnisse in Zylinder/Kolben-Geometrien

Umfassende Übersichtsarbeiten über experimentelle Untersuchungen in Zylinder/Kolben-Geometrien oder ähnlichen Versuchsanordnungen liegen bereits von SCHNEIDER und KHOO (1986) [86] und LANOISELLÉ und BOUVIER (1994) [53] vor. Während die Arbeit von SCHNEIDER und KHOO sich allgemein mit experimentellen Arbeiten zur Fest/flüssig-Trennung biogener Feststoffe befaßt, konzentriert sich die Arbeit von LANOISELLÉ und BOUVIER auf das hydraulische Pressen von Ölsaaten.

In der Literatur sind einige Untersuchungen zu finden, bei denen das Preßergebnis (i.d.R. die Ausbeute) von Ölsaaten in Abhängigkeit von Material- und Kompressions-Parametern empirisch modelliert wird [42, 47, 76, 104]. Die mathematisch formulierten Zusammenhänge besitzen jedoch nur Gültigkeit für die gewählte Versuchsanordung (Geometrie- und Kompressions-Parameter) und das untersuchte Material. Eine unmittelbare Verwendung dieser Ergebnisse für den deformationsgesteuerten Preßvorgang in der Schneckenpresse ist kritisch zu bewerten.

KHAN und HANNA [42] haben eine empirische Funktion für das Pressen von Sojabohnen in einer Zylinder/Kolben-Geometrie mit konstantem Druck formuliert. Die Ausbeute zeigt eine funktionelle Abhängigkeit von dem Druck, der Preßdauer, dem Wassergehalt und der Temperatur. Die Ölausbeute steigt mit höherer Preßtemperatur, steigendem Druck, längerer Preßdauer und mittlerem Wassergehalt. Das mechanische Aufschließen der Saat verbessert die Ölausbeute. Die wesentlichen Einflußgrößen auf das Preßergebnis sind die Preßtemperatur und der Wassergehalt. Je niedriger die Preßgeschwindigkeit, um so höher die Ölausbeute. Bei gleichen Preßparametern ist die Öl-

ausbeute bei Sojabohnen mit Hüllen größer im Vergleich zu Saat ohne Hüllen. Den Hüllen wird eine permeabilitätsfördernde Wirkung zugeschrieben.

Von SINGH et al. [104] wurden ebenfalls empirische Modelle für den Restölgehalt von unterschiedlich aufbereiteter Sonnenblumensaat bei der Pressung mit statischen Drücken in einer Zylinder/Kolben-Geometrie definiert. Der Einfluß und die Wechselwirkung der Einflußgrößen Wassergehalt, Preßtemperatur, Preßdruck und Preßdauer wurde experimentell ermittelt. Neben ganzen Sonnenblumenkernen wurden auch fein und grob vermahlene sowie geschälte Kerne untersucht. Niedrige Wassergehalte von 6 % ergeben für alle untersuchten Aufbereitungsformen der Sonnenblumenkerne die höchste Ölausbeute. Bei grob vermahlenen Kernen ist die Ölausbeute am höchsten. Geschälte Saat hat die schlechtesten Preßeigenschaften, da die Schalen als permeabilitätsfördernde Stützkomponente fehlen. Mit steigendem Druck sinkt der Restölgehalt. Die Preßdauer hat nur einen untergeordneten Einfluß auf das Preßergebnis. Bei ganzer und geschälter Saat sinkt die Ölausbeute mit steigender Preßtemperatur; bei grob und fein gemahlener Saat steigt sie dagegen. Der Preßdruck hat bei gemahlener Saat eine untergeordnete Bedeutung. Die differenzierten Untersuchungen von SINGH et al. an Sonnenblumensaat geben bereits einige Hinweise auf die komplexen Wechselwirkungen unterschiedlicher Materialparameter auch für die Verarbeitung von Rapssaat. Die schlechteren Preßeigenschaften von geschälter Sonnenblumensaat deuten die wichtige Rolle der elastischen Schalen für die Rheologie des Komprimats an.
Bei den Untersuchungen von SUKUMARAN und SINGH [114, 115, 116] und FABORODE und FAVIER [20] zum Preßverhalten von Rapssaat steht der Oil-Point als Beginn des meßbaren Ölaustritts aus den Saat-Partikeln im Mittelpunkt der Betrachtungen. Anstatt einer Zylinder/Kolben-Geometrie wurde von SUKUMARAN und SINGH [114, 115, 116] in mehreren Untersuchungen eine ebenfalls linear komprimierende Ringspaltpresse mit seitlichen Ölaustrittsöffnungen verwendet. Es wurde der Einfluß von fünf unterschiedlichen Wassergehalten (0 bis 12,4 %) und vier unterschiedlichen Kompressions-Geschwindigkeiten (5 bis 19,5 mm/min) auf den Druck und die Dehnung am Oil-Point von Rapssaat untersucht. Für die Dehnung und den Druck am Oil-Point in Abhängigkeit vom Wassergehalt der Saat und der Kompressions-Geschwindigkeit wurden von den Autoren empirische Funktionen mit exponentiellem Charakter aufgestellt. Der Komprimatdruck und die Kompression am Oil-Point steigt mit größerer Kompressions-Geschwindigkeit und höherem Wassergehalt. Der Einfluß des Wassergehalts ist größer als der der Kompressions-Geschwindigkeit auf die Dehnung und den Druck am Oil-Point. Zusätzlich wurden einstufige Kompressionsversuche ohne Relaxationsphase mit den erwähnten Parametern bis auf unterschiedliche Maximaldrücke von 98,8 bis 588,9 bar durchgeführt und der Restölgehalt und die sich ergebende Komprimatdichte bestimmt. Die Komprimatdichte steigt mit zunehmendem Maximaldruck und fällt leicht mit zunehmender Kompressions-Geschwindigkeit. Die Ölausbeute steigt etwas

mit zunehmender Kompressions-Geschwindigkeit und deutlich mit zunehmendem Druck. Mit höherem Wassergehalt verringert sich die Ölausbeute. Entgegen der realen Beanspruchung in der Schneckenpresse wird als Zielgröße ein Maximaldruck vorgegeben, der mit konstanter Kompressions-Geschwindigkeit angefahren wird. Die Folgegröße Deformation und damit die Komprimatdichte wird als Maß für die Preßeigenschaften ausgewertet.

FABORODE und FAVIER [20] haben 1996 Ergebnisse über Linearpreßversuche unterschiedlicher Ölsaaten, unter anderem Rapssaat, veröffentlicht. Die Versuche wurden in einer hydraulisch angetriebenen Zylinder/Kolben-Geometrie (∅ 27 mm) durchgeführt. In einstufigen Kompressionsversuchen ohne Relaxationsphase wurde mit konstanter Kolben-Geschwindigkeit von 12 mm/min der Oil-Point bestimmt. Meßtechnisch wurden der Kompressionsdruck, die Reibung, der Porendruck (Flüssigkeitsdruck) am Kolben und die Komprimathöhe erfaßt. Die geöffnete Seiherfläche ist mit 1 % sehr niedrig gewählt worden; Angaben über den Druckverlust werden nicht gemacht. Rapssaat mit einem Wassergehalt von 5,9 % wurde unbehandelt, fein und grob vermahlen, bis zum ersten Ölaustritt kalt (20 °C) gepreßt. Das Korngrößenspektrum nach der Vermahlung und der damit verbundene Aufschluß der Saat wurde jedoch nicht quantifiziert, so daß die Ergebnisse nur eingeschränkte Aussagekraft besitzen. Die Vermahlung führt im Vergleich mit nativer Saat zu einem ersten Ölaustritt bei geringerer Komprimatdichte und bei niedrigeren Komprimatdrücken. Die grob vermahlene Rapssaat wurde zusätzlich im Ofen auf 105 °C erwärmt und anschließend ebenfalls verpreßt, wobei eine Temperierung der Preßkammer nicht möglich war. Eine Aussage über den Wassergehalt und die Konditionierungsdauer wird nicht getroffen. Im Vergleich zur grob vermahlenen und kalt gepreßten Rapssaat werden Komprimatdruck und Komprimatdichte reduziert. Anhand der spezifischen Energiewerte (kJ/kg) der Kompression bis zum Oil-Point werden die Saaten in weiche und harte Ölsaaten klassifiziert. Danach wird Rapssaat neben Palmkernen und Sojabohnen als harte, hoch ölhaltige Saat eingestuft; weiche Ölsaaten sind dagegen Cashew, Erdnüsse und Melonenkerne. Trotz der offensichtlichen Unzulänglichkeiten der Untersuchung von FABORODE und FAVIER ist eine tendenzielle Aussage über den Einfluß von erhöhtem Aufschlußgrad auf das Preßverhalten von Rapssaat möglich. Der Ölaustritt wird erleichtert und die Kompressionskraft verringert. Der Einfluß der Temperierung ist durch fehlende Parameter-Angaben nicht eindeutig interpretierbar. Der wichtige Einfluß des Wassergehalts wurde nicht untersucht.

FORNAL et al. [25] untersuchte die Veränderungen durch Flockierung und hydrothermische Konditionierung auf die Struktur und die Preßeigenschaften von Rapssaat unter Variation der Konditionierungsschritte. Probe A wird mit Dampf auf 40 °C vorgewärmt, flockiert und in 35 min auf 94 °C erwärmt und abgepreßt. Probe B wird mit Dampf auf 80 °C erwärmt und wieder auf 49 °C abgekühlt, flockiert und vor dem

Pressen in 40 min auf 97 °C erwärmt. Mit einer Instron-Prüfmaschine werden Druck, Dehnung und Arbeit bis zum ersten Ölaustritt (Oil-Point) der konditionierten Saaten in einer kleinen Zylinder/Kolben-Geometrie (A = 1,2 cm^2, H = 1,2 cm) mit einer Kompressions-Geschwindigkeit von 10 mm/min ermittelt. Beide Varianten der Konditionierung senken den Druck und die Arbeit bei nahezu unveränderter Dehnung bis zum ersten Ölaustritt geringfügig gegenüber den nicht näher spezifizierten Kontrollproben ab. Angaben über die für die Rheologie wichtigen Wassergehalte und Prüfungstemperaturen der Proben wurden nicht angegeben. Strukturelle Veränderungen der Saat werden durch Licht- und Elektronenraster-Mikroskopaufnahmen dokumentiert. Die Erwärmung auf 40 °C (Probe A) vor der Flockierung verändert die Mikrostruktur der Saat nicht. Die Erwärmung auf 80 °C führt zu den vorab bereits erklärten Strukturveränderungen: Agglomeration der Proteinkörper, Zusammenfließen der Lipidtröpfchen. Die erwärmten Flocken zeigen einen starken Zellenaufschluß mit freigesetztem Öl, der bei der Probe B noch ausgeprägter ist.

Von FABORODE und FAVIER, SUKUMARAN und SINGH sowie FORNAL et al. wurde das Komprimatverhalten am Oil-Point als Maß für das Kompressionsverhalten im gesamten Preßvorgang in der Schneckenpresse genommen. Die vorliegenden Untersuchungen bleiben jedoch einen Nachweis für diese Annahme schuldig. Auf die fortgeführte Kompression und die komplexen Kompressionsverhältnisse in der Schneckenpresse mit Abfolgen von Kompressions- und Relaxationsphasen und wechselnden Kompressions-Geschwindigkeiten wurde nicht eingegangen.

2.4 Problemstellung und Arbeitsmodelle

2.4.1 Problemstellung

In Kap. 2.1.3 wurden die Anforderungen an ein biogenes Komprimat aus der Funktion einer Seiher-Schneckenpresse definiert: eine hinreichend große Rückstellkraft und eine gute Komprimat-Drainage. Die Bewertung dieser beiden Kriterien erfordert eine differenzierte Betrachtung experimentell ermittelter Komprimat-Gesamtdrücke. Nur durch Zerlegung des Gesamtdrucks in seine Komponenten Feststoff- und Fluiddruck ist eine hinreichend genaue Aussage über die Komprimat-Rheologie und damit das Preßverhalten in einer Schneckenpresse möglich:

- hinreichend große elastische Rückstellkräfte werden durch entsprechend hohe Feststoffdrücke repräsentiert: sie gewährleisten ausreichende Reibungskräfte am Umfang des Seihers und hindern das Material an der Rotationsbewegung. Damit wird die axiale Förderung des Materials in der Schneckenpresse ermöglicht.
- niedrige Flüssigkeitsdrücke repräsentieren eine gute Komprimat-Drainage: dadurch wird eine hohe Abflußrate der Ölphase unter geringem Druckverlust und damit die Volumenreduzierung unter Kompression gewährleistet.

Inwieweit ein Komprimat aus schalenreduzierter Rapssaat nach unterschiedlicher mechanischer Vorbehandlung und hydrothermischer Konditionierung diese beiden Forderungen erfüllen kann, ist zu überprüfen.

Wäre die Rapssaat nur mit originärem Hüllenanteil preßbar, dann würden die Hüllen das Komprimatverhalten dominieren. Neben dem Hüllenanteil ist dann auch die Orientierung der Hüllen für den wirksamen Betrag der Rückstellkraft und für die Aufrechterhaltung der Drainage verantwortlich [90]. Die Abb. 2-15 zeigt die radiale und die tangentiale Hüllenorientierung als mögliche Grenzfälle im Komprimat. Die radiale Orientierung der Hüllen in Abb. 2-15(a) unterstützt die elastischen Eigenschaften des Komprimats und verbessert die Komprimat-Drainage, da die nicht plastisch verformbaren Hüllenfragmente Abflußwege durch ihre Formstabilität unter Kompression länger offen halten. Die Verbesserung der elastischen Eigenschaften durch die tangentiale Orientierung in Abb. 2-15(b) ist deutlich geringer einzuschätzen. Die Komprimat-Drainage wird aber durch die Versperrung der Abflußwege mit den für Öl nicht permeablen Hüllen deutlich herabgesetzt.

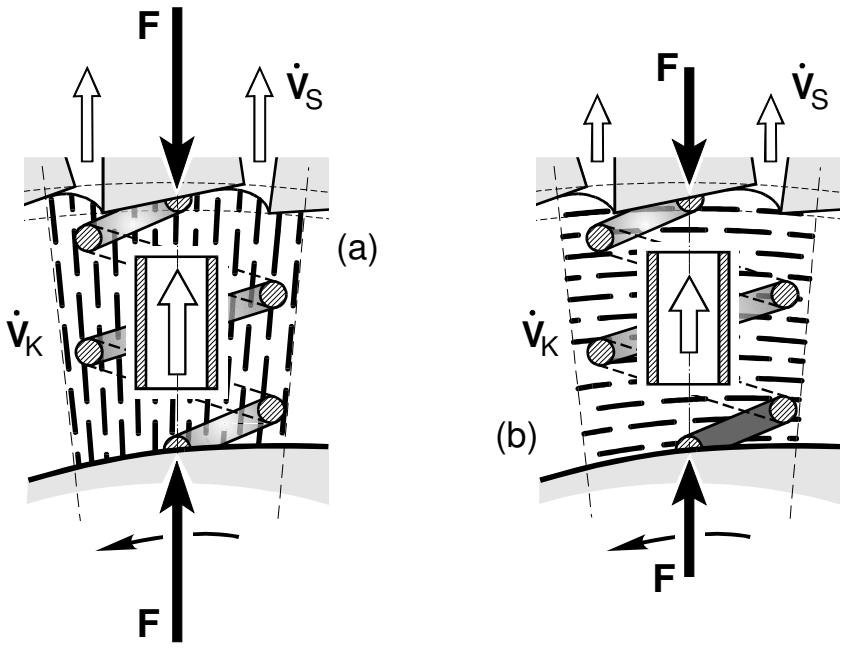


Abb. 2-15: Grenzfälle der Hüllenorientierung im Rapssaat-Komprimat: (a) radial orientiert, (b) tangential orientiert [90]

Untersuchungen von SCHNEIDER [90] an realen Preßschilfern bestätigen jedoch die nachteilige dominant tangentiale Orientierung der Hüllen. Ausgehend von diesen Befunden ist der experimentelle Nachweis zu führen, welche Bedeutung der Hüllengehalt für das Komprimatverhalten hat. Dabei muß ein variabler Hüllengehalt immer im Zusammenhang mit den anderen einstellbaren Material-Parametern (hydrothermische Konditionierung, mechanischer Aufschluß) untersucht werden.

Neben den Material-Parametern ist auch der Einfluß der Kompressions-Parameter auf die Komprimat-Eigenschaften zu ermitteln. Insbesondere der im technischen Prozeß auftretende Lastfall - mehrstufige weggesteuerte Kompression - war bisher nicht Gegenstand wissenschaftlicher Untersuchungen. Es besteht jedoch eine enge Wechselbeziehung zwischen den Kompressions- und Material-Parametern, die näher untersucht werden soll.

2.4.2 Modellierung: Rapssaat und Komprimat

Die Veränderungen im Einzelpartikel wie im Komprimat sind einer direkten Beobachtung während des Trennpressens nicht zugänglich. Die Interpretation der im Experiment zu untersuchenden Einflußparameter in ihren Wirkungen auf das Komprimat bedarf jedoch eines plausiblen Bezugs. Es werden daher Modelle für die Rapssaat-Komponenten und das Komprimat definiert, anhand derer die Vorgänge sowohl bei der Saatvorbehandlung (mechanischer Aufschluß und hydrothermische Konditionierung) als auch bei den einzelnen Phasen des Trennpressens erklärt werden können.

Partikel- und Komprimat-Modelle

Die Modellierung der in Abb. 2-16 gezeigten wesentlichen Merkmale der Hüllen-Fragmente und der Kernfleisch-Partikel wurden von SCHNEIDER und RAß [90] publiziert. Die Gegenüberstellung von Kernfleisch-Partikel und Hüllen-Fragment legt eine differenzierte Betrachtung der Rapssaat nahe: sie ist als ein komplexes System aufzufassen, das aus zwei Lipid-Trägern besteht, für die bereits im originären Zustand eine deutlich unterschiedliche Neigung zur Freigabe der intrazellularen Lipide zu prognostizieren ist.

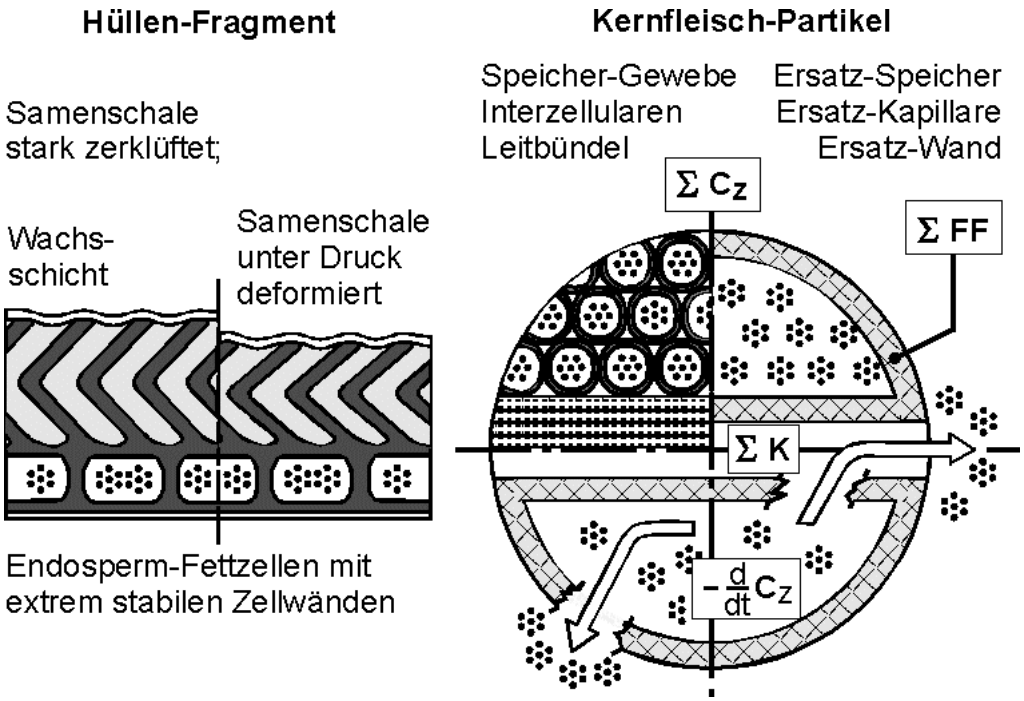


Abb. 2-16: Strukturmodelle der Rapssaat-Elemente: Hüllen-Fragment und Kernfleisch-Partikel; Lipidfreisetzung aus dem Ersatzspeicher [90]

Im technischen Prozeß wird die Rapssaat zwar mechanisch aufgeschlossen, aber auch unter diesem Aspekt zeigt der Vergleich, daß sich der Aufschlußzustand der Lipidträger signifikant unterscheiden wird. Für die Hüllenfragmente ist ein Aufschluß der Endospermzellen erschwert. Lipidfreisetzung ist im wesentlichen nur aus den Bruchrändern zu erwarten. Im weitaus überwiegenden Teil der Zellen verbleibt das Lipid intrazellular eingeschlossen, und es wird wesentlich zum Restlipidgehalt der Schrote beitragen. Die zerklüftete Testa der Hüllen ist unter mechanischer Beanspruchung bestenfalls deformabel. Die sorptive Wasserbindung der Testa ist beträchtlich: Hüllen binden gegenüber vollfettem Kernfleisch bei 20 °C und $\varphi = 60$ % die etwa zweieinhalbfache Wassermenge (vgl. Kap. 2.2.3).

Das Kernfleisch-Partikel läßt sich mit den in Abb. 2-9 beschriebenen strukturellen E-

lementen modellieren. Bei schalenreduzierter Saat werden die Verarbeitungseigenschaften (rheologische Eigenschaften) maßgeblich durch die Strukturen und Inhaltsstoffe der Kernfleisch-Partikel bestimmt. Die Abb. 2-17 zeigt in einem zu Abb. 2-16 erweiterten dreidimensionalen Modell die Strukturen mit den für die Verarbeitung relevanten Inhaltsstoffen eines Kernfleisch-Partikels.

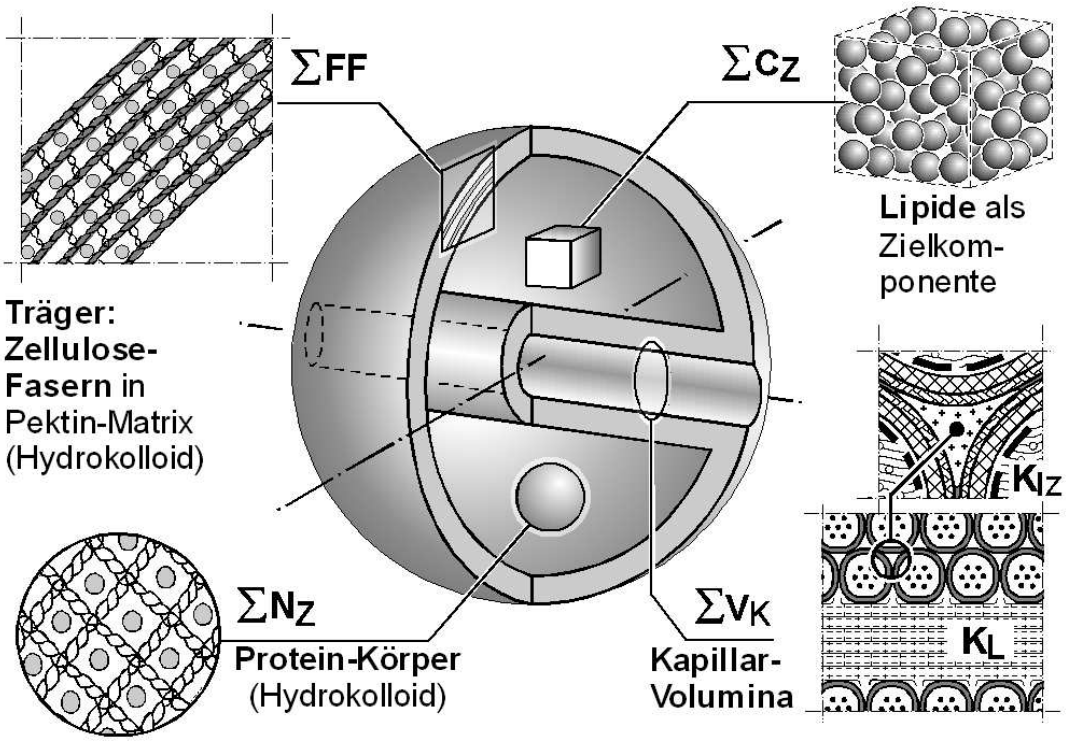


Abb. 2-17: Dreidimensionales Modell eines Raps-Kernfleisch-Partikels mit Strukturmerkmalen und Inhaltsstoffen

Die mechanischen Eigenschaften der Kernfleisch-Partikel können durch mechanische Vorbehandlung und/oder hydrothermische Konditionierung in einem großen Spektrum variieren, wie die später gezeigten Ergebnisse belegen. Eine Ersatzwand FF faßt den gesamten Feststoff (die Wandsysteme Q sämtlicher Zellen), bestehend aus der stabilen Gerüstsubstanz Zellulose eingebettet in eine hydrophile Pektinmatrix, zusammen. Sie umgibt den Ersatzspeicher, in dem das gesamte intrazellulare Speicherlipid C_Z und die gesamten Proteinkörper N_Z (Stickstoffträger) eingeschlossen sind. In der das Partikel durchziehenden Ersatzkapillare K sind sämtliche Hohlräume V_K (alle Interzellularen K_{IZ} und Leitbündel K_L) zusammengefaßt. Unter Kompression muß eine externe Krafteinwirkung die Wand intakter Partikel zum Platzen bringen und Lipide in die Umgebung oder über die Ersatzkapillare verdrängen. Durch mechanischen Aufschluß der Speicher vor dem Pressen wird die Lipidfreisetzung aus dem Gewebe wesentlich unterstützt.

Die Eigenschaften der Kernfleisch-Partikel und der Hüllenfragmente bestimmen insgesamt das Komprimatverhalten. Anhand von Strukturmodellen für das bipartikuläre Komprimat wird versucht, die Mechanismen der Kompression eines Schälrapshaufwerks und die Einflußgrößen auf die Preßeigenschaften plausibel darzustellen [132]. Wenn die intakte Rapssaat vor dem Pressen durch Schälung oder mechanischen Aufschluß zerlegt wird, liegen Kernfleisch-Partikel und Hüllenfragmente in einer Schüttung statistisch verteilt vor, wie in Abb. 2-18 gezeigt wird.

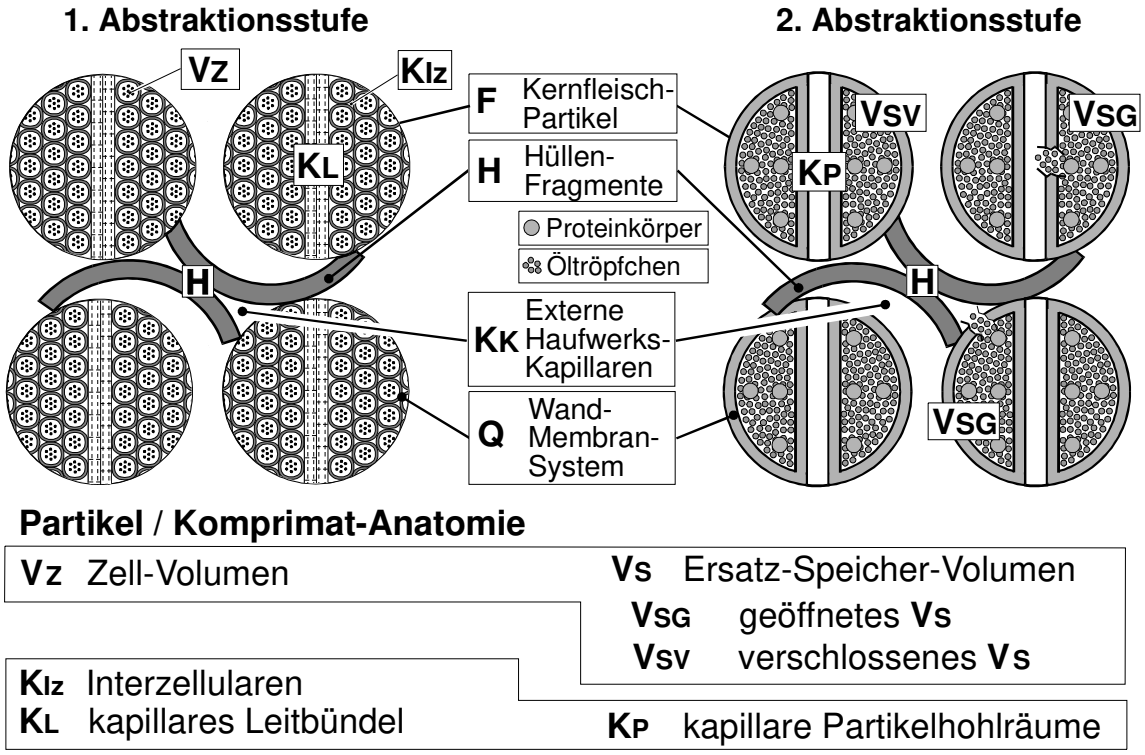


Abb. 2-18: Partikel- und Komprimat-Modelle einer Rapsbruchschüttung [132]

Die mechanische oder hydrothermische Aufbereitung verändert die Saatstrukturen. Vier Qualitäten der Ersatzspeicher sind im Komprimat zu unterscheiden: Zum einen können sie im originären Zustand, also verschlossen (V_{SV}), oder durch mechanische Beanspruchung geöffnet, (V_{SG}) vorliegen; zum anderen kann das Öffnen direkt zu den externen Komprimat-Kapillaren K_K (Zwickel) oder zu den internen Partikel-Kapillaren K_P erfolgt sein. Trotz dünner Wandungen der Einzelpartikel erhält das Partikelhaufwerk seine Festigkeit durch die Stützwirkung des in den Speichervolumina eingeschlossenen und unter Druck stehenden Öls. Bereits das rheologische Verhalten der reinen Feststoffmatrix ist komplex; aus dem Einfluß der hydrothermischen Konditionierung und dem fortschreitenden Öffnen der Speichervolumina unter Beanspruchung resultiert ein weites Spektrum der Beiträge der elastischen, viskosen und plastischen Elementarmerkmale. Im Gegensatz zum Kernfleisch sind die Hüllenfrag-

mente rein elastisch; mit ihrer Plättchen- bis Kugelschalengeometrie verhalten sie sich unter mechanischer Beanspruchung wie eine kompressible Einlage.

Kompressionsvorgang

Die Zustandsveränderung des Rapsbruchkomprimats während des Pressens wird mit Abb. 2-19 für einstufiges Komprimieren mit anschließender vollständiger Relaxation in einer Kolbengeometrie betrachtet.

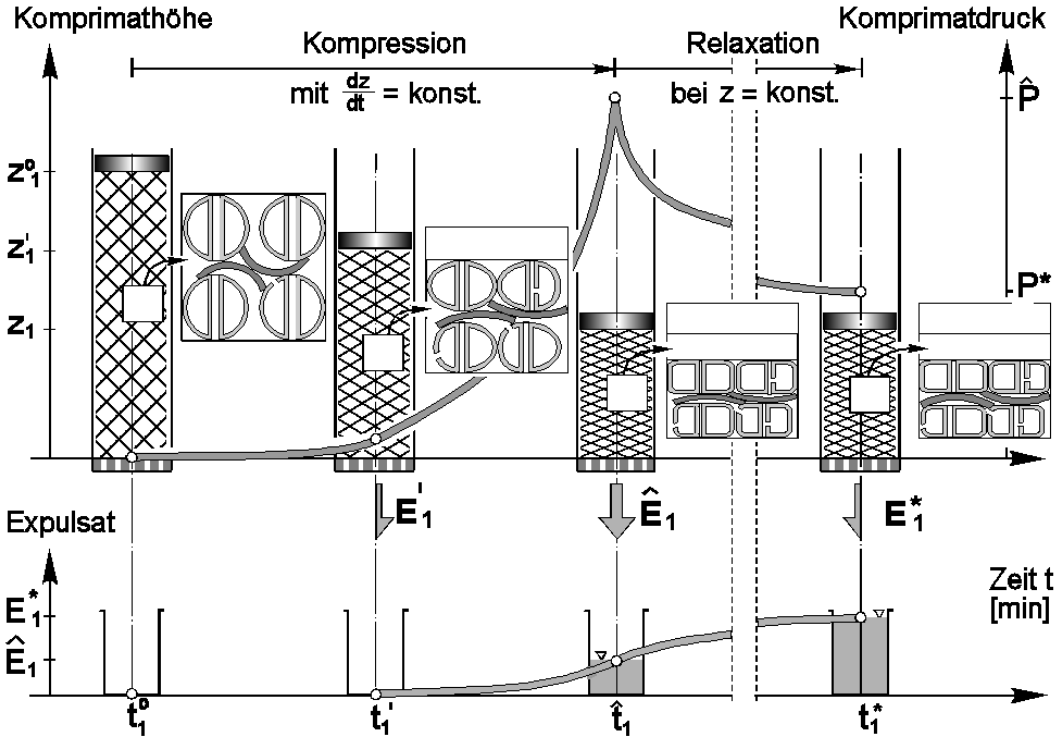


Abb. 2-19: Modellschema einer einstufigen Kompression mit anschließender vollständiger Relaxation eines Rapsbruchs: Druckverlauf p(t) und kumulierter Abfluß E(t) [132]

Die Schüttung wird mit konstanter Kolbengeschwindigkeit von der Ausgangshöhe $z_1°$ auf die Endhöhe z_1 deformiert. Der Komprimatdruck steigt progressiv auf den Maximaldruck $\hat{P}$ an. Danach wird die Kuchenhöhe z_1 konstant gehalten und das System relaxiert bis zum Gleichgewichtsdruck P*. Parallel zum Druck-Zeit-Verlauf ist die kumulierte Expulsatmenge E aufgetragen. Der Ölaustritt beginnt zur Zeit t_1': Die Expulsatmenge nimmt bis zur Maximaldeformation progressiv zu und steigt bei Relaxation degressiv auf die Gesamtmenge E_1*. Die zeitlichen Verläufe von Preßkraft bzw. Preßdruck und Expulsatmenge sind zwei phänomenologische, also ´äußere´ Merkmale des Preßvorgangs. Als ´inneres´ Merkmal muß die Veränderung des Komprimats in

die Betrachtung einbezogen werden. In der Abb. 2-19 sind die Zustände zu den Zeiten $t_1°$, $t_1´$, $\hat{t}_1$ und t_1* zunächst skizzenhaft eingezeichnet. Nachfolgend werden hypothetische Ansätze für die Zustände an den vier markierten Zeitpunkten beschrieben.

Komprimatzustände

Abb. 2-20(a) beschreibt den Grundzustand der Schüttung zur Zeit t° als Startpunkt der Kompression. Der Zeitpunkt t´ (Abb. 2-20(b)) wird durch den ersten festzustellenden Ölaustritt am Seiher als Startpunkt des Expulsatstroms definiert. Zunächst wird die Schüttung verdichtet und Luft aus den externen Komprimat-Kapillaren ausgetrieben. Die Wand/Membran-Systeme werden deformiert; infolge des steigenden Zellinnendrucks, dem noch kein Fluiddruck in den Komprimat-Kapillaren entgegenwirkt, platzen Speichervolumina auf. Die sich verengenden Partikel- und Komprimat-Kapillaren füllen sich zunehmend mit Fluid aus den Speichern. Es ist nun anzunehmen, daß der Ölabfluß aus dem Seiher bereits beginnt bevor die gesamte Schüttungsluft ausgetrieben wurde. Die steigenden Zellinnendrücke stabilisieren das Wand/Membran-System und damit die Geometrie der nicht geöffneten Speichervolumina. Das Gerüst der reinen Feststoffmatrix wird dadurch gestützt und die Kompressionsspannung des Feststoffs erhöht; der Druck in der Feststoffmatrix ist größer als der externe Fluiddruck. Wurde die Permeabilität des Wand/Membran-Systems durch Konditionierung verändert und/oder die Speichervolumina vor dem Pressen mechanisch aufgeschlossen, so ist die Spannung der Feststoffmatrix zum Zeitpunkt $t_1´$ (Beginn des Fluidaustritts) reduziert [94, 116].

Im Preßabschnitt mit Ausfluß, d. h. in der Zeit $t > t´$, erfolgt das Auspressen des Expulsats aus den externen Kapillaren über den Seiher. Der Aufschlußgrad der Speichervolumina wird durch die weitere Deformation bis zur Zeit $\hat{t}$ erhöht, den Zellinnendrücken wirkt jedoch jetzt ein stabilisierender Außendruck in den Komprimat-Kapillaren entgegen. Die Abmessungen der externen und internen Kapillaren werden durch die fortgeführte Deformation reduziert, wodurch sich der Filtrationswiderstand und damit der Druckverlust des im Komprimat strömenden Fluids erhöht. Der Anteil des externen Fluiddrucks am Komprimatdruck nimmt zu und übersteigt bei der Maximaldeformation deutlich den Druck der Feststoffmatrix. Die kompressiblen Komponenten Hüllen und Restluft werden weiter komprimiert und tragen zu den elastischen Rückstellkräften bei. Infolge der Plättchengeometrie der Hüllen werden besonders bei horizontaler Ausrichtung die Abflußwege versperrt und damit der Filtrationswiderstand erhöht. Am Ende der Kompression zur Zeit $\hat{t}$ (Abb. 2-20(c)) erreicht die Ausflußrate ihr Maximum und die Schüttungsluft in den Kapillaren ist zum größten Teil ausgetrieben; im Komprimat verbleibt ein vom Grad der Kompression abhängiger Restluftanteil.

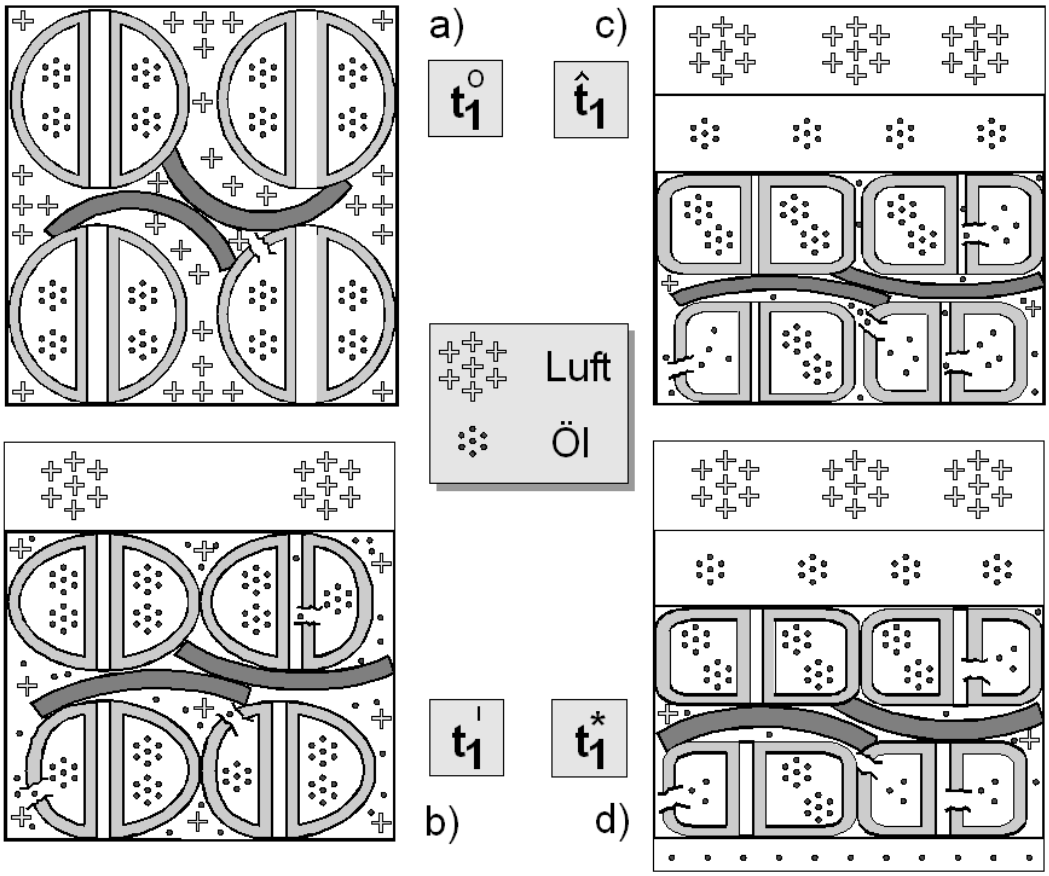


Abb. 2-20: Modellierte Komprimatzustände: a) $t_1°$: zu Beginn der Kompression; b) $t_1´$: zu Beginn des Ölaustritts; c) $\hat{t}_1$: am Ende der Kompression; d) t_1* : am Ende der Relaxation [132]

Nach Kolbenstillstand zur Zeit $\hat{t}$ relaxiert das Komprimat vollständig bis auf einen Gleichgewichtsdruck P* zur Zeit t* (Abb. 2-20(d)). Weil im relaxierten Zustand sämtliche Fluiddrücke abgebaut sind, wird dieser rein elastische Relaxationsdruck nur von der Feststoffmatrix aufgebracht. Die Relaxation des Drucks wird aufgrund der vorhandenen Druck- und Porositätsgradienten im wesentlichen durch den Ausgleich der äußeren Flüssigkeit im externen Kapillarsystem verursacht. Der Fluidausgleich über die Komprimathöhe ermöglicht anschließend interne Bewegungen der Feststoffmatrix, die zu einer Reduzierung des Porositätsgradienten durch Abnahme der Porosität in Kolbennähe und Zunahme in Seihernähe führen [38]. Kompressible Bestandteile wie Hüllen und Luft können expandieren und verdrängen weiteres Fluid, so daß trotz Volumenkonstanz bei abnehmender Abflußrate Öl austritt. Der Gleichgewichts-Relaxationsdruck wird wesentlich durch den vorhandenen Anteil an noch verschlossenen Speichervolumina bestimmt, bei denen der Zellinnendruck (Turgor) die Feststoffmatrix stützt. Dieser Anteil hängt von der mechanischen und hydro-thermischen Vorbehandlung sowie von der mechanischen Beanspruchung während der Kompres-

sion ab. Bei wiederholter mehrstufiger Kompression und Relaxation in einer Schneckenpresse (vgl. Kap. 2.4.4) werden die kapillaren Abflußwege weiter in ihren Abmessungen reduziert. Der Fluiddruckanteil wird aufgrund der verschlechterten Drainage immer größer und somit für den Preßfortschritt zur limitierenden Größe.

Eine elementare Modellierung dieser detaillierten Betrachtungsweise der biogenen Struktur unter Kompression wird von SCHNEIDER [90] mit der Abb. 2-21 vorgestellt.

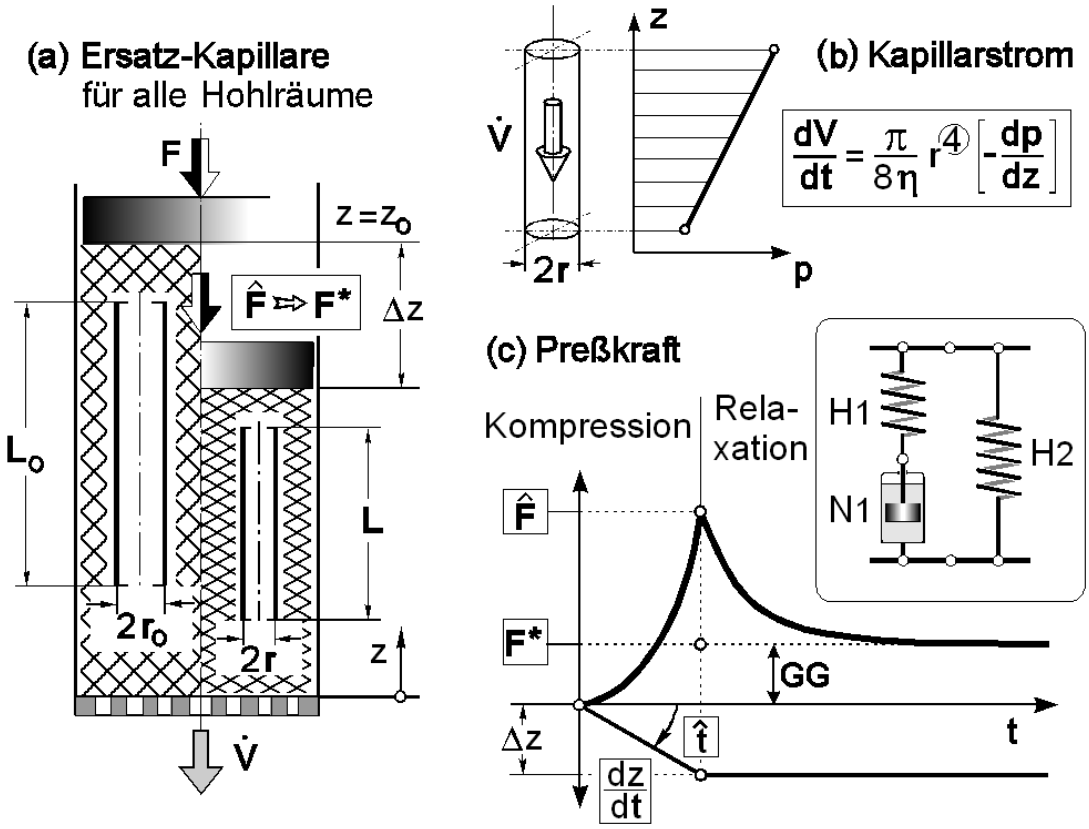


Abb. 2-21: Komprimat-Drainage und Kraftverlauf bei Kompression: (a) Ersatzkapillare, (b) Kapillarstrom, (c) Preßkraftverlauf, [90]

Sämtliche Hohlräume, sowohl die internen der Partikel als auch die externen im Komprimat, sind in einer Ersatz-Kapillare mit dem Radius r_0 und der Länge L_0 zusammengefaßt. Der laminare Volumenstrom dV/dt durch eine Kapillare kann mit der Gleichung von HAGEN-POISEUILLE (vgl. Abb. 2-21) beschrieben werden [9]. Der Kapillarstrom wird bestimmt von der temperaturabhängigen Viskosität des Öls und dem Radius r der Kapillare, die mit der vierten Potenz in den Drainagestrom eingeht.

Bei Kompression um Δz wird der Kapillarradius verengt, die Länge verkürzt und es erfolgt ein von der Kompressions-Geschwindigkeit abhängiger viskositätsdeterminierter progressiver Anstieg der Preßkraft bis zum Kraftmaximum $\hat{F}$ bei $\hat{t}$. Nach dem erreichten Kraftmaximum relaxiert das System bei Δz = konst. unter vollständigem Abbau des Fluiddrucks bis auf eine elastische Gleichgewichtskraft

F* = konst.. Dieses Relaxationsverhalten kann in erster Näherung mit dem rheologischen Verhalten eines um ein paralleles HOOKE-Element erweiterten MAXWELL-Körpers beschrieben werden. SINGER [103] vergleicht die Strömungsverhältnisse im Komprimat bei der Pressung von Ölsaaten mit den Vorgängen beim Filtrieren durch Kapillaren, die ebenfalls mit der Gleichung von HAGEN-POISEUILLE mathematisch beschrieben werden können. Die Ölausbeute kann durch Erhöhung des Drucks, des Kapillardurchmessers und der Preßdauer sowie durch Verminderung der Viskosität und der Kapillarlänge gesteigert werden. Der Preßdruck soll zu Beginn des Ölausflusses schnell ansteigen, dann aber nur langsam weiter zunehmen. Bei Überschreiten des optimalen Drucks werden die Kapillardurchmesser soweit verringert und die Oberflächen- und Kapillarkräfte so groß, daß der Ölausfluß, der sich als dünnes Häutchen auf der Oberfläche bildet, gehemmt wird.

2.4.3 Mechanismen der Relaxation

Im Kapitel 2.3.1 wurde die Bedeutung des Relaxationsverhaltens für die internen Vorgänge im Komprimat aus der Wechselwirkung von Feststoffmatrix und Flüssigkeit bereits dargestellt. Ein entsprechendes Verfahren nach MOHSENIN [63] zur mathematischen Beschreibung des Relaxationsverhaltens eines Komprimats auf der Basis eines Multi-MAXWELL-Modells wurde vorgestellt.

Für die Relaxation des Komprimatdrucks bis auf den Gleichgewichtsdruck P* zur Zeit t* lassen sich vier Teilmechanismen postulieren [132]. Neu eingeführt wird der Mechanismus (3), der die modellierten Spezifika des Rapskomprimats (Abb. 2-18) berücksichtigt. Die in der Literatur bereits beschriebenen Teilmechanismen (1), (2) und (4) werden als jeweils alleinwirksame Mechanismen für die Relaxation genannt [5, 65, 93]. Es sprechen jedoch keine überzeugenden Gründe gegen einen Arbeitsansatz, der den oben dargelegten Veränderungen ein simultanes Zusammenwirken dieser vier Mechanismen zugrundelegt. Da sich die Mechanismen jedoch hinsichtlich ihrer Wirkung und Geschwindigkeit unterscheiden, werden sie zu jeweils unterschiedlichen Zeiten dominant. Mit fortschreitender Relaxationszeit summieren sich die Wirkungen der einzelnen Mechanismen, das heißt, der vorausgehenden Kurve wird die Wirkung des nachfolgend dominanten Mechanismus jeweils additiv hinzugefügt. Dies ist in Abb. 2-22 durch die Kurvenverläufe schematisiert dargestellt; die Kurve (4) stellt somit den Relaxationsverlauf für das Zusammenwirken aller vier Teilmechanismen dar. Der erste Mechanismus kann bei ideal elastischer Feststoffmatrix stattfinden; die Mechanismen (2), (3) und (4) beinhalten deren visko-elastisches Verhalten. Anhand der Kurven (1) bis (4) sind die vier Teilmechanismen in der zeitlichen Abfolge ihrer Wirkung zu charakterisieren [132]:

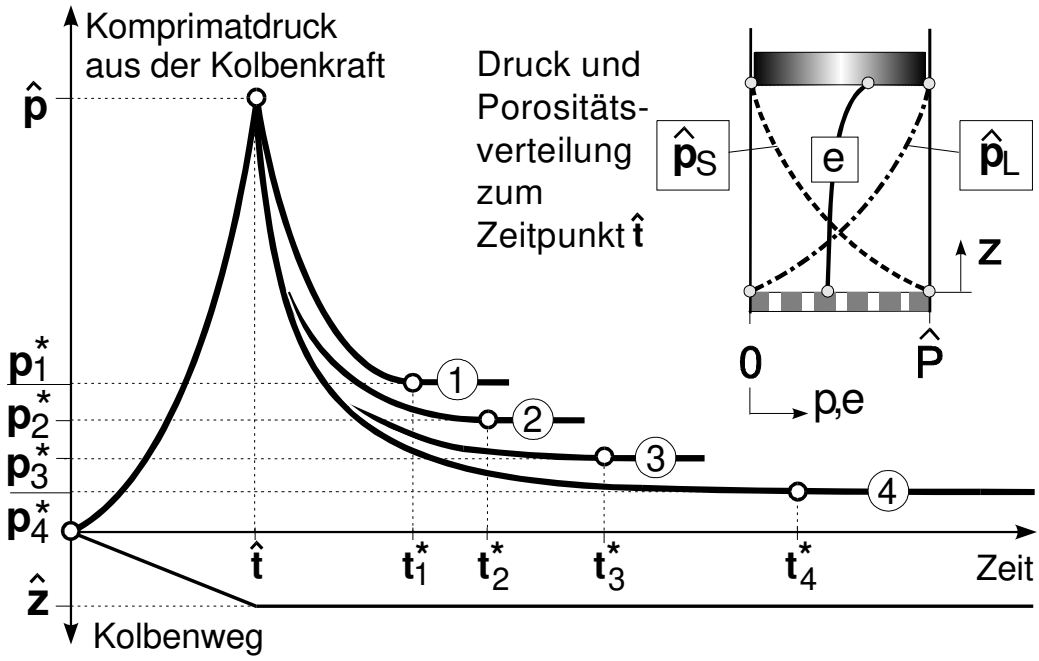


Abb. 2-22: Druckverlauf p(t) für die Teilmechanismen der Relaxation aus: (1) Fluidausgleich in Komprimatkapillaren, (2) Komprimatbewegungen, (3) Abfluß über Partikel-Kapillaren, (4) Permeation über Wand/Membran-System [132]

Kurve (1): Die Druck- und Porositätsgradienten zur Zeit $\hat{t}$ lassen einen Ausgleich und Abbau des äußeren Flüssigkeitsdrucks im externen Kapillarsystem durch Umverteilung der äußeren Flüssigkeit zu [5]. Dieser sehr schnell ablaufende Mechanismus führt zu einer unmittelbaren und deutlichen Abnahme des Komprimatdrucks; der Gleichgewichtsdruck P_1* wird bereits zur Zeit t_1* erreicht.

Kurve (2): Als Folge interner Bewegungen der Feststoffmatrix im Ergebnis der unter Punkt (1) beschriebenen Umverteilung der äußeren Flüssigkeit vergleichmäßigt und reduziert sich die Feststoffspannung [93]. Die Expansion der kompressiblen Komponenten führt trotz der Volumenkonstanz des Preßraums zu weiterem Expulsataustritt. Der gegenüber Pos.1 langsamere Mechanismus reduziert bei verlängerter Relaxationsdauer t_2* den Relaxationsdruck weiter auf P_2*.

Kurve (3): Im Vergleich mit dem teilrelaxierten Fluiddruck in den externen Komprimat-Kapillaren befindet sich das Fluid in den geöffneten Speichervolumina aufgrund der dynamischen Kompression noch unter erhöhtem Druck. In den geöffneten Speichervolumina erfolgt ein Druckabbau durch Abfluß der inneren Flüssigkeit über das interne Partikel-

Kapillarsystem. Infolge des hohen Druckverlusts in den engen Kapillaren ist dieser Mechanismus langsam und die Relaxationsdauer verlängert sich auf t_3* bei einem niedrigeren Gleichgewichtsdruck P_3*.

Kurve (4): Der Deformationszustand der noch vorhandenen verschlossenen Speichervolumina führt zu einem erhöhten Druck des eingeschlossenen Fluids. Der Druckabbau in verschlossenen Speichervolumina resultiert aus der Permeation der inneren Flüssigkeit über das Wand/Membran-System [65, 93]. Dieses ist im nativen Zustand für das Fluid nicht permeabel und wird es erst unter Deformationsdruck durch Dehnung. Daraus folgt eine vom Anteil der verschlossenen Speichervolumina abhängige deutlich verlängerte Relaxationsdauer t_4* und ein niedrigerer Relaxationsdruck P_4*.

Zur phänomenologischen Modellierung des Komprimatverhaltens im Zustand der Maximaldeformation und der anschließenden Relaxation bis zur Zeit t wird in dieser Arbeit entsprechend den Ausführungen in Kapitel 2.3 ein Multi-MAXWELL-Modell angesetzt. Die Relaxations-Mechanismen in ihrer Gesamtheit können nur bei einer Relaxationsdauer ermittelt werden, die eine vollständige Relaxation bis auf P* ermöglicht. Schließt sich an eine Relaxationsphase eine nachfolgende Kompressionsphase an bevor der Gleichgewichts-Relaxationsdruck P* erreicht wurde, können nicht alle Relaxations-Mechanismen ermittelt werden. Die konkrete Quantifizierung der zuvor beschriebenen Relaxationsverläufe anhand der in Kapitel 4.1.3 gezeigten Ergebnisse von Versuchen mit entsprechend langer Relaxationsdauer erfolgt nach der in Kapitel 2.3 vorgestellten Methode "successive residuals" [63]. Die in erster Näherung ermittelten Parameter wurden anschließend durch ein numerisches Näherungsverfahren rechnergestützt optimiert. Die ermittelte Anzahl an MAXWELL-Körpern wird mit den zuvor postulierten Relaxations-Mechanismen korreliert.

2.4.4 Transformation Schneckenpresse - Linearpresse

Der Preßvorgang in einer technischen Schneckenpresse wird durch die Wechselwirkung von komplexen Geometrie- und Bewegungsverhältnissen und der Komprimat-Rheologie beeinflußt (vgl. Kap. 2.1.3). Um eine objektive Ermittlung des reinen Komprimatverhaltens zu ermöglichen, muß das wechselwirkende Gesamtsystem

Schneckenpresse/Komprimat-Rheologie entkoppelt werden. Ziel ist also die, von den Kompressions- und den Material-Parametern abhängige, experimentelle Bestimmung der Komprimat-Rheologie unter vereinfachter Geometrie aber mit einer zur Schneckenpresse möglichst ähnlichen Beanspruchung. Führungsgröße in der Schneckenpresse ist die Kompression, als Folgegröße ergibt sich der Komprimatdruck.

Im Regelfall stellen Schnecken-Geometrien eine Abfolge von Kompressions- und Relaxations-Elementen dar (vgl. Kap. 2.1.3). Abb. 2-23 zeigt ein Modell einer vierstufigen Presse.

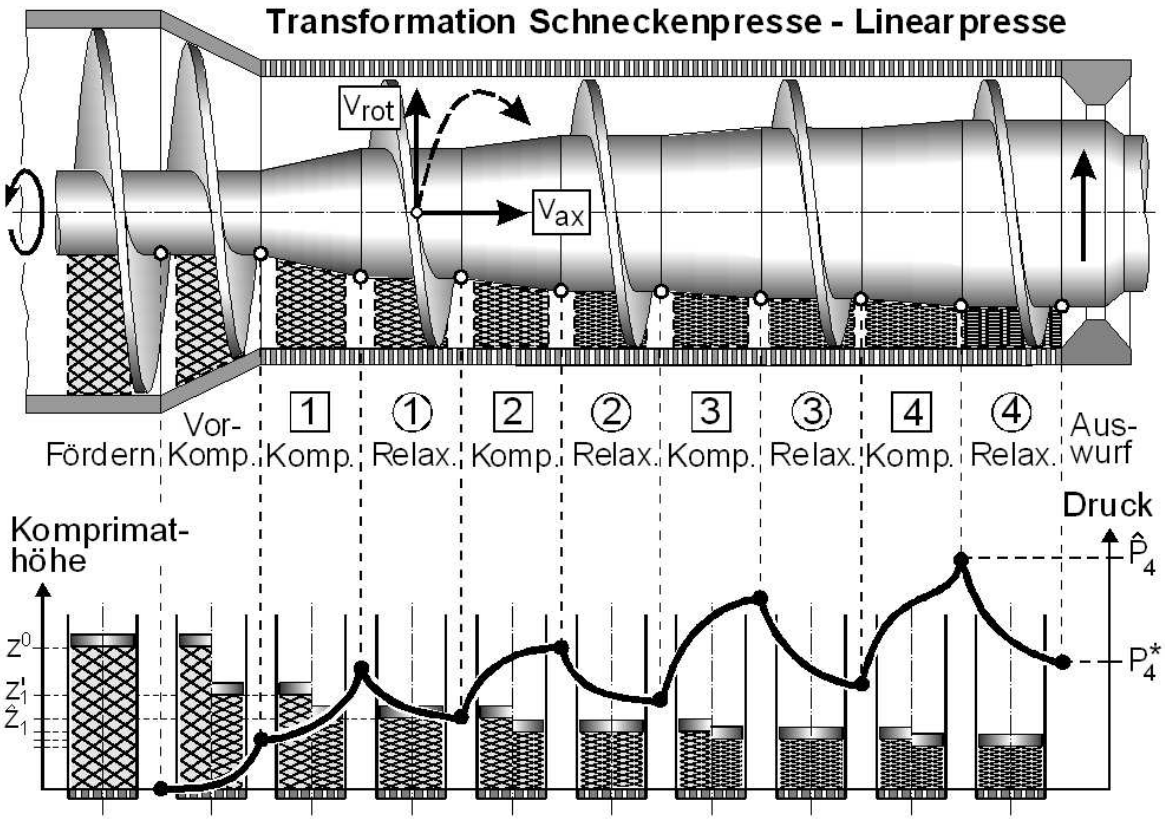


Abb. 2-23: Übertragung der Kompressionsverhältnisse von der Schneckenpresse auf die Zylinder/Kolben-Geometrie (Linearpresse) [133]

In dem gezeigten Modell findet die Vorkompression durch einen Konus statt, der den großen Durchmesser im Einzugsbereich auf den kleineren Seiherdurchmesser reduziert. Durch die Vorkompression wird der größte Anteil der Schüttungsluft ausgetrieben und der Ölabfluß kann direkt zu Beginn des Seihers erfolgen. Die Vorkompression kann alternativ auch über eine starke Kernprogression der Einzugsschnecke erfolgen.

Die reale Komprimatbewegung als komplexe Helixbewegung ist die Folge von zwei sich überlagernden Geschwindigkeitskomponenten: die Rotation des Materials mit der

Geschwindigkeit v_{rot} als Folge der rotierenden Schnecke und der Vorschub in axialer Richtung mit der Geschwindigkeit v_{ax} als Folge der rotierenden Schneckenhelix mit dem Steigungswinkel γ. Die Anteile der Geschwindigkeitskomponenten sind von den in Abb. 2-5 dargestellten Reibungskräften des Komprimats an der Schneckenhelix R_H und dem Stabseiher R_S abhängig.

Zur Simulation dieser mehrstufigen Preßvorgänge wird in erster Näherung die Geometrie, d.h. der Abstand von Seiher zu Schneckenkern auf die Linearpresse (Zylinder/Kolben-Geometrie) übertragen. Vereinfachend wird eine konstante axiale Geschwindigkeit angenommen, wodurch sich bei geometrisch gleich langen Kompressions- und Relaxations-Elementen der Schnecke auch zeitlich gleich lange Kompressions- und Relaxationsphasen ergeben.

Wie Abb. 2-24 darstellt, wird das betrachtete Volumenelement nicht entsprechend der Zunahme des Schneckenkern-Durchmessers komprimiert. Weil keine festen Systemgrenzen wie bei einer Zylinder-Kolben-Geometrie gegeben sind, kann das Komprimat der durch die Schneckengeometrie vorgegebenen radialen Kompression zum Teil ausweichen. In axialer Richtung beschränken nur die unter dem Winkel γ angestellten Schneckenstege mit der Gangweite (Abstand zweier Schneckenstege in axialer Richtung) das Komprimat. In Umfangsrichtung beschränken ebenfalls nur die Schneckenstege mit dem Winkel $(90° - \gamma)$ das Komprimat. Das Komprimat ist also in der Lage, eine radial aufgezwängte Kompression teilweise in horizontales Fließen in der Schneckenkernebene umzusetzen. Der Komprimatzustand mit seinen rheologischen Eigenschaften beeinflußt daher in zweifacher Hinsicht selbst den Anteil der radialen und axialen Kompression:

- Über die resultierenden Normalkräfte (elastische Rückstellkräfte) des Komprimats werden an Seiher und Schneckenkern die Reibungsverhältnisse und damit auch die Komprimatbewegung (Förderwinkel) festgelegt.
- Die Textur und die rheologischen Eigenschaften des Komprimats bestimmen auch über das Horizontaldruckverhältnis und die visko-plastischen Eigenschaften den Anteil der in horizontales Fließen umgesetzten radialen Kompression.

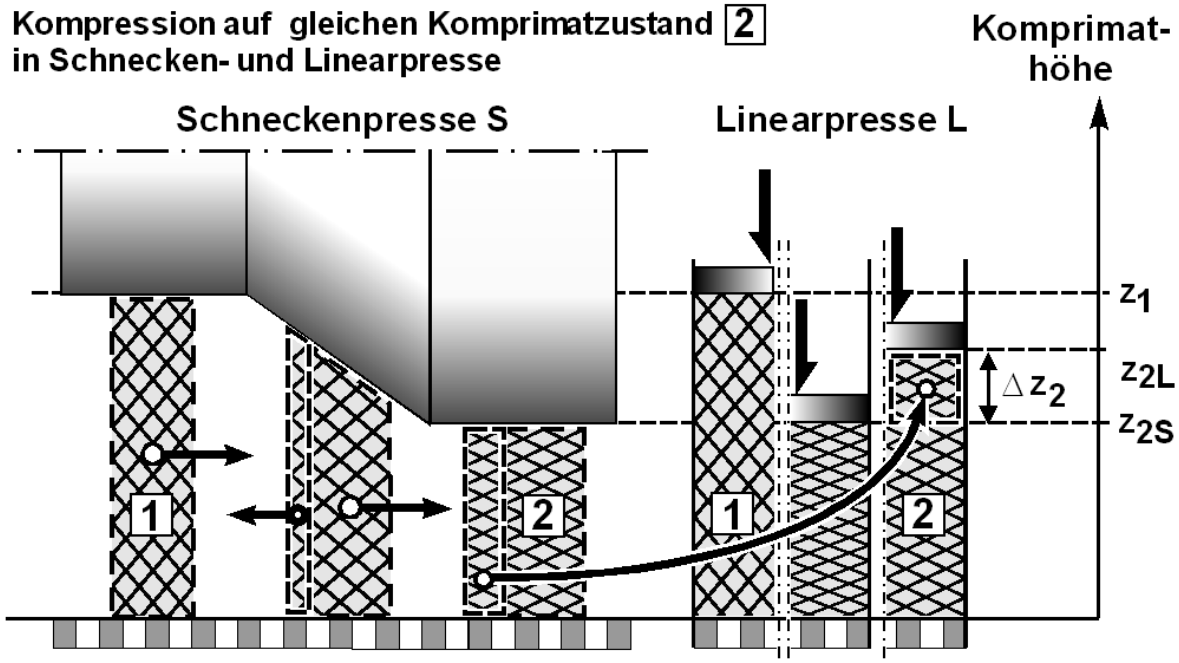


Abb. 2-24: Übertragung und Anpassung der Kompression im Schneckenkanal auf die Zylinder-Kolben-Geometrie

Bei Kompression in der Linearpresse auf die gleiche Komprimathöhe z_{2S} wie in der Schneckenmaschine würde das Material stärker komprimiert, da es aufgrund der festen Systemgrenzen nicht radial ausweichen kann. Um annähernd die gleichen Kompressionszustände simulieren zu können, muß eine Korrektur der Komprimathöhen in der Linearpresse unter Kenntnis der wahren Komprimatbewegung über die ganze Schneckenlänge vorgenommen werden, die aus der Interaktion von Schnecken-Geometrie und Komprimat-Eigenschaften resultiert. Bei Variation der Material-Parameter und damit der Komprimat-Rheologie würden sich zwangsweise jeweils unterschiedliche Kompressions-Parameter ergeben. Ziel der Untersuchungen ist jedoch die Entkopplung von Geometrie und Rheologie. Aus Vorversuchen wird eine pauschale Höhenkorrektur ermittelt, die zur Einhaltung des realistischen Druckniveaus der Schneckenpresse führt (vgl. Kap. 3.3.2). Zur geometrieunabhängigen Ermittlung des Kompressionsverhaltens von Rapskomprimaten unter Variation der Material-Parameter werden in der Linearpresse alle Versuche mit den gleichen Kompressions-Parametern durchgeführt (vgl. Kap. 3.3.3). Die mehrstufige Kompression als ein wesentliches Merkmal der Beanspruchung in der Schneckenpresse wird auch im Linearpreßversuch realisiert.

2.5 Terminologie, Symbolik und Zielsetzung

2.5.1 Terminologie und Symbolik

Die gezeigten Modellvorstellungen zur einstufigen Kompression (vgl. Kap. 2.4.2) werden nun um die Modellvorstellungen für die mehrstufige Kompression zur Simulation der Preßvorgänge in der Schneckenpresse erweitert. Anhand der Abb. 2-25 wird die Terminologie und Symbolik für die mehrstufige Kompression in einer Zylinder/Kolben-Geometrie (Linearpresse) hinsichtlich der Bezeichnungen für die Kompressions-Parameter festgelegt.

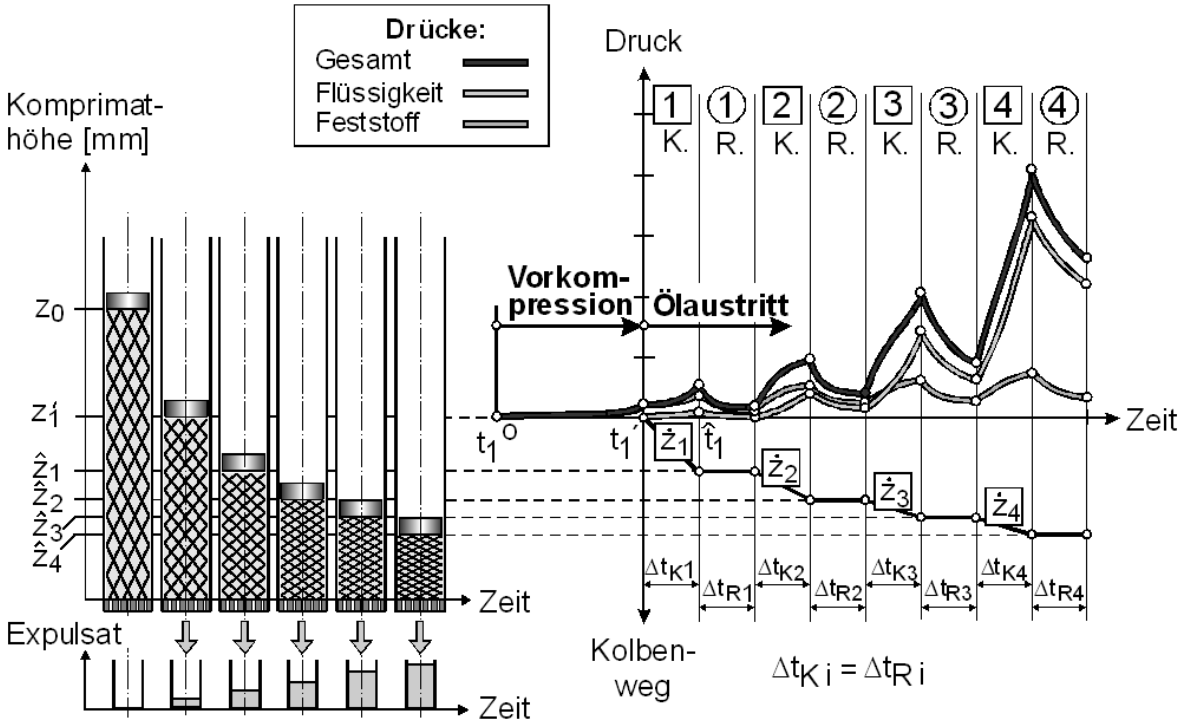


Abb. 2-25: Kompressions-Parameter und Druckverlauf für einen vierstufigen Preßversuch in einer Zylinder/Kolbengeometrie zur Simulation der Kompressionsvorgänge in einer Schneckenpresse [133]

Der mehrstufige Preßvorgang ist eine Abfolge von charakteristischen Zeitabschnitten mit den entsprechenden Kompressions-Parametern, die für die einstufige Kompression bereits mit Abb. 2-19 eingeführt wurden und nachfolgend zusammenfassend in Tabelle 2-3 dargestellt sind. Die Indizierung mit den Symbolen Null, Strich, Dach und Stern bezeichnet die signifikanten Positionen im Kompressions- und Relaxationsverlauf.

Tabelle 2-3: Charakteristische Zeitpunkte im mehrstufigen Linear-Preßversuch

Zeit-punkt	Beschreibung der Vorgänge und Kompressions-Parameter
t_1^o	Beginn der Vorverdichtung. Die Kolbenstirnfläche hat Kontakt mit der Schüttungsoberfläche. Beginn der Vorverdichtung von der Komprimathöhe z_1^o auf z_1' mit der konstanten Geschwindigkeit $\dot{z}_1^o$ bis auf den Komprimatdruck P_1'.
t_1'	Ende der Vorverdichtung bei einer Komprimathöhe von z_1'. Beginn des Ölaustritts (Oil-Point OP). Start der 1. Kompressionsstufe von der Komprimathöhe z_1' auf z_1 mit konstanter Geschwindigkeit $\dot{z}_1$.
$\hat{t}_1$	Ende der 1. Kompressionsphase. Es stellt sich der Spitzendruck $\hat{P}_1$ bei einer Komprimathöhe von z_1 ein. Beginn der 1. Relaxationsphase bei konstanter Komprimathöhe z_1.
t_1^*	Wird die Relaxationsphase der 1. Stufe nicht unterbrochen, stellt sich nach vollständiger Relaxation bei z_1= konst. ein Gleichgewichtsdruck P_1^* ein.
t_2	Ende durch Abbruch der Relaxationsphase der 1. Stufe. Der Komprimatdruck ist auf P_{1R} relaxiert. Start der 2. Kompressionsstufe von der Komprimathöhe z_1 auf z_2 mit konstanter Geschwindigkeit $\dot{z}_2$.

Für weitere Kompressionsstufen j = 1 bis n erhöhen sich nur die Laufindizes der Kompressionszeiten und -parameter und der Komprimatdrücke: $t_j, \hat{t}_j, z_j, \hat{z}_j, \dot{z}_j, \hat{P}_j, P_{jR}, P_j^*$.

Die Definitionen der Kompressions-Parameter des mehrstufigen Preßvorgangs sind in Tabelle 2-4 aufgeführt.

Bei der Vorkompression handelt es sich um die Kompression einer lockeren Schüttung mit einem hohen Luftanteil. Die Schüttungshöhe ist stark von der Vorbehandlung des Materials abhängig; insbesondere durch Flockierung und unterschiedliche Hüllengehalte wird die Schüttungsdichte stark variiert. Es wird daher von einer variablen Schüttungshöhe z^o mit einheitlicher Kompressions-Geschwindigkeit auf eine einheitliche Komprimathöhe z_1' komprimiert, die den ersten Ölaustritt über den Seiher markiert (Oil-Point). Die Kompressionszeit der Vorverdichtung ist von der Schüttungshöhe abhängig. Um alle Kompressionsversuche miteinander vergleichen zu können, wird die Zeitmessung erst nach Erreichen der Komprimathöhe z_1' gestartet. Die Komprimathöhe z_1' wird als Ausgangshöhe z_A für den mehrstufigen Preßversuch definiert, auf den sich alle Kompressions-Parameter beziehen. Die Komprimathöhe z_n nach n Kom-

pressionsstufen wird als Komprimatendhöhe z_E definiert.

Tabelle 2-4: Kompressions-Parameter eines mehrstufigen Preßvorgangs in einer Zylinder/Kolben-Geometrie

Parameter	Bezeichnung	Berechnung
z_j [mm]	Komprimathöhe	Abstand: Kolbenstirnfläche - Seiher
Δz_j [mm]	Kolbenweg	$\Delta z_j = z_j - z_{j+1}$
Δz_{ges} [mm]	Gesamtkompression	$\Delta z_{ges} = z_A - z_E$
Δt_{Kj} [s]	Kompressionsdauer	$\Delta t_{Kj} = \Delta t_{ges} / 2n$
Δt_{Rj} [s]	Relaxationsdauer	$\Delta t_{Rj} = \Delta t_{ges} / 2n$
Δt_{ges} [s]	Gesamtpreßdauer	$\Delta t_{ges} = \sum_{j=1}^{n} (\Delta t_{Kj} + \Delta t_{Rj})$
$\dot{z}_j$ [mm/min]	Stufenkompressions-geschwindigkeit	$\dot{z}_j = \frac{\Delta z_j}{\Delta t_{Kj}}$
KG_j [%]	Stufenkompressionsgrad	$KG_j = \frac{\Delta z_j}{\Delta z_{ges}}$

Die Ergebnisse der Versuche unter Variation der Kompressions-Parameter werden analog zu Abb. 2-25 dargestellt. In den Diagrammen werden oberhalb der Zeitachse die Komprimatdrücke (Feststoff-, Fluid- und Gesamtdruck) als Folgegrößen der unterhalb der Zeitachse dargestellten Führungsgröße Kolbenweg abgebildet. Der verfahrene Kolbenweg wird nach der Vorverdichtung der Materialschüttung dargestellt. Dabei ist die Steigung in den Kompressionsabschnitten ein Maß für die Vorschubgeschwindigkeit. Weist die Kinetik des Gesamtkomprimatdrucks in den Kompressionsphasen zu Beginn einen degressiven Anstieg auf, der während der weiteren Kompression in einen progressiven wechselt, kann durch zweifache Differentiation ein Wendepunkt WP_j ermittelt werden. Aus dem Kompressionsweg des Kolbens und der am Kolben anliegenden Kraft kann die Kompressionsarbeit W_j jeder Stufe und die Gesamtkompressionsarbeit W_{ges} aller Stufen berechnet werden.

2.5.2 Zielsetzung

Um das Kompressionsverhalten von schalenreduzierter Rapssaat umfassend beurteilen zu können, sind verschiedene Untersuchungen vorzunehmen. Die grundlegenden Vorgänge im biogenen Komprimat während der Kompression und der Relaxation sind durch eine geeignete Versuchstechnik experimentell zu ermitteln und meßtechnisch zu belegen. Mit einer leistungsfähigen Versuchstechnik unter Kenntnis der grundsätzlichen Vorgänge im Komprimat kann der Einfluß eines varianten Hüllengehalts auf die essentiellen Eigenschaften Rückstellkraft und Drainage unter Variation

- der Kompressions-Parameter (Vorschub, Geschwindigkeit, Relaxationsdauer, mehrstufige Kompression),
- der Komprimatparameter (Wassergehalt, Temperatur),
- der mechanischen Saataufbereitung (Aufschlußgrad) und
- der hydro-thermischen Konditionierung (Wassergehalt, Temperatur, Dauer)

ermittelt werden. Die dazu erforderlichen Versuche lassen sich in drei Versuchsgruppen mit unterschiedlichem Charakter einteilen:

1. Versuche unter Variation der Kompressions-Parameter, einerseits zur Ermittlung des grundsätzlichen Einflusses auf die Komprimat-Rheologie und andererseits zur Annäherung (Simulation) der realen Kompressions-Parameter in einer Schneckenpresse mit konstanten Material-Parametern.
2. Versuche unter Variation der Material-Parameter bei konstanten Kompressions-Parametern zur Bestimmung der materialabhängigen Komprimat-Rheologie.
3. Versuche zur direkten experimentellen Bestimmung der Komprimat-Drainage unter Variation der Material-Parameter.

Die Ergebnisse aller in der Linearpresse durchgeführten Versuchsreihen sollen in der Summe das biogene Komprimat Schälraps bezüglich Rückstellkraft und Drainage charakterisieren. Zwischen den experimentellen Ergebnissen und der Anatomie und Struktur des Materials soll ein plausibler Bezug hergestellt werden.

Nachfolgende Versuche auf Schneckenpressen mit den bereits dargelegten komplexen Geometrie- und Bewegungsverhältnissen sollen durch Kenntnis der Komprimat-Rheologie unter definierten Kompressionsbedingungen besser interpretierbar werden.

3 Versuchstechnik

3.1 Versuchsmaterial und Materialbehandlung

3.1.1 Material-Charakterisierung

Fett- und Hüllengehalt

Als Versuchsmaterial wurde Winterraps (Brassica napsus, Doppel-Null-Qualität) eingesetzt. Aufgrund des umfangreichen mehrjährigen Versuchsprogramms mußte Material aus unterschiedliche Ernten verwendet werden. Die Saaten wurden nach der DGF-Einheitsmethode (DGF B-I 5 (87)) hinsichtlich Gesamtfett, Fettgehalt der Schalen und des Kernfleisches analysiert. Die Analysen aller verwendeten Saaten, Saatkomponenten und schalenreduzierter Fraktionen sind in Tabelle 3-1 dargestellt.

Tabelle 3-1: Analysen der verwendeten Rapssaaten: xC_S-Fettgehalt der Saat; xC_{KF}-Fettgehalt des Kernfleisches; xC_H-Fettgehalt der Hüllen; xH_S-Hüllengehalt der Saat; xC_{SR}-Fettgehalt des Schälrapses; xH_{SR}-Hüllengehalt des Schälrapses; alle Gehalte auf Trockenmasse [% drb] bezogen

Saat/Ernte [Jahr]	xC_S [%]	xC_{KF} [%]	xC_H [%]	xH_S[#] [%]	xC_{SR} [%]	xH_{SR}[##] [%]
95	47,5	56,9	9,3	19,7	53,6	7,0
96	47,2	54,6	9,0	16,4	53,2	3,0
97	47,8	55,8	9,5	17,1	54,2	3,4
98	48,0	55,5	9,6	15,1	53,7	3,7

[#] Berechnet nach (3-1), [##] berechnet nach (3-2)

Die Hüllengehalte der ganzen Saat xH_S und des Schälrapses xH_{SR} werden anhand der Fettgehalte für Kernfleisch, Hüllen und ganze Saat bzw. Schälraps mit Gleichung (3-1) und (3-2) berechnet.

$$xH_S = \frac{xC_{KF} - xC_S}{xC_{KF} - xC_H} \cdot 100\,[\%\ \text{db}] \qquad (3\text{-}1)$$

$$xH_{SR} = \frac{xC_{KF} - xC_{SR}}{xC_{KF} - xC_H} \cdot 100\,[\%\ \text{db}] \qquad (3\text{-}2)$$

Dichte und Viskosität von Rapsöl

Dichte und Viskosität sind zwei temperaturabhängige Größen. Letztere hat einen starken Einfluß auf den Strömungswiderstand des abzupressenden Öls. Die Viskosität η (vgl. Tabelle 3-2) des Rapspreßöls wurde für alle Versuchstemperaturen zwischen 30 und 90 °C mit einem Haake-Präzisions-Kugelfall-Viskosimeter ermittelt. Die Dichte des Rapspreßöls wurde für die gleichen Temperaturen mit der Dichtewaage nach Mohr vermessen. Beide Stoffwerte sind in Tabelle 3-2 und in Abb. 3-1 dargestellt.

Tabelle 3-2: Temperaturabhängige Viskosität und Dichte von Rapspreßöl

T [°C]	**η** [Pa s*10^{-3}]	**ρ** [g/cm³]
30	46,5	0,9100
50	22,51	0,8975
70	13,01	0,8840
90	8,34	0,8715

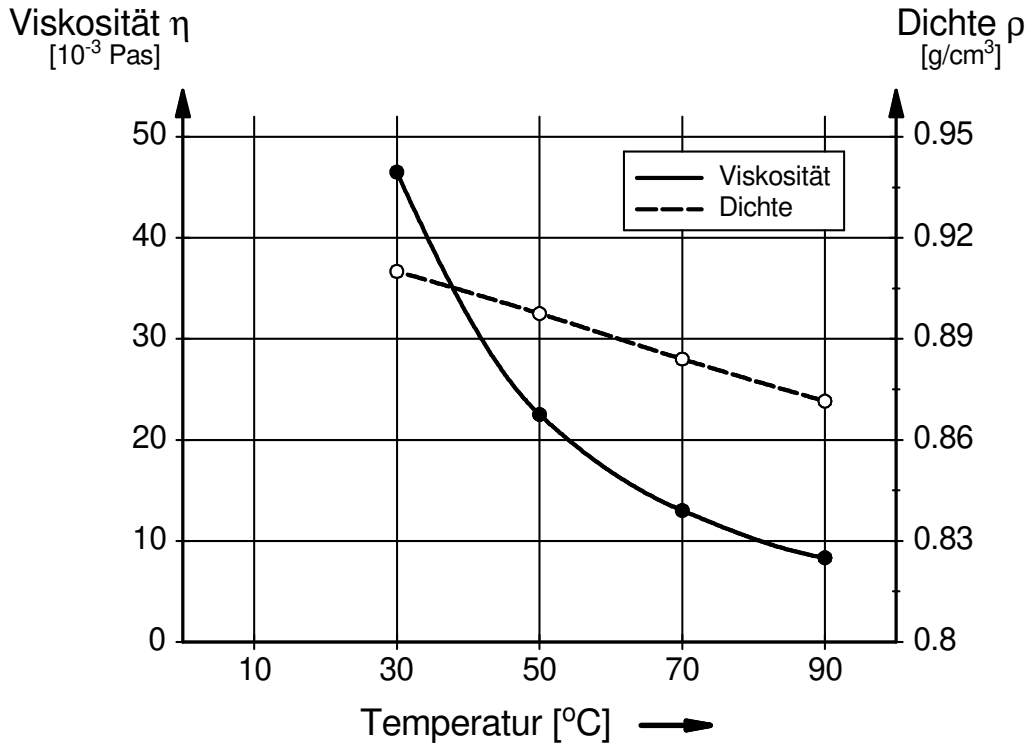


Abb. 3-1: Temperaturabhängigkeit der Viskosität und der Dichte von Rapspreßöl

3.1.2 Gewinnung von schalenreduzierter Rapssaat

Schälverfahren

Schalenreduzierte Rapssaat als Versuchsmaterial wurde nach dem von SCHNEIDER [83, 84] vorgestellten Schälverfahren hergestellt. Das Schälprinzip berücksichtigt die anatomischen Spezifika der Rapssaat (vergl. hierzu auch Abb. 2-6): die drei Fleisch-Elemente des Saat-Embryos (die beiden Keimblätter sowie die Keimwurzel) sind nur in einem eng lokalisierten Bereich untereinander verbunden. Wird das Rapssaatkorn im Walzenspalt in einem definierten Verhältnis zum Korndurchmesser verformt, löst sich der Embryoverbund und die spröde Saathülle platzt auf. Durch den Bruch der eng lokalisierten Verbindungsstelle tritt aus den Keimblättern nur eine unwesentliche Menge Öl aus, die das nachfolgende Sortieren des Bruchgemisches aus Hüllen-Fragmenten und Kernfleisch-Partikeln nicht behindert.

Für eine optimale Schälung ist ein Wassergehalt von ca. 5 % erforderlich, der durch Lagerung bei entsprechenden klimatischen Bedingungen eingestellt wird. Zur Produktschonung (Denaturierung, Enzymaktivierung) wird eine thermische Trocknung vermieden.

Die klassierte Saat (∅ 1,6 - 2,5 mm) wird auf Glattwalzen in ein Bruchgemisch zerlegt. Verwendet wird ein Variostuhl der Firma Bühler-Miag. Das Bruchgemisch wird anschließend auf einer Allgaier-Taumelsiebmaschine (Typ ATS 600/3) in vier Fraktionen klassiert.

Die Fraktion 0,4 bis 1,6 mm (Sortierbruch) wird durch Windsicht-Sortieren auf einem Labor-Zickzacksichter in Hüllen und Kernfleisch getrennt [84]. Die Hüllenfraktion mit geringem Anteil an Kernfleisch-Feinbruch wird im Overflow durch einen Zyklon aus der Luft abgeschieden; das Kernfleisch mit Resten an Hüllenfragmenten sammelt sich im Underflow und diente als Ausgangsmaterial (vgl. Tabelle 3-1) für die Experimente. Die Lagerung des Schälrapses erfolgte in verschlossenen Behältern bei Raumtemperatur.

Einstellung des gewünschten Hüllengehalts

Um den Hüllengehalt der durch Schälung gewonnenen Schälrapsfraktion auf bestimmte höhere Werte einzustellen, werden reine Hüllen zugemischt. Da für alle Luftfeuchten die Hüllen einen deutlich höheren Gleichgewichtswassergehalt als das Kernfleisch haben (vgl. Kap. 2.2.3), wird der Hüllengehalt immer auf Trockenmasse bezogen angegeben. Der schalenreduzierten Saat mit bekanntem Hüllengehalt xH_{SR} und Wassergehalt xW_{SR} werden reine Hüllen mit einem Wassergehalt xW_H zugemischt. Durch die Zumischung der Hüllenfraktion wird der integrale Wassergehalt der Mischung bei

konstantem Wassergehalt xW_{SR} des schalenarmen Ausgangs-Schälrapses geringfügig erhöht. Die Einstellung des integralen Wassergehalts der Mischung nach dem Zumischen der Hüllenfraktion auf den Wassergehalt des Ausgangs-Schälrapses würde zu einem niedrigeren Wassergehalt der Kernfleischfraktion führen. Damit wäre neben dem Hüllengehalt ein weiterer Material-Parameter variiert und die isolierte Ermittlung der Einflußgröße Hüllengehalt nicht möglich. Die Kernfleischfraktion reagiert in ihrem rheologischen Verhalten deutlich sensibler auf die Variation des Wassergehalts als die Hüllenfraktion.

3.1.3 Mechanische und hydrothermische Materialbehandlung

Einstellung des Wassergehalts

Der Wassergehalt xW des Versuchsmaterials ist eine wichtige Kenngröße für das rheologische Verhalten des Komprimats. Um eine gleichmäßige Verteilung des Wassers im Material zu gewährleisten, erfolgt die Einstellung des Wassergehalts rein sorptiv. Die analytische Bestimmung der Wassergehalte erfolgt mit einem HAG-Gerät der Firma Brabender. Die Trocknung der Materialprobe erfolgt bei einer Temperatur von 105 °C bis zum Massengleichgewicht.

Die Einstellung des Wassergehalts wird im verschlossenen Exsikkator durchgeführt. Dazu wird in Netzkörben schalenreduzierter Raps mit bekanntem Wassergehalt eingewogen und in ein Drahtgestänge eingesetzt. Zuvor wird das Leergewicht der Netzkörbe und des Gestänges bestimmt. Der Boden des Exsikkators wird mit der erforderlichen Menge destillierten Wassers oder Silicagel befüllt und das Gestänge mit dem Versuchsmaterial in den Exsikkator eingesetzt. Der Exsikkator wird dicht verschlossen und bei Raumtemperatur gelagert. Die Wassergehaltsbestimmung des Materials erfolgt zunächst mittels Differenzwägung. Nach der sorptiven Wasseraufnahme oder -abgabe bis auf den gewünschten Wassergehalt wird das Material für mindestens 24 h in einem verschlossenem Behälter gelagert. Das so vergleichmäßigte Material wird durch einen Probenteiler gegeben und jede Probe wird in einem dicht verschlossenen Glas gelagert. Vor der Versuchsdurchführung wird eine genaue Wassergehaltsbestimmung der Probe mit dem HAG-Gerät durchgeführt.

Einstellung und Bestimmung des Denaturierungsgrades

Ziel der hydro-thermischen Konditionierung ist neben der Inaktivierung der saateigenen Enzyme die gezielte Denaturierung der intrazellularen Speicher-Proteine und der Zellmembranen. Um den Zusammenhang von Proteindenaturierung und Preßverhalten zu dokumentieren, ist es erforderlich, den Denaturierungsgrad der Proteine in Ab-

hängigkeit von den Konditionierungs-Parametern zu ermitteln. Der Denaturierungsvorgang von Proteinen und Enzymen ist ein kinetischer Prozeß und stark vom Wassergehalt, der Temperatur und der Konditionierdauer abhängig (vgl. Kap. 2.2.4). Bei der technischen Konditionierung in Wärmepfannen sind der Wassergehalt und die Temperatur keine konstanten Größen und unterliegen selbst einer Kinetik, wodurch die Aufnahme einer reproduzierbaren Denaturierungskinetik erschwert wird.

Aus Gründen der besseren Reproduzierbarkeit erfolgt die hydrothermische Behandlung der Versuchsmaterials in konsekutiven Schritten. Zuerst wird ein bestimmter Zielwassergehalt des Materials sorptiv eingestellt. Anschließend wird das Material in verschlossenen Gefäßen im Trockenschrank für eine unterschiedliche Dauer unterschiedlichen Temperaturen (60 °C, 80 °C und 105 °C) ausgesetzt. Der sich einstellende Denaturierungsgrad in Abhängigkeit der variablen Parameter Wassergehalt, Temperatur und Behandlungsdauer wurde anhand der veränderten Proteinlöslichkeit (Extraktion bei pH 9) nach erfolgter hydrothermischer Konditionierung festgelegt. GILLBERG und TÖRNELL [27] und MAHJAN und DUA [56] stellten im Anschluß an eine thermische Behandlung eine verschlechterte Proteinlöslichkeit fest, die auf die Denaturierung der Proteine zurückzuführen ist (vgl. Kap. 2.2.4).

Vor der wäßrigen Extraktion der Proteine wird das hydrothermisch behandelte Material auf Glattwalzen (Variostuhl, Bühler-Miag) mechanisch aufgeschlossen (s = 0 mm, n_1 = 400 min^{-1} und n_2 = 64 min^{-1}). Diese aufgeschlossene Probe (10 g) wird nun 15 min lang mit 0,1 n-Natronlauge (pH 9) unter Rühren extrahiert. Dabei wird der pH-Wert durch Zutitration einer pH 11-Lösung konstant auf pH 9 gehalten. Das Massenverhältnis Extraktionsmittel : Rapsprobe beträgt 10:1.

Anschließend wird die Probe bei einer Drehzahl von n = 3000 min^{-1} 15 min lang in einer Laborzentrifuge (Varifuge, Heraeus Christ GmbH) zentrifugiert. Dadurch bilden sich drei Fraktionen: oben eine Fettschicht, darunter die Proteinlösung und am Boden der sedimentierte Feststoff. Mit einer Spritze wird ein Teil der Proteinlösung abgezogen. Der Proteingehalt xP_L dieser Lösung wird durch eine Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl ermittelt und als Maß für die Proteinlöslichkeit verwendet [58]. Zusätzlich wird der Trockenrückstand der Proteinlösung durch Eindampfen im Trockenschrank bei 105 °C bestimmt. Obwohl der Trockenrückstand nicht nur aus Proteinen besteht, stellt er doch eine gute Annäherung an die in Lösung gegangenen Proteine dar.

Der Denaturierungsgrad D ergibt sich aus der Festlegung, daß ein nicht hydrothermisch behandeltes Material eine maximale Proteinlöslichkeit hat und zu einem maximalen Proteingehalt xP_{Lmax} in der Lösung führt. Der minimale Proteingehalt xP_{Lmin} in der Lösung und damit ein Denaturierungsgrad D von 100 % wurde für ein vierstündig bei 105 °C behandeltes Material mit einem Wassergehalt von 8 % ermittelt. Aus dem Vergleich der ermittelten Proteingehalte xP_L der unterschiedlich hydrothermisch

behandelten Saatproben mit diesen Extremwerten (xP_{Lmax}, xP_{Lmin}) läßt sich nun der Denaturierungsgrad der Proben festlegen. Dazu werden die Werte der Proteingehalte nach Gleichung (3-3) umgerechnet.

$$D = \frac{xP_{L\,max} - xP_L}{xP_{L\,max} - xP_{L\,min}} \cdot 100\,[\%] \qquad (3\text{-}3)$$

Die veränderte Proteinlöslichkeit wurde nach dem oben beschriebenen Verfahren in statischen Versuchen für die in Tabelle 3-3 dargestellten unterschiedlichen Konditionierungs-Parameter bestimmt.

Tabelle 3-3: Konditionierungs-Parameter zur Bestimmung des Denaturierungsgrades

Parameter		**Spektrum**
Wassergehalt	[%]	5,3 / 8 / 11
Konditionierungstemperatur	[°C]	60 / 80 / 105
Konditionierungsdauer	[h]	0 / 0,5 / 1 / 2 / 4

Die Abb. 3-2 zeigt den Denaturierungsgrad von schalenreduzierter Saat (Saat 96, vgl. Tabelle 3-1) mit einem Hüllengehalt von 3 % und einem Wassergehalt von 8 % für unterschiedliche Behandlungsdauern und -temperaturen. Alle Ergebnisse sind Mittelwerte aus Dreifachversuchen. Da die Löslichkeit der Proteine bei einer Konditionierungstemperatur von 60 °C sogar etwas ansteigt, können bei dieser Berechnung auch negative Werte auftreten (vgl. Abb. 3-2). Die Versuche bei höherem und niedrigerem Wassergehalt belegen die Wechselwirkung von Wassergehalt, Temperatur und Behandlungsdauer auf die Proteinlöslichkeit. Bei dem höheren Wassergehalt von 11 % werden bei gleicher Temperatur und Behandlungsdauer höhere Denaturierungsgrade als bei einem Wassergehalt von 6 % erzielt. Bei einem Wassergehalt von nur 5 % dagegen fallen die Denaturierungsgrade bei einer Temperatur von 105 °C deutlich niedriger aus. Bei den Behandlungstemperaturen 60 und 80 °C wird sogar die Proteinlöslichkeit gegenüber dem unbehandelten Material bis zu 36 % (4 h, 60 °C) verbessert.

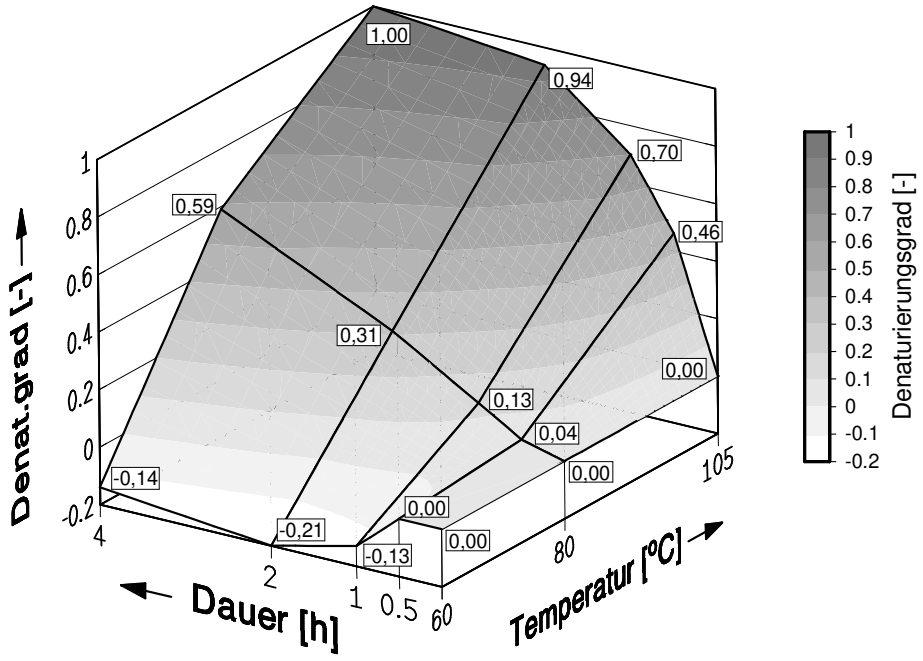


Abb. 3-2: Denaturierungsgrad von schalenreduzierter Saat (xH = 3 % und xW = 8 %) in Abhängigkeit von der Behandlungsdauer und -temperatur

Es wurden Denaturierungsgrade von 50 und 100 % für Preßversuche eingestellt. Anhand der Ergebnisse zur Proteinlöslichkeit wurden diese Denaturierungsgrade durch folgende Parameter-Kombinationen Wassergehalte/Temperatur/Zeit erzielt:

- D = 100 % (xW = 8 %, T = 105 °C, t = 4 h)
- D = 50 % (xW = 8 %, T = 80 °C, t = 4 h)

Variation des Aufschlußgrads durch Flockieren im Walzwerk

Ein wichtiger Faktor für die Lipidfreisetzung sowohl beim Pressen als auch bei der Extraktion ist der Aufschlußzustand des zellularen Gewebes. Von SCHNEIDER [89, 90] wird eine experimentelle Methode zur Quantifizierung des Aufschlußgrads vorgestellt. Das zu untersuchende Material wird mit Hexan als Lösemittel bei 60 °C extrahiert. Die Restlipidkinetik als Verhältnis $Z_R(t)$ (Restlipid $mC_R(t)$ im Raffinat bezogen auf das Startlipid mC_A im Abgeber) wird wie in Abb. 3-3 gezeigt aufgetragen. In der Restlipidkinetik sind zwei wesentliche Abschnitte zu unterscheiden:

- Nach längerer Extraktionszeit dominiert der Diffusionstransport aus verschlossenen Zellen (Index V). Die Neigung der Diffusionsgeraden ist das kinetische Merkmal.

- Zu Beginn dominiert die Freisetzung aus den mechanisch geöffneten Zellen (Index G). Die Neigung der Tangente an die Restlipidkinetik bei Extraktionsbeginn ist das kinetische Merkmal.

Durch die formale Unterteilung der beiden Bereiche kann ein Aufschlußgrad definiert werden. Die extrapolierte Diffusionsgerade bildet zur Zeit t = 0 einen Schnittpunkt Z_{V0} mit der Abszisse. Der Achsenabschnitt $Z_{G0} = 1 - Z_{V0}$ beschreibt den Anteil der spontan freisetzbaren Lipide am Gesamtlipidgehalt und kann somit als ein quantitatives Charakteristikum für den erreichten Zellenaufschluß gewertet werden.

Der Aufschlußgrad A beschreibt nach Gleichung 3-4 den prozentualen Anteil mechanisch geöffneter Zellen von der Gesamtanzahl.

$$A = Z_{G0} * 100\ [\%] \qquad (3\text{-}4)$$

Durch Flockierung der schalenreduzierten Saat bei unterschiedlichen Walzenspalten und Drehzahlen kann vor der Pressung der Aufschlußgrad der Saatpartikel variiert werden. Als Referenz dient der Aufschlußgrad der geschälten Rapssaat. Die Schälung der Rapssaat mit einem Wassergehalt von ca. 5 % erfolgt in der ersten Passage bei einem Walzenspalt 1,0 mm ohne Schlupf. Durch die mechanische Beanspruchung ergibt sich ein Aufschlußgrad A von ca. 25 % (vgl. Abb. 3-3). Durch eine zusätzliche nachträgliche Flockierung der schalenreduzierten Saat auf Glattwalzen wird der Aufschlußgrad erhöht. Dabei erfährt die konditionierte Rapssaat eine Druck- und Scherbeanspruchung, die durch die mit Schlupf laufenden Walzen hervorgerufen wird.

Der Aufschluß im Walzenspalt erfordert besondere rheologische Eigenschaften der Saat. Die Saat soll zum einen plastische Eigenschaften haben, damit die Zellstruktur unter Scherbeanspruchung zerstört werden kann und Sprödbruch vermieden wird. Sprödbruch führt zu kleinen Korngrößen mit hohem Feinbruchanteil, öffnet jedoch nur die Zellen an den Bruchflächen (vgl. Kap. 2.2.4). Andererseits sind ausreichende elastische Eigenschaften und damit Rückstellkräfte des deformierten Partikels zur Aufnahme von Reibungskräften gefordert. Über die Reibungskräfte zwischen den mit Schlupf laufenden Walzen und dem Partikel wird die erforderliche Scherbeanspruchung übertragen. Entsprechend eigener Erfahrungswerte in Übereinstimmung mit den Literaturangaben (vgl. Kap. 2.2.4) ist die Saat vor der Flockierung sorptiv auf einen Wassergehalt von 7 % einzustellen. Das Material wird abweichend zu den Literaturangaben nur auf 30 °C erwärmt, um eine Denaturierung der Saat auszuschließen. Nach der Flockierung wird die Saat wiederum sorptiv auf den Versuchswassergehalt für die Pressung abgetrocknet.

Es wurden drei verschiedene Flockierungen auf dem Variostuhl der Firma Bühler-Miag mit Glattwalzen (∅ 315 mm) unter Variation des Walzenspalts s durchgeführt. Dabei wird durch Anpassung der Drehzahlen der einzelnen Glattwalzen das Scherge-

fälle $\dot{\gamma} = \Delta u / s$ mit $3{,}3*10^3\ s^{-1}$ konstant gehalten (vgl. Tabelle 3-4). Die zugehörigen Extraktionskinetiken sind in Abb. 3-3 dargestellt. Die Ermittlung des Aufschlußgrads erfolgt nach dem zuvor dargelegten Verfahren [90, 132]. Diese Werte sind durch Dreifachversuche exemplarisch für eine Saat bestimmt worden.

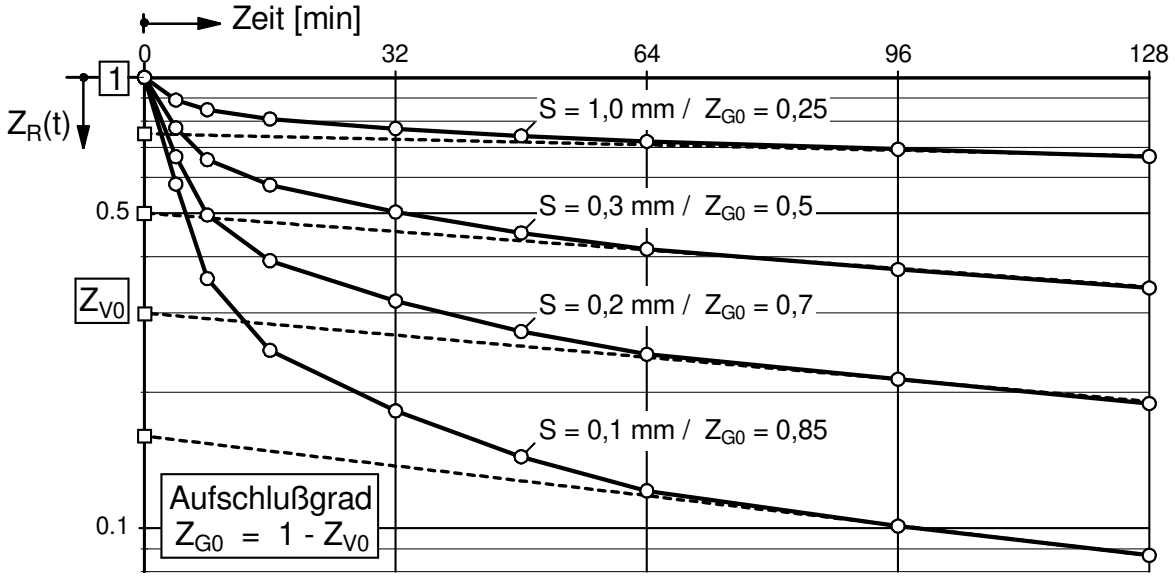


Abb. 3-3: Bestimmung des Aufschlußgrads Z_{G0} von schalenreduzierter Saat in Abhängigkeit vom Flockierspalt s anhand von Extraktionskinetiken $Z_R(t)$: Z_{V0}-Schnittpunkt der extrapolierten Diffusionsgraden mit der Ordinate zur Zeit t = 0, Extraktionstemperatur 60 °C [132]

Tabelle 3-4: Einstellungsdaten des Flockierwalzwerkes (Flockierspalt s, Drehzahlen n_1 / n_2) und erzielter Aufschlußgrad A für schalenreduzierte Saat mit einem Wassergehalt von 7 %

Walzenspalt s [mm]	**Walzendrehzahlen n_1 / n_2** [min^{-1}]	**Differenz-Umfangsgeschwindigkeit Δu** [mm/s]	**Aufschlußgrad A** [%]
1,0*	400 / 400*	0	25
0,3	400 / 340	989,58	50
0,2	400 / 360	659,72	70
0,1	400 / 380	329,86	85

* Einstellung bei der Schälung, Wassergehalt der Saat xW = 5 %

Durch analoge Extraktionsversuche kann auch der Aufschlußgrad des Schilfers im Anschluß an die Pressung ermittelt werden.

Extrahierte Saat als Vergleichsmaterial

Um das rheologische Verhalten der reinen Feststoffmatrix ohne die Wechselwirkung mit der Lipidphase zu ermitteln, wurden auch Preßversuche mit extrahierter schalenreduzierter Saat (ESR) durchgeführt.

Schalenreduzierte Saat (Saat 97, vgl. Tabelle 3-1) wurde in einer Soxhlet-Apparatur mit n-Hexan kalt extrahiert. Wird die Saat vorher nicht mechanisch aufgeschlossen, ist eine Extraktionsdauer von drei Wochen erforderlich um einen Restölgehalt von $xC_{SR} = 0{,}1$ % zu erreichen.

Die extrahierte schalenreduzierte Saat wird analog zur nicht extrahierten Saat unter Variation der Material-Parameter Wassergehalt, Temperatur und Denaturierung den gleichen Kompressions-Parametern unterworfen. Aus dem Vergleich von extrahierter und nicht extrahierter Saat kann die Wechselwirkung von Feststoffmatrix und Fluidphase auf das Komprimatverhalten ermittelt werden. Dazu wird bei den Versuchen mit extrahierter Saat die Einwaage auf die Inertstoffmasse mI_{SR} zuzüglich der variablen Wassermenge mW_{ISR} der nicht extrahierten Saat reduziert (vgl. Tabelle 3-5). Als Inertstoffmasse der Saat wird nach Gleichung (3-5) und (3-6) der wasser- und fettfreie Feststoff definiert.

$$mI_{SR} = mF_{KF} + mF_{H} \qquad (3\text{-}5)$$

$$mI_{SR} = mSR - mC_{SR} - mW_{SR} \qquad (3\text{-}6)$$

Infolgedessen sind die Inertstoffmassen schalenreduzierter extrahierter mI_{SR} und nicht extrahierter Saat mI_{ESR} identisch.

Das enthaltene Wasser bis zu dem untersuchten Wassergehalt von 6 % kann aufgrund der Sorptionsisothermen der Rapssaatkomponenten (vgl. Kap. 2.2.2) als von der Feststoffmatrix gebundenes Wasser angesehen werden. Die extrahierte schalenreduzierte Saat ESR muß daher auf die gleiche Wasserbeladung XW_{IESR} der Inertstoffmasse der nicht extrahierten Saat XW_{ISR} nach Gleichung (3-7) eingestellt werden.

$$XW_{I_{SR}} = XW_{I_{ESR}} = \frac{mW_{SR}}{mI_{SR}} \qquad (3\text{-}7)$$

Entsprechend errechnet sich nach Gleichung (3-8) der Wassergehalt xW_{ESR}, der sorptiv für die extrahierte schalenreduzierte Saat eingestellt werden muß.

$$xW_{ESR} = \frac{mW_{SR}}{mI_{SR} + mW_{SR}} \qquad (3\text{-}8)$$

Die Berechnung des erforderlichen Denaturierungs-Wassergehalts für ESR erfolgt analog.

Tabelle 3-5 gibt für ESR der Saat 96 (vgl. Tabelle 3-1) die erforderlichen Wassergehalte und Materialeinwaagen im Vergleich zu nicht extrahierter Saat an.

Tabelle 3-5: Material-Parameter für schalenreduzierte Saat (SR) und extrahierte schalenreduzierte Saat (ESR) der Saat 96 mit einem Hüllengehalt von 3 % unter Variation des Wassergehalts: xW_{SR} - Wassergehalt SR, mSR - Materialeinwaage SR, $XW_{ISR, IESR}$ - Wasserbeladung des inerten Feststoffs ISR und IESR, mESR - Materialeinwaage ESR, xW_{ESR} - Wassergehalt ESR

xW_{SR} [%]	**mSR** [g]	**$XW_{ISR, IESR}$** [gW/gISR]	**mESR** [g]	**xW_{ESR}** [%]
3	65,5	0,066	31,7	6,2
4	65,5	0,089	32,1	8,2
5	65,5	0,112	32,4	10,1
6	65,5	0,136	32,8	12,0

Einstellung der Preßtemperatur

Der Parameter Preßtemperatur ist nicht eindeutig den Material- oder und Betriebsparametern zuzuordnen. Im technischen Betrieb bei Einsatz einer Schneckenpresse sind die Saattemperatur nach der Konditionierung und die Preßtemperatur in der Schneckenpresse zu unterscheiden. Die Preßtemperatur in einer Schneckenpresse ist von der Eingangstemperatur der Saat und den Reibungsverhältnissen in der Presse abhängig. Dagegen führt die geringe Reibung in der Linearpresse zu keiner Eigenerwärmung der Saat während des Preßversuchs. Die Preßtemperatur wird durch die temperierbare Preßeinrichtung (vgl. Kap. 3.2.1) variiert und ist damit keine Folgegröße der Kompressions-Parameter. Da die Temperierung auch außerhalb der Preßkammer erfolgen könnte, wird die Preßtemperatur in dieser Arbeit als Material-Parameter behandelt. Die Saat wird kalt in die auf die gewünschte Preßtemperatur temperierte Preßkammer eingefüllt. Nach einer Verweilzeit von 15 min zur Erwärmung der Saat auf die Preßtemperatur wird der Preßversuch gestartet.

Die Preßkammertemperatur kann zwischen Raumtemperatur und 100 °C variiert werden. Als minimale Preßtemperatur wurde 30 °C (maximale Labortemperatur im Sommer) gewählt, um ganzjährig Versuche auf dem gleichen unteren Temperaturniveau zu ermöglichen. Die maximale Preßtemperatur wurde zum Schutz der eingesetzten

Drucksensoren auf 90 °C beschränkt. Mit diesem Spektrum können jedoch die technisch relevanten Preßtemperaturen bei der Rapssaatverarbeitung (vgl. Kap. 2.2.4) abgedeckt werden.

Reihenfolge der Konditionierungsschritte

Basismaterial für die gezielte Einstellung der zuvor beschriebenen Material-Parameter ist die schalenreduzierte Rapssaat. Um unterschiedliche Wechselwirkungen der Konditionierungsschritte auszuschließen, wird eine einheitliche Reihenfolge festgelegt. Nach sorptiver Einstellung des Wassergehalts wird durch Zumischen reiner Hüllen der Hüllengehalt festgelegt und anschließend das Material in der Linearpresse auf die Preßtemperatur erwärmt. Bei den Versuchen mit denaturiertem und/oder flockiertem Material wird vor den zuvor beschriebenen Konditionierungsschritten zuerst denaturiert und dann flockiert.

3.2 Versuchsgeräte und experimenteller Aufbau

3.2.1 Linearpreßkammer und Universalprüfmaschine

Die Linearpreßversuche wurden in einer dafür speziell angefertigten Preßkammer (vgl. Abb. 3-5) durchgeführt. Dieses Zylinder-Kolbensystem ist in eine Einspindel-Universalprüfmaschine (UPM) Typ 1488 der Firma Zwick/Roell integriert worden (vgl. Abb. 3-4). Für Versuche zur Ermittlung der Komprimat-Drainage wird die Anlage durch eine Hydraulikpresse ergänzt. Mit dem Zylinder-Kolbensystem zwischen den Druckplatten wird eine steuerbare Drainageöl-Förderung bis zu einem Gegendruck von 500 bar ermöglicht. Die Gesamtanlage, bestehend aus der Universalprüfmaschine, Hydraulikpresse und zwei Rechnern zur Steuerung und zur Meßdatenerfassung, ist in Abb. 3-4 als Foto und als Prinzipskizze mit Meß- und Regelungstechnik in Abb. 3-7 dargestellt.

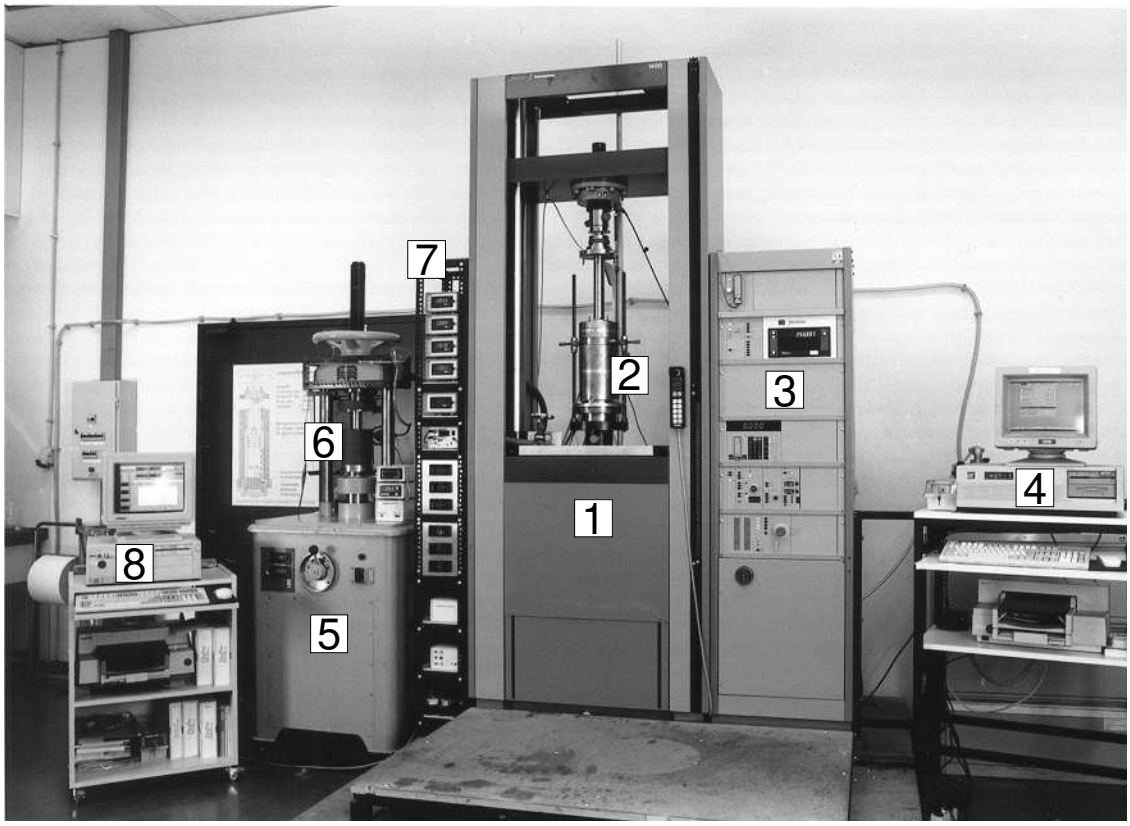


Abb. 3-4: Gesamtansicht der Versuchsanlage für Linearpreßversuche: (1) Universalprüfmaschine, (2) Linearpreßkammer, (3) Schaltschrank mit Meß- und Steuereinheit, (4) Steuerungsrechner für programmierte Versuche, (5) Hydraulikpresse, (6) Drainageöl-Zylinder, (7) Meßverstärker und Anzeigen, (8) Rechner zur Meßdatenerfassung

Die UPM kann mit dem Steuerungsprogramm ZIMT des Herstellers ZWICK über einen PC kraft- oder weggeregelt fahren. Die Traversengeschwindigkeit ist in den Gren-

zen von etwa 0,1 bis 200 mm/min variierbar. Die erforderlichen Kompressions-Parameter können durch programmierte Versuchsabläufe eingestellt werden.

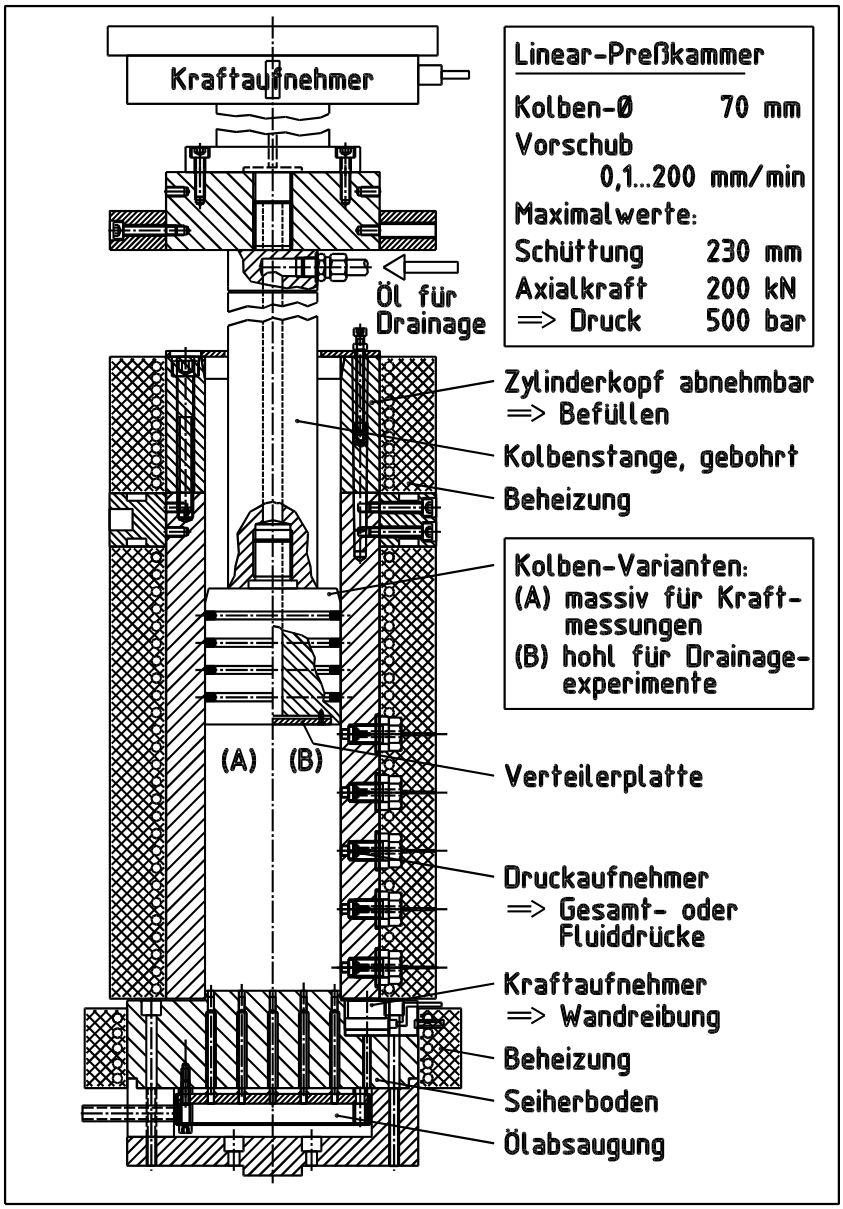


Abb. 3-5: Preßkammer für Linearpreßversuche mit und ohne Drainageölzufuhr

Die gehärtete und auf Maß geschliffene Preßkammer (Abb. 3-5) hat einen Innendurchmesser von 70,3 mm. Mit der maximalen Axialkraft der UPM von 200 kN sind in der Preßkammer Drücke von ca. 500 bar (≅194 kN) zu erzeugen. Der feststehende Kolben dichtet den Preßraum vierfach mit einer Kombination aus Teflon- mit dahinter liegenden O-Ringen bis zum Maximaldruck von 500 bar vollständig ab. Die hohlgebohrte Kolbenstange mit Kolben ist über den Gesamtkraftaufnehmer an der oberen starren Traverse der UPM fixiert (vgl. Abb. 3-7). Der mit Kegelstiften fixierte Kopf des zweigeteilten Preßzylinders kann zur Materialbefüllung abgehoben werden. Dazu wird der Kolben in den Zylinderkopf gefahren und die Kegelstifte werden gelöst.

Durch Absenken des Preßzylinders wird dann der Zylinderkopf mit dem Kolben abgehoben. Dadurch werden die Kolbenringe geschont und die Temperierung des Kolbens ist fortlaufend gewährleistet. Der mit Löchern (∅ 3,0 mm) für den Ölabfluß versehene Seiherboden ist mit der beweglichen unteren Traverse verschraubt (vgl. Abb. 3-7). Der Antrieb der über die zwei Säulen der UPM parallel geführten Traverse erfolgt von unten über eine Spindel, die über ein Getriebe mit einem regelbaren Gleichstrommotor verbunden ist. Um ein Herauspressen des Feststoffs zu verhindern, wird der Lochseiherboden mit einem Schlitzlochblech (0,4∗4,0 mm; 16 % geöffnete Fläche) und ein Filterpapier (Typ 520b, Schleicher & Schuell) abgedeckt. Als Druckverlust des Seihersystems wurde für Rapsöl bei einer Kolbengeschwindigkeit von 5 mm/min und 30 °C ein vernachlässigbarer Wert von 0,05 bar - bezogen auf die relevanten Preßdrücke - gemessen. Eine Vorrichtung saugt mit geringem Unterdruck über eine Vakuumpumpe abgepreßtes Öl aus den Abflußlöchern direkt in ein Auffanggefäß. Dadurch wird ein Rücksaugen von Öl durch das relaxierende Komprimat bei Versuchsende vermieden. Der Seiherboden ist mit einem 5 mm hohen Kragen mit O-Ring-Dichtung versehen, der den Preßzylinder zentriert. Der Preßzylinder steht auf drei in den Seiherboden eingelassenen Kraftaufnehmern, wodurch die Dissipationskräfte in Form von Reibung des Kolbens und des Komprimats mit der Zylinderwandung erfaßt werden können. Die beiden Zylinderkomponenten und der Seiherboden sind durch separate Mantelheizungen bis 100 °C temperierbar.

Durch abnehmbare Spannzangen kann der Preßzylinder an der Aufnahme für die Kolbenstange befestigt und vom Seiherboden zur Materialentleerung nach Versuchsende abgehoben werden. Zwischen Seiherboden und Preßzylinder wird ein Hohlzylinder mit einem Innendurchmesser von ∅ 71 mm eingesetzt, auf den der Zylinder abgesetzt wird. Nach Lösen der Spannzangen kann der Preßschilfer aus dem Preßzylinder mit dem Kolben vollständig zur Bilanzierung in den Hohlzylinder befördert werden.

Über Drucksensoren in der Zylinderwandung werden die Komprimat-Radialdrücke erfaßt. Die Meßstellen befinden sich in einem Abstand von 11, 41, 71 und 101 mm zum Seiherboden. Je nach Materialeinwaage und Kompressions-Parametern variiert die Komprimathöhe und damit die Anzahl der aktiven Drucksensoren. Im Fortgang der experimentellen Arbeiten wurden die Drucksensoren durch Modifikation der Meßstellen zu Fluiddrucksensoren umgerüstet. Sintermetallscheiben vor den Sensoren gemäß Abb. 3-6 schirmen den Feststoffdruck ab, sind aber für den Fluiddruck durchlässig.

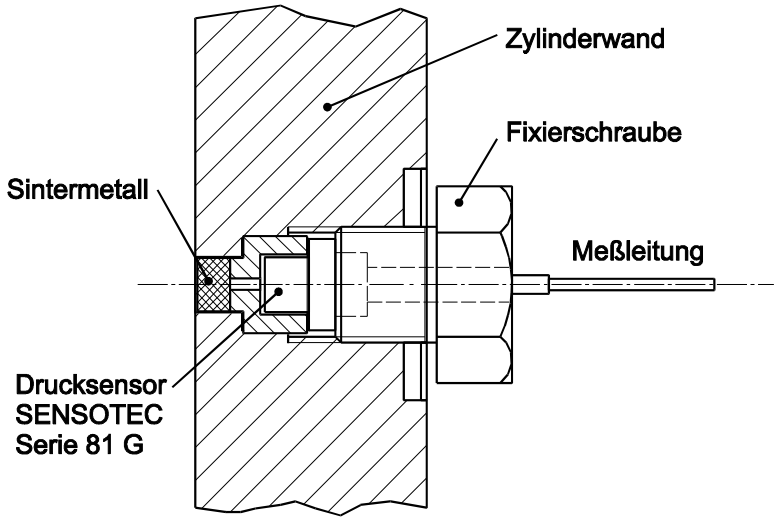


Abb. 3-6: Konstruktive Gestaltung der Fluiddruckmessung in der Wandung der Preßkammer

Für Versuche mit Drainageölzufuhr wird der massive Kolben durch einen hohlgebohrten ausgetauscht. Über eine mit Löchern (∅ 1,0 mm) versehene Verteilerplatte wird das Drainageöl gleichmäßig über den Kolbenquerschnitt verteilt. Die Zufuhr des Drainageöls erfolgt über einen flexiblen Druckschlauch vom Drainageöl-Zylinder bis zum Kolbenanschluß.

3.2.2 Meß- und Regelungstechnik

Eine Prinzipskizze der gesamten Versuchsanlage mit der installierten Meß- und Regelungstechnik ist in Abb. 3-7 dargestellt. Die Messung der Gesamtkompressionskraft erfolgt mit einem Kraftaufnehmer der Firma HBM (Typ Z12). Der Aufnehmer hat eine Toleranz von ≤ 0,1 % und ist für statische und dynamische Kräfte von 0,1-200 kN geeignet. Werkseitig ist die UPM mit einem digitalen Traversenwegaufnehmer ausgerüstet, der unterhalb des Getriebes die Spindeldrehung mißt und daraus den Traversenweg berechnet. Die UPM hat im Druckbetrieb (Kolben auf Seiher aufgesetzt) bei der Maximalkraft von 200 kN eine meßbare Eigenverformung von ca. 2,0 mm, die vom installierten Traversenwegaufnehmer nicht registriert wird. Ein exaktes Anfahren von Kolbenpositionen unter hoher Last erfordert daher eine zusätzliche externe Wegmessung.

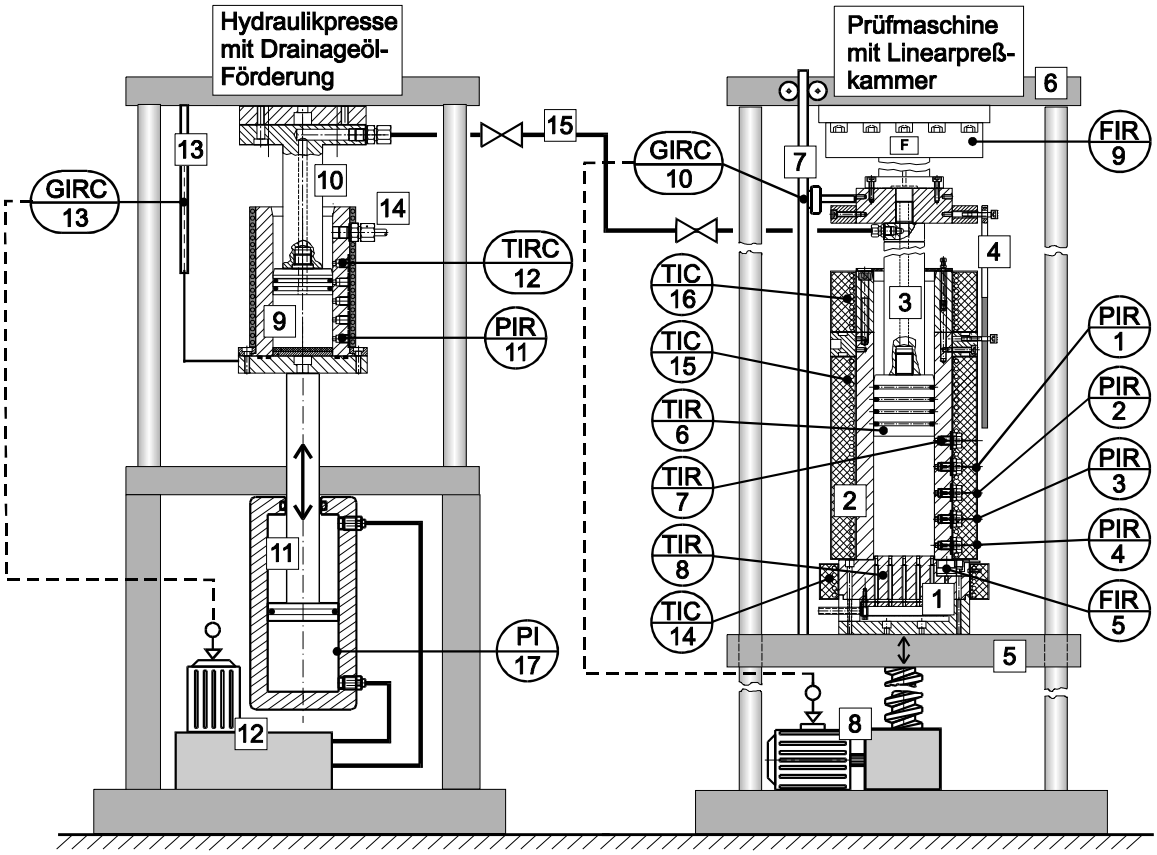


Abb. 3-7: Prinzipskizze der Versuchsanlage bestehend aus Universalprüfmaschine und Hydraulikpresse mit installierter Meß- und Regelungstechnik:

NR.:	Erläuterung der Positionen der Versuchsanlage
1	Beheizter Seiherboden mit Ölabsaugung durch Vakuumpumpe
2	Zweigeteilter beheizter Zylindermantel
3	Hohlgebohrte Kolbenstange mit Aufhängung und austauschbarem Kolben
4	Fixierbare Spannzangen zur Anhebung des Preßzylinders zur Materialentleerung
5	Bewegliche Traverse der UPM mit fest montiertem Seiherboden
6	Feste Traverse der UPM mit fest montiertem Kraftaufnehmer und Kolbenstange
7	Externer Wegaufnehmer zur Abstandsmessung Seiherboden - Kolbenstirnfläche
8	Gleichstrom-Regelantrieb mit Getriebe und Spindel zur Traversensteuerung
9	Beheizter Drainageöl-Zylinder fest auf Hydaulik-Kolbenstange montiert
10	Kolbenstange mit Kolben (hohlgebohrt) an oberer Traverse der Hydraulikpresse montiert
11	Hydraulikzylinder mit Kolben
12	Hydraulikpumpe regelbar zur Steuerung des Hydraulikzylinders
13	Externer Wegaufnehmer zur Registrierung des Verfahrweges des Drainageöl-Zylinders
14	Öleinfüllstutzen für Drainageöl
15	Flexible Druckleitung für Drainageölzuführung vom Drainageöl-Zylinder zur Preßkammer

Zeichenerläuterung der Meßstellen:	
PIR	Druckmessung mit Anzeige und Registrierung
FIR	Kraftmessung mit Anzeige und Registrierung
TIR	Temperaturmessung mit Anzeige und Registrierung
TIC	Temperaturmessung mit Anzeige und fortlfd. Steuerung
TIRC	Temperaturmessung mit Anzeige, Registrierung und fortlfd. Steuerung
GIRC	Wegmessung mit Anzeige, Registrierung und fortlfd. Steuerung

Externe Wegmessung und -regelung

Die Durchführung von Relaxations-Experimenten erfordert konstante Komprimathöhen. Mit der Relaxation der Komprimatdrücke relaxiert auch die Druckbeanspruchung der UPM, wodurch ein nicht kontrollierbares Nachpressen (Kompressionserhöhung) des Komprimats erfolgt. Die nachträglich installierte externe Wegmessung des Traversenweges arbeitet mit einem 600 mm langen Glasmaßstab der Firma Mitutoyo (AT11-FN600, Auflösung 2,5 µm), der über eine Linearführung (INA Baureihe LF) mit der unteren Traverse verbunden wurde. Der Abtastschlitten des Glasmaßstabs ist mit der Aufnahme für die Kolbenstange verbunden. Durch diese Anordnung wird nur die Stauchung der Kolbenstange mit Kolben und des Seiherbodens nicht erfaßt. Die zur Gesamtkraft proportionale Stauchung beträgt mit maximal 0,4 mm (200 kN) inklusive vorkomprimiertem Filterpapier und Schlitzlochblech nur noch 20 % des ursprünglichen Wertes. Das digitale Ausgangssignal der Meß- und Anzeigeeinheit der externen Wegmessung (Mitutoyo) wird vom Impulsteiler der UPM in ein analoges Signal (0-10 V) umgewandelt. Der 12 bit-D/A-Wandler hat eine Auflösung von 2500 Digits. Je nach am Impulsteiler einzugebenden Gesamtverfahrweg ergibt sich danach die kleinste noch anzufahrende Wegdifferenz. Bei einem maximal zulässigen Verfahrweg von 31,25 mm, mit dem die meisten Versuche realisiert werden konnten, beträgt die Regelgenauigkeit 12,5 µm. Das analoge Wegsignal wird als Istgröße für die analoge Regeleinrichtung (Close-Loop-Regelkette) der UPM verwendet. Die Close-Loop-Steuerung (CLLP) besteht aus Rampengenerator, Regelverstärker und Kontrolleinheit. Wird die Kolbenposition während des Versuchsablaufs für einen Relaxationsvorgang konstant gehalten, schwankt die angefahrene Kolbenposition entsprechend der Regelgenauigkeit um 12,5 µm. Der Weg wird entsprechend der Auflösung der Mitutoyo-Wegmessung mit einer Genauigkeit von 2,5 µm registriert. Durch das Pulsieren des Kolbens ergibt sich der aufgezeichnete Kompressionskraftverlauf als leicht gezackte Kurve. Der Regelverstärker der CLLP definiert die Eingriffszeit der Regelung bei auftretender Regelabweichung und kann während des Versuchs korrigiert werden, wenn die Frequenz der Regelung angepaßt werden soll. Die analoge Sollwertvorgabe wird vom Rampengenerator der CLLP generiert. Die erforderlichen programmierten Parameter werden vom Steuerungsrechner an den Rampengenerator übergeben. Die Kontrolleinheit vergleicht Ist- und Sollwert und regelt über die Leistungssteuerung des Gleichstrommotors den Traversenvorschub.

Temperaturmessung und -regelung

Zylinderkopf, Zylinder und Seiherboden werden durch gedämmte Heizmäntel temperiert. Die Messung der Heizleitertemperaturen über Thermoelemente (NiCr-Ni) ermöglicht eine genaue Regelung. Zusätzlich werden die Preßtemperaturen im Kolben,

im Zylinder und im Seiherboden mit Thermoelementen erfaßt. Die Regelung und Anzeige aller Temperaturen erfolgt über Regler der Firma Ahlborn (THERM 4126).

Druck- und Kraftmessung

Die Radialdrücke im Preßzylinder und im Drainageöl-Zylinder werden durch Miniatur-Membran-Drucksensoren der Firma Sensotec (Serie 81 G, ∅ 4,8 mm, Druckbereich 0-1000 bar) in der Zylinderwand erfaßt. Die Spannungsversorgung, Anzeige und Meßverstärkung erfolgt mit Meßverstärkern der Firma Althen (Typ AD3). Die Drucksensoren werden bei verschlossenem Seiherboden und ölgefülltem Zylinder über den Gesamtkraftaufnehmer der UPM kalibriert. Durch die überprüfte Temperaturkompensation der Sensoren genügt bei Variation der Preßtemperatur eine Nullpunktskorrektur.

Die vom Komprimat und Kolben auf die Zylinderwand übertragenen Reibungskräfte werden mit Hilfe von drei DMS Kraftaufnehmern (Burster, Typ 8402-6050) zwischen Seiher und Zylinderstirnfläche erfaßt. Die analogen Signale werden in einer Summierbox (Burster, Typ 9410) parallelgeschaltet, aufsummiert, an den Meßverstärker (Burster, Typ 9824) weitergeleitet und zur Anzeige gebracht.

RIEMENSCHNEIDER [80] hat den Literaturstand über Zylinder-Kolbensysteme zur Fest/flüssig-Trennung zusammengetragen. Es wird festgestellt, daß bei einem L/D-Verhältnis (Komprimathöhe / Zylinderdurchmesser) < 0,6 einerseits Wandreibungs-Einflüsse vernachlässigt werden können und andererseits die Druck- und Porositätsverteilung (vgl. Kap. 2.1.1) als gleichmäßig angesehen werden kann. Der überwiegende Teil der Experimente dieser Arbeit wurde mit Komprimathöhen durchgeführt, die sich an den realen Komprimathöhen in Schneckenpressen orientieren und damit ein L/D-Verhältnis deutlich < 0,6 ermöglichen. Die Tabelle 3-6 zeigt die L/D-Verhältnisse für die in dieser Arbeit untersuchten Komprimathöhen.

Tabelle 3-6: L/D-Verhältnis bei unterschiedlichen Komprimathöhen in der Linearpresse

Komprimathöhe [mm]	**Anmerkung**	**L/D-Verhältnis** [mm/mm]
32,5	$z_1{}^o$ Schüttungshöhe	0,46
16,0	z_A Vorkompression	0,23
12,5	z_E Endkompression	0,18

Die maximalen Reibungskräfte sind jeweils am Ende der Kompressionsphasen zu verzeichnen und steigen mit der Kompression an. Sie zeigen nur eine geringe Abhängig-

keit von den Material-Parametern. Die Reibungskräfte für die Maximalkompression im vierstufigen Kompressionsversuch liegen in einem Spektrum von 0,05 kN (Größenordung der reinen Kolbenreibung) bis maximal 2,65 kN bei einem Durchschnittswert von ca. 0,66 kN für alle Versuche. Bezogen auf die durchschnittlichen Kompressionskräfte der vierten Kompressionsstufe beträgt der Reibungsanteil ca. 1,85 %. Trotz dieses geringen Anteils werden bei der Versuchsauswertung die kontinuierlich aufgezeichneten Reibungskräfte von der Gesamtkompressionskraft abgezogen, bevor diese in ihre Anteile Fluid- und Feststoffdruck zerlegt und umgerechnet wird. Dadurch werden die effektiv auf das Komprimat wirkenden Drücke ermittelt.

Regelung des Drainageöl-Volumenstroms

Der Fahrweg des Drainageöl-Zylinders an der Hydraulikpresse (SEGER, 1955, Maximalkraft 200 kN) wird mit einem induktiven Wegaufnehmer (Burster, Typ 87246-000) erfaßt und mit einem Meßverstärker (Burster, Typ 9170) zur Anzeige gebracht. Da die Hydraulikpresse über keinen automatischen Regelmechanismus verfügt, erfolgt die Einstellung des Kolbenvorschubs manuell anhand der Weganzeige. Bei steigendem Drainageöldruck muß die Kolbengeschwindigkeit manuell nachgeregelt werden, wodurch zum Teil größere, den Versuchsablauf störende Schwankungen des Drainageöl-Volumenstroms auftreten (vgl. Kap. 4.3).

Meßwerte-Erfassung und -Auswertung

Alle Meßgrößen werden als Analogsignale zur A/D-Wandlerkarte (Analog Devices, RTI-800) des Meßdatenerfassungsrechners weitergeleitet, mit dem Programm FlexProControl (Geitmann Meßtechnik) weiterverarbeitet und über die Versuchsdauer mit einer Frequenz von 1 Hz registriert. Durch ein Triggersignal von der UPM bei Versuchsbeginn wird die Meßdatenaufnahme gestartet und mit dem Steuerungsrechner synchronisiert. Die Meßgrößen Kompressionsweg und Gesamtkompressionskraft werden parallel vom Steuerungsprogramm ZIMT auf dem Steuerungsrechner über die Versuchsdauer erfaßt. In der Kompressionsphase werden die Meßdaten jeweils nach einem Kolbenweg von 0,1 mm aufgenommen; in der Relaxationsphase (konstante Höhe) werden die Daten mit einer Frequenz von 1 Hz erfaßt. Die von der Linearpresse verrichtete Kompressionsarbeit wird vom Steuerungsprogramm ZIMT automatisch berechnet und aufgezeichnet.

Die gespeicherten Meßdaten werden mit den Programmen Excel (Microsoft) und Techplot (Dr. Ralf Dittrich) weiterverarbeitet. Die Regelung des Kolbenweges bewirkt, wie zuvor dargestellt, während der Relaxationsphasen eine zyklische Abweichung der Kolbenposition um 12,5 µm von der angefahrenen Position. Die sich daraus

ergebene Zackenkurve wird durch Selektion der Datensätze der Zielposition geglättet. Während der Kompressionsphase verändert sich die Komprimathöhe kontinuierlich und die Meßdaten bedürfen keiner Selektion.

Über den Kolbendurchmesser läßt sich die Kompressionskraft als Differenz von Axialkraft und Reibungskraft in den Gesamtkomprimatdruck P umrechnen. Der radiale Fluiddruck p_L wird als Meßwert über die Drucksensoren in der Zylinderwandung erfaßt und kann aufgrund der geringen L/D-Verhältnisse als isotrop betrachtet werden. Der Feststoffdruck p_S ergibt sich dann aus der Differenz von Gesamtdruck P und Fluiddruck p_L.

3.3 Durchführung der Versuche

3.3.1 Allgemeine Bedienung der Versuchsanlage

Durch die Mantelheizungen wird die Preßgeometrie ca. 1 Stunde vor Versuchsbeginn auf die gewünschte Preßtemperatur eingestellt. Das Filterpapier wird mit einer Kraft von ca. 190 kN vorkomprimiert, um eine die Messung beeinflussende Papierdeformation zu minimieren. Danach wird das Nullniveau der UPM durch Zusammenfahren von Kolben und Seiher ermittelt. Das Probenmaterial wird mit einer Waage der Firma Mettler (Typ PM 34-Delta-Range) mit einer Genauigkeit von ± 0,05 g abgewogen und löffelweise - um Entmischungen der Hüllenfraktion zu minimieren - in den Zylinder gefüllt. Die Oberfläche der Schüttung wird zu einer möglichst glatten Fläche vergleichmäßigt. Der feststehende Kolben mit dem Zylinderkopf wird mit dem Zylinder zu einem verschlossenen System zusammengefahren. Es erfolgt ein Nullabgleich aller Kraft- und Druckmeßstellen bei Betriebstemperatur. Das System wird danach zusammen gefahren, bis die Kolbenstirnfläche mit der Schüttung in Kontakt kommt; dabei wird eine maximale Grenzkraft von 0,1 kN zugelassen. Diese Schüttungshöhe ist von der Einsatzmenge und den Material-Parametern der Probe abhängig. Nach einer Verweilzeit von 15 min zur Temperierung des Materials auf die Preßtemperatur (vgl. Kap. 3.1.3) wird der Preßversuch über den Steuerungsrechner gestartet. Die jeweiligen Kompressions-Parameter werden über das ZIMT-Programm eingegeben. Nach Beendigung des Versuchs wird die Ölabsaugung für 1 min aktiviert. Das System wird geöffnet und der Preßschilfer entnommen (vgl. Kap. 3.2.1). Die abgepreßte Ölmenge wird mittels Wägung bestimmt. Durch Wiederholung dieses Versuchsablaufs mit Vorkompression des Filterpapiers und Nullniveau-Einstellung wird ein neuer Versuch vorbereitet.

3.3.2 Versuche unter Variation der Kompressions-Parameter

Die orientierenden Experimente zur Festlegung der festen Kompressions-Parameter werden mit schalenreduzierter Rapssaat (Saat 96; vgl. Tabelle 3-1) mit den folgenden Parametern durchgeführt: Hüllengehalt 3,0 %, Wassergehalt 4,5 %, Denaturierungsgrad 0 % und Aufschlußgrad 25 % (nicht flockiert). Die Preßtemperatur wird auf T = 30 °C festgelegt.

Die Kompressions-Parameter der mehrstufigen Kompressionsversuche orientieren sich an der Geometrie einer vierstufigen Versuchsschnecke (vgl. Abb. 3-8), mit der auf einer Schneckenpresse Typ AP 08 (Firma Reinartz) im Labor der UGE Versuche durchgeführt wurden.

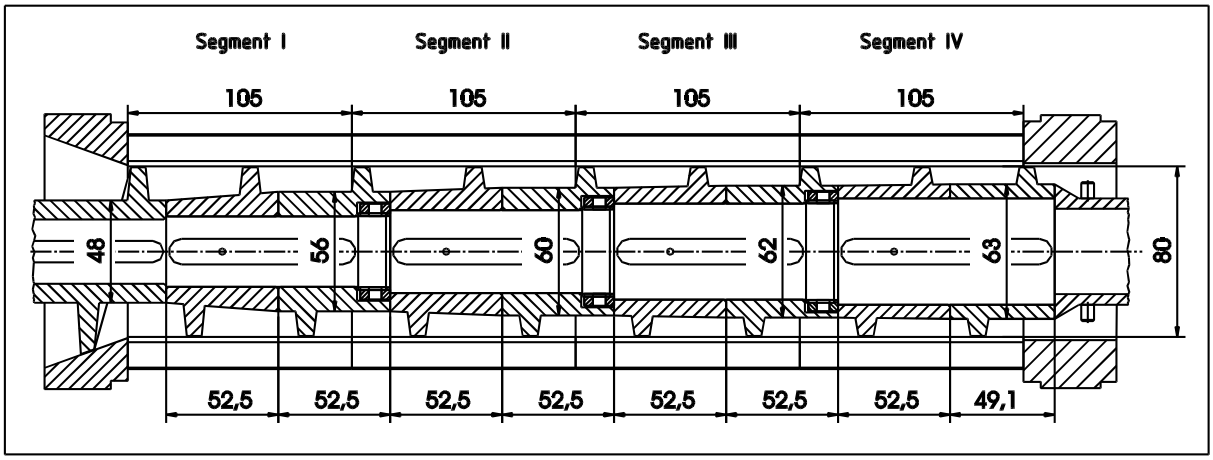


Abb. 3-8: Geometrie der vierstufigen Versuchsschnecke (alle Maßangaben in mm)

Zunächst wird die gesamte Preßdauer eines Versuchs nach der Vorverdichtung auf einen Wert von 3 Minuten, entsprechend der drehzahlabhängigen durchschnittlichen Verweilzeit in der Schneckenpresse, festgelegt. Die Zeitmessung beginnt nach der Vorkompression. Dementsprechend liegt die Vorkompression in der negativen Zeitskala. Bei der realen Schneckenpresse liegt der erste zu verzeichnende Ölaustritt nach der Vorverdichtung im ersten Seiherabschnitt bei einer Komprimathöhe von 16,0 mm, die als feststehender Wert $z_1' = z_A$ ebenfalls für die Linearpreßversuche gelten soll (vgl. Kap. 2.5). Die Materialeinwaage wurde mit 65,5 g so gewählt, daß nach der Vorkompression mit einer Kolbengeschwindigkeit von 20 mm/min bei einer Komprimathöhe von 16,0 mm der erste Ölaustritt über den Seiher zu verzeichnen ist. Der Oil-Point fällt mit dem ersten zu verzeichnenden signifikanten Fluiddruckanstieg im Komprimat zusammen.

Die Reduzierung der Kompressions-Geschwindigkeit auf 10 bzw. 5 mm/min führt zu keiner Veränderung der Kompressionskraft oder des Ölaustritts. Die Endkompri-

mathöhe nach vierstufiger Kompression beträgt in der Schneckenpresse 8,5 mm. Die in der Linearpresse erzielbare Endkomprimathöhe ist durch die festen Systemgrenzen entsprechend größer. Der Sachverhalt ist mit Abb. 2-24 im Kap. 2.4.4 bereits dargelegt worden. Die Festlegung der Endkomprimathöhe im Linearpreßversuch erfolgt über kontinuierliche Versuche mit variabler Kompressions-Geschwindigkeit entsprechend Abb. 3-9.

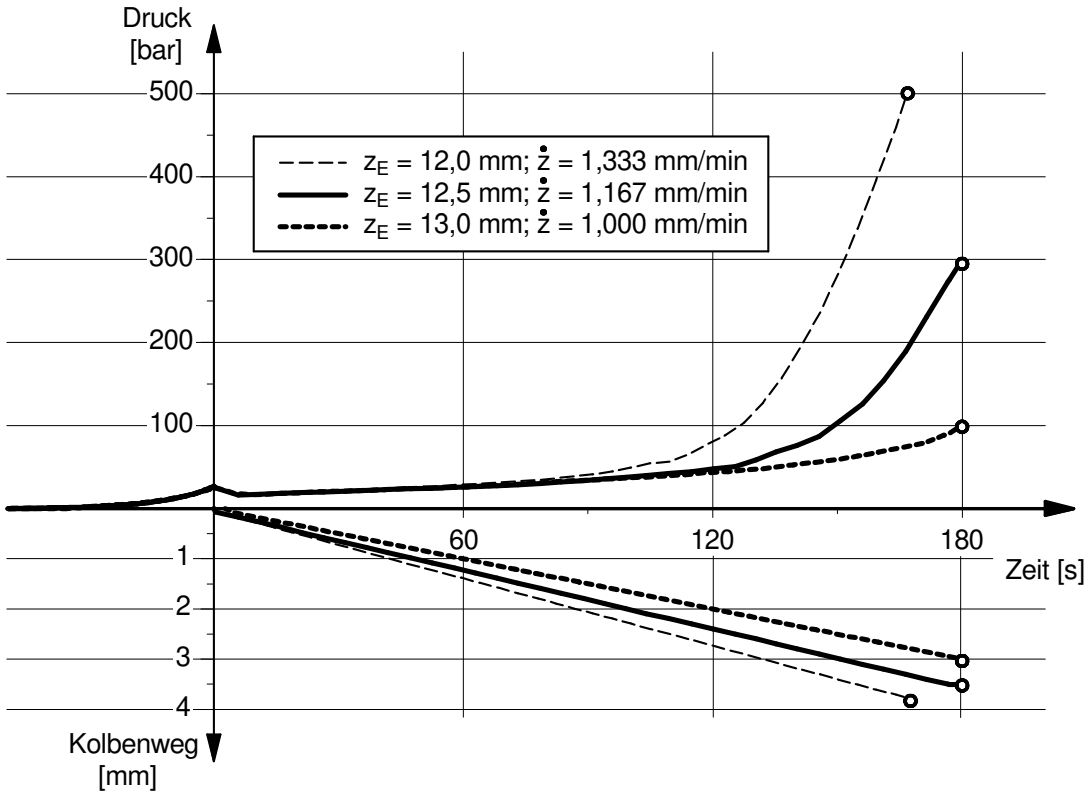


Abb. 3-9: Einfluß der Kompressions-Geschwindigkeit auf Komprimatendhöhe und Komprimatdruck bei kontinuierlicher Kompression

Die kontinuierliche Kompression beschreibt als Grenzfall die Kompression mit unendlicher Stufenzahl. Die Kompressions-Geschwindigkeit ergibt sich aus der Versuchsdauer von 3 min und der angefahrenen Endkomprimathöhe. Aufgrund dieser in Abb. 3-9 dargestellten Versuche wurde eine Komprimatendhöhe von 12,5 mm für die weiteren Untersuchungen mit diesen Material-Parametern gewählt. Eine Komprimatendhöhe von 12,0 mm läßt sich bis zum zulässigen Gesamtdruck von 500 bar nicht erzielen; eine Komprimatendhöhe von 13,0 mm führt dagegen nur zu geringen Komprimatdrücken. Geringfügig höhere Kompressions-Geschwindigkeiten führen bei hoher Kompression zu deutlich schneller ansteigenden Komprimatdrücken. Im Bereich niedriger Kompression sind dagegen keine Unterschiede festzustellen.

In der Tabelle 3-7 sind die konstanten Versuchsparameter für alle Versuche unter Variation der Kompressions-Parameter zusammengefaßt dargestellt.

Tabelle 3-7: Standardparameter der Versuche unter Variation der Kompressions-Parameter

Material-Parameter	**Symbol**	**Wert**
Materialeinwaage	M	65,5 g
Hüllengehalt	xH	3 % drb
Wassergehalt	xW	4,5 %
Aufschlußgrad	A	25 %
Denaturierungsgrad	D	0 %
Preßtemperatur	T	30 °C
Kompressions-Parameter	**Symbol**	**Wert**
Schüttungshöhe	z_o	32,5 mm
Geschwindigkeit Vorkompression	$\dot{z}_1^o$	20 mm/min
Komprimatanfangshöhe	$z_1' = z_A$	16,0 mm
Komprimatendhöhe	$z_1 = z_E$	12,5 mm
Versuchsdauer nach Vorkompression	t_{ges}	180 s

Vierstufiger Standardversuch

Unter Berücksichtigung der zuvor festgelegten Parameter soll in Anlehnung an die vierstufige Kompression in der Versuchs-Schneckenpresse (vgl. Abb. 3-8) ein vierstufiger Standardversuch definiert werden. Mit diesem Standardversuch soll einerseits der Einfluß varianter Material-Parameter untersucht werden, andererseits soll durch Variation der Standard-Kompressions-Parameter das kompressionsabhängige Komprimatverhalten ermittelt werden. In dem in Kap. 2.4.4 vorgestellten Übertragungsmodell "Schneckenpresse-Linearpresse" wird eine kontinuierliche axiale Transportgeschwindigkeit im Schneckenkanal postuliert. Der 3-minütige vierstufige Linearpreßversuch wird daher in gleich lange Kompressions- und Relaxationsphasen (Δt_{Kj}, Δt_{Rj}) von je 22,5 s unterteilt. Die Festlegung der Stufen-Kompressionsgrade KG_j für den Standardversuch erfolgt anhand der im Kap. 4.1.2 gezeigten Ergebnisse für variante Stufen-Kompressionsgrade KG_j. Die Kompressions-Parameter für den Standard-Preßversuch sind der Tabelle 3-8 zu entnehmen.

Tabelle 3-8: Kompressions-Parameter für vierstufigen Standard-Preßversuch

Stufe j	**Kompressionsgrad** KG_j [%]	**Geschwindigkeit** $\dot{z}_j$ [mm/min]	**Stufenendhöhe** z_j [mm]
1	45	4,20	14,425
2	25	2,33	13,550
3	15	1,40	13,025
4	15	1,40	12,500

Die Auswahl dieser Parameter erfolgte unter der Vorgabe, eine Druckkinetik zu erzielen, die einen kontinuierlichen Druckanstieg von Stufe zu Stufe mit möglichst niedrigem Maximaldruck in der vierten Kompressionsstufe gewährleistet. Darüber hinaus sollte der charakteristische Druckverlauf mit erst degressivem Druckanstieg, der dann in einen progressiven übergeht, für jede Kompressionsstufe gegeben sein.

Auf der Basis dieses Standardversuchs werden folgende Versuchsreihen mit Variation unterschiedlicher Kompressions-Parameter durchgeführt:

- **Variation der Stufenzahl bei konstantem Stufen-Kompressionsgrad KG_j**
- **Variation des Stufen-Kompressionsgrades KG_j**
- **Relaxationsverhalten unter Variation des Kompressions-Parameter**
- **Variation der Dauer der einzelnen Relaxationsphasen**

Die durchgeführten Variationen der unterschiedlichen Kompressions-Parameter in den jeweiligen Versuchsreihen ergeben sich zum Teil aus den Ergebnissen der vorherigen Versuche. Aus diesem Grund haben die variierten Kompressions-Parameter selbst Ergebnischarakter und werden deshalb im Kap. 4.1 (Ergebnisse) ausführlich dargestellt. Die Versuche der ersten beiden Versuchsreihen wurden nur einmal gefahren. Die Versuche der letzten beiden Versuchsreihen wurden jeweils dreimal durchgeführt. Dargestellt wird jeweils der Versuch mit den mittleren Druckwerten.

3.3.3 Versuche unter Variation der Material-Parameter

Um den Einfluß der Material-Parameter auf die Komprimat-Eigenschaften zu ermitteln, wurden alle Versuche mit den Kompressions-Parametern des in Kap. 3.3.2 beschriebenen Standardversuchs durchgeführt. Als Ausgangsmaterial für die Versuche unter Variation der Material-Parameter wurde Saat 97 (vgl. Tabelle 3-1) mit einem

reduzierten Hüllengehalt von xH_{SR} = 3,4 % drb verwendet. Die Auswahl und das Spektrum der zu untersuchenden Material- und Betriebsparameter erfolgte zum einen orientiert an den Literatur-Werten, zum anderen unter Vorgabe der Ermittlung der Spezifika schalenreduzierter Saat. Die **fett** gedruckten Parameter in der Tabelle 3-9 sind die verwendeten Standardgrößen, die bei Variation einzelner Parameter konstant bleiben.

Tabelle 3-9: Versuchsprogramm der vierstufigen Preßversuche zur Untersuchung der Material-Parameter

Symbol	Versuchsparameter	Spektrum
H	Hüllengehalt xH in % drb.	2 / **3,4** / 6 / 9 / 17,1
W	Wassergehalt xW in %	3 / **4** / 5 / 6
D	Denaturierungsgrad der Proteine in %	**0** / 50 / 100
A	Mechanischer Aufschlußgrad in %	**25** / 85
E	Material extrahiert: nein / ja	**0** / 1
T	Preßtemperatur in °C	**30** / 50 / 70 / 90

Die theoretische Versuchsmatrix unter Verwendung aller möglichen Parameter-Kombinationen hat eine Größe von 960 Versuchen. Aus der theoretischen Versuchsmatrix wurden folgende Teilmatrizen realisiert:

- **Versuchsreihe HWT : 80 Versuche (D = 0 %; A = 25 %; E = 0)**
- **Versuchsreihe DWTA : 96 Versuche (H = 3,4 %; E = 0)**
- **Versuchsreihe E : 12 Versuche (E = 1)**

Wahl der Standardparameter für die Versuchsreihen:

Bei der Festlegung der Standardparameter für das Material wurden unterschiedliche Aspekte berücksichtigt, die im Folgenden kurz dargestellt sind:

- **Hüllengehalt von ca. 3,4 %:**
  - Erreichbarer Hüllengehalt bei guter Schälung und Konditionierung unter Verwendung einer qualitativ hochwertigen Saat (Standardwert der Labor-Schälanlage; vgl. Kap. 3.1.2).
  - Ein niedriger Schalengehalt von 3,4 % läßt die Effekte der Schalenreduktion auf das Komprimatverhalten deutlich werden.

- **Wassergehalt von 4 %:**
  - Ein Wassergehalt von 4 % der schalenreduzierten Saat ergibt sich durch Schälung einer Saat, die zuvor auf den optimalen Schäl-Wassergehalt von ca. 5 % getrocknet wurde. Die Reduzierung ergibt sich durch die Absichtung der Hüllen, die aufgrund ihrer Struktur einen höheren Gleichgewichts-Wassergehalt als das Kernfleisch haben (vgl. Kap. 3.1, [87]).
  - Komprimate aus nicht weiter vorbehandelter schalenreduzierter Saat haben bei einem Wassergehalt von ca. 4 % optimale Preßeigenschaften.
- **Nicht denaturierte Saat (Denaturierungsgrad = 0 %):**
  - Kaltgepreßte Öle aus nicht hydrothermisch konditionierten Saaten haben eine bessere Ölqualität.
- **Nicht flockierte Saat (Aufschlußgrad 25 %):**
  - Eine gezielte Flockierung mit entsprechender Konditionierung ist wie die hydrothermische Konditionierung in dezentralen Anlagen der Ausnahmefall.
  - Die durch eine Flockierung deutlich veränderten Komprimat-Eigenschaften würden die Einflüsse der anderen kombinierten Material-Parameter überdecken und damit deren Interpretation erschweren.
- **Preßtemperatur 30°C (Kaltpressung):**
  - Die Kaltpressung ohne thermische Beanspruchung in der Presse liefert bessere Ölqualitäten.

3.3.4 Versuche zur Komprimat-Drainage

Der in Kap. 3.2.1 vorgestellte Versuchsstand mit UPM und Hydraulikpresse ermöglicht die Kompression in der Linearpresse bei gleichzeitiger Durchströmung mit einem Fluid. Die Versuche zur Ermittlung der Komprimat-Drainage unter Kompression wurden hinsichtlich der Kompression in der Linearpreßkammer analog zu den Versuchen ohne Drainageöl-Zuführung entsprechend der Beschreibung in Kap. 3.3.1 durchgeführt. Die Kompressions-Parameter für die Untersuchungen zur Komprimat-Drainage wurden auf der Basis des Standardversuchs ausgewählt. Es wurden die gleichen Komprimathöhen z_j mit den gleichen Kompressions-Geschwindigkeiten $\dot{z}_j$ angefahren, lediglich die kurzen Relaxationsphasen des Standardversuchs von t_{Rj} = 22,5 s erwiesen sich als deutlich zu kurz für die Ermittlung der Komprimat-Drainage. Der kompressionsbedingte Fluiddruck im Komprimat wird bei der Druckverlustmessung des Drainageöls mit erfaßt und beeinträchtigt die Permeabilitätsmessung. Aus diesem Grunde wurden die Relaxationsphasen auf t_{Rj} = 900 s verlängert, um nach fortge-

schrittener Relaxation der kompressionsbedingten Komprimatdrücke einen angenähert stationären Zustand während der Komprimat-Durchströmung zu ermöglichen. Zusätzlich wurde nach der Vorkompression eine Relaxationsphase mit einer Dauer von 900 s eingefügt, um auch die Drainage des Komprimats mit der Ausgangshöhe z_A bestimmen zu können.

Als Drainage-Fluid wird raffiniertes Rapsöl verwendet. Es hat die gleiche vermessene temperaturabhängige Viskosität wie abgepreßtes Rapsöl. Das Drainageöl wird im Drainageöl-Zylinder durch eine Mantelheizung auf die Preßtemperatur vorgewärmt und mit handgesteuertem Vorschub der Hydraulikpresse über Druckschläuche bis zur hohlgebohrten Kolbenstange des durchlässigen Kolbens der Preßkammer gefördert. Über die Verteilerplatte des Kolbens wird das Öl gleichmäßig durch die Oberfläche des Komprimats gepreßt. Im Drainageöl-Zylinder wird der Drainage-Öldruck p_{DL} bei dem gemessenen Volumenstrom erfaßt. Dieser Druck entspricht dem Druckverlust des Drainageöls bei der Durchströmung des Komprimats mit bekannter Komprimathöhe, da unterhalb des Seihers Umgebungsdruck vorliegt.

Das in Kap. 2.1.2 bereits angeführte Gesetz von DARCY (Gl. 2-1) läßt sich für die Berechnung der integralen Komprimat-Drainage bei der Komprimathöhe z_j im realisierten Versuchsstand mit Gleichung (3-9) modifizieren:

$$B = \frac{\eta \cdot z_j \cdot v}{p_{DL}} \qquad (3\text{-}9)$$

Drainageöl-Zylinder und Linearpreßkammer wurden mit dem exakt gleichen Durchmesser gefertigt. Daher ist die Kolbenvorschubs-Geschwindigkeit $\dot{z}_{DL}$ des Drainage-Öl-Zylinders identisch mit der Leerrohr-Geschwindigkeit v des Drainageöls in der Preßkammer. In Gleichung (3-10) wurde daher die Fluidgeschwindigkeit durch die Kolbenvorschubs-Geschwindigkeit $\dot{z}_{DL}$ ersetzt:

$$B = \frac{\eta \cdot z_j \cdot \dot{z}_{DL}}{p_{DL}} \qquad (3\text{-}10)$$

Der möglichst konstante Volumenstrom des Drainageöls wird vor dem Beginn des Preßversuchs in der Linearpresse eingestellt. Aus Vorversuchen wurde ein maximaler Volumenstrom von 20 mm^3/s für das Drainageöl ermittelt, mit dem die Permeabilitätsmessungen der Komprimate zu realisieren waren. Dieser Volumenstrom entspricht einer Leerrohr-Geschwindigkeit und damit Kolbenvorschubs-Geschwindigkeit des Drainageölkolbens von 0,3 mm/s. Diese Geschwindigkeit liegt im unteren Regelbereich der manuell geregelten Hydraulikpresse, woraus sich zum Teil deutliche Schwankungen ergaben. Sobald Drainageöl über den Seiher der Preßkammer abfloß, wurde der Preßversuch über die Maschinensteuerung der UPM gestartet. Der mit der Komprimat-Kompression steigende Druck p_{DL} des Drainageöls erforderte eine ständi-

ge Nachregelung des Kolbenvorschubs, wodurch ebenfalls zum Teil deutliche Schwankungen auftraten.

Als Ausgangsmaterial für die Versuche zur Ermittlung der Komprimat-Drainage unter Variation der Material-Parameter wurde Saat 98 (vgl. Tabelle 3-1) mit einem reduzierten Hüllengehalt von xH_{SR} = 3,7 % drb verwendet. Die Auswahl und das Spektrum der untersuchten Material- und Betriebsparameter wird in Tabelle 3-10 gezeigt. Die Parameterauswahl orientiert sich an der Versuchsreihe zur Ermittlung der Material-Parameter im vierstufigen Standardversuch nach Tabelle 3-9.

Tabelle 3-10: Versuchsprogramm der vierstufigen Preßversuche zur Untersuchung der Komprimat-Drainage unter Variation der Material-Parameter

Symbol	Versuchsparameter	Spektrum
H	Hüllengehalt xH in % drb.	2 / 3,7 / 6 / 9 / 12 /15
W	Wassergehalt xW in %	3 / 4 / 5 / 6
D	Denaturierungsgrad der Proteine in %	0 / 100
A	Mechanischer Aufschlußgrad in %	25 / 85
T	Preßtemperatur in °C	30 / 50 / 70 / 90

4 Ergebnisse

4.1 Variation der Kompressions-Parameter

4.1.1 Variation der Stufenzahl bei konstantem Stufen-Kompressionsgrad

In dieser Versuchsreihe wurde der Einfluß der Stufenzahl (1 bis 8 Stufen) auf die Druckkinetik untersucht. Als Versuchsmaterial wurde schalenreduzierte Saat (Saat 96, vgl. Tabelle 3-1) mit den folgenden Parametern eingesetzt: Hüllengehalt 3,0 %, Wassergehalt 4,5 %, Aufschlußgrad 25 % und Denaturierungsgrad 0 %. Die Preßtemperatur betrug 30 °C.

Die Anfangskuchenhöhe z_A = 16,0 mm und die Endkuchenhöhe z_E = 12,5 mm (vgl. Kap. 3.3.2) sind unabhängig von der Stufenzahl einheitlich für alle Versuche. Die Kompressions- und Relaxationsdauer in jeder der n Stufen bei einem n-stufigen Versuch ist konstant und ergibt sich aus: Δt_{ges} /2n (n: Stufenzahl). Bei gleichem Stufen-Kompressionsgrad und gleicher Kompressions- und Relaxationsdauer in jeder Stufe ergibt sich die Kompressions-Geschwindigkeit zu 2,333 mm/min bei einer einheitlichen Versuchsdauer von 180 s. Mit diesen Festlegungen ergibt sich ein konstanter Stufen-Kompressionsgrad KG_j. Die Versuche sind in den Abb. 4-1 bis Abb. 4-4 dargestellt. Alle in den Abbildungen angegebenen Kompressions-Parameter haben die Einheiten entsprechend Tabelle 2-4. Die Preßversuche mit drei bis acht Stufen konnten mit den festgelegten Kompressions-Parametern gefahren werden, ohne daß der zulässige Gesamtdruck der Preßkammer von 500 bar überschritten wurde. Der einstufige Versuch wurde in der Kompressionsphase und der zweistufige Versuch in der Kompressionsphase der zweiten Stufe von der Maschinensteuerung wegen Drucküberschreitung abgebrochen. Um die Gesamtkompression von 3,5 mm in einer ein- und zweistufigen Pressung zu realisieren, müßte die Geschwindigkeit der Stufen herabgesetzt und somit auch die jeweilige Kompressions- und Relaxationsdauer verändert werden. Der in den Diagrammen als strichpunktierte Linie eingezeichnete Druckverlauf repräsentiert den kontinuierlichen Preßversuch ohne Relaxationsabschnitte mit theoretisch unendlich großer Stufenzahl. In diesem Preßversuch wurde die Gesamtkompression von 3,5 mm kontinuierlich mit einer konstanten Geschwindigkeit von 1,167 mm/min angefahren (vgl. Abb. 3-9). Diesem Druckverlauf nähert sich die Druckkinetik der mehrstufigen Kompression mit größer werdender Stufenzahl an. Die Komprimat-Druckverläufe in den ersten Stufen der mehrstufigen Kompressionen liegen auf einem niedrigen Niveau und steigen erst in der letzten Stufe stark an. Aufgrund der konstanten Stufen-Kompressionsgrade KG_j erfahren die bereits stark komprimierten Preßkuchen in der letzten Stufe eine Kompression, die zu einer deutlichen Herabsetzung der Komprimat-Drainage mit entsprechend überproportional ansteigenden Fluiddrücken führt. Durch die Verteilung der Gesamtkompression auf die unter-

schiedliche Anzahl an Kompressionsphasen ergibt sich mit zunehmender Stufenzahl ein geringerer Kompressionsgrad je Stufe. Zudem vergrößert sich mit zunehmender Stufenzahl die Anzahl der Relaxationsabschnitte bei konstanter Gesamtrelaxationsdauer. Der Maximaldruck der letzten Kompressionsphase sinkt mit zunehmender Stufenzahl. Betrachtet man die Druckverläufe der einzelnen Versuche, so ist anzumerken, daß die Verläufe ab der zweiten Stufe zu Beginn einen deutlich degressiven Verlauf aufzeigen, der mit zunehmender Kompression weniger ausgeprägt ist. Die verrichtete gesamte Kompressionsarbeit und die Ölausbeute in Abhängigkeit von der Stufenzahl zeigt Tabelle 4-1.

Tabelle 4-1: Preßarbeit W und Expulsatmenge E in Abhängigkeit von der Stufenzahl bei konstantem Stufen-Kompressionsgrad KG_j

Stufenzahl n	**1***	**2***	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**
Preßarbeit W [Nm]	164,2	165,9	160,5	159,9	150,2	153,6	141,0	145,9
Expulsatmenge E [g]	4,5	6,8	6,9	7,2	6,9	7,0	7,0	7,2

* Versuche wegen Drucküberschreitung abgebrochen

Die Werte der Tabelle 4-1 zeigen in der Tendenz ein Verringerung der Arbeit mit steigender Stufenzahl. Die Expulsatmenge ist mit Ausnahme der abgebrochenen Versuche gleich hoch und damit nur von der Gesamtkompression abhängig.

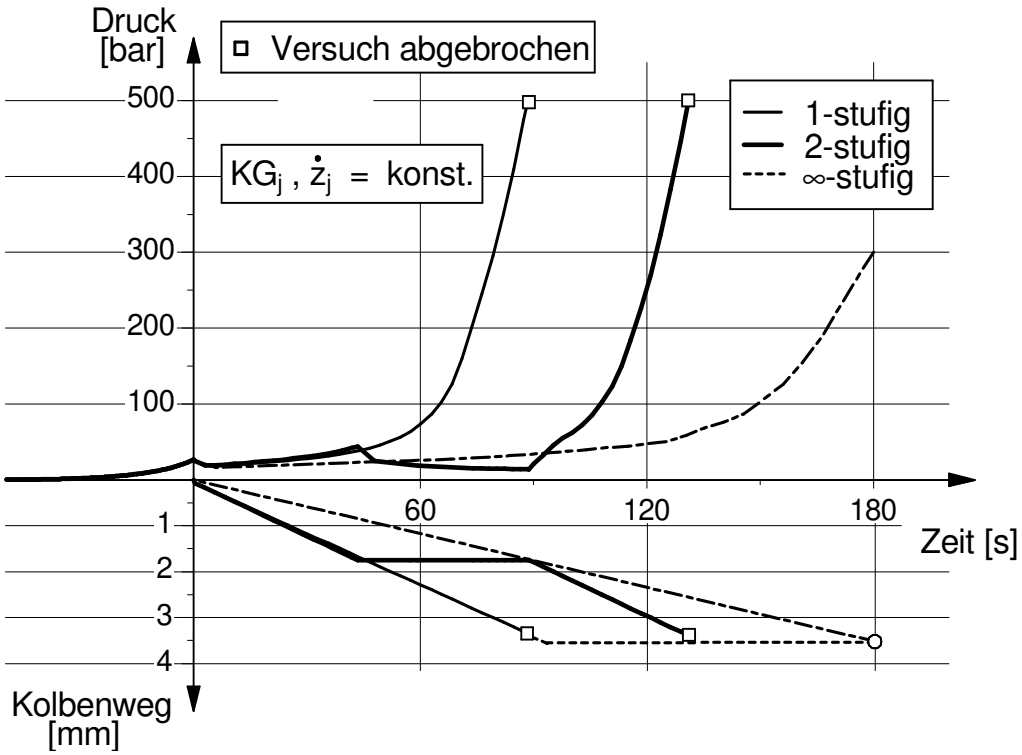


Abb. 4-1: Ein- und zweistufige Preßversuche bei konstantem Stufen-Kompressionsgrad KG_j

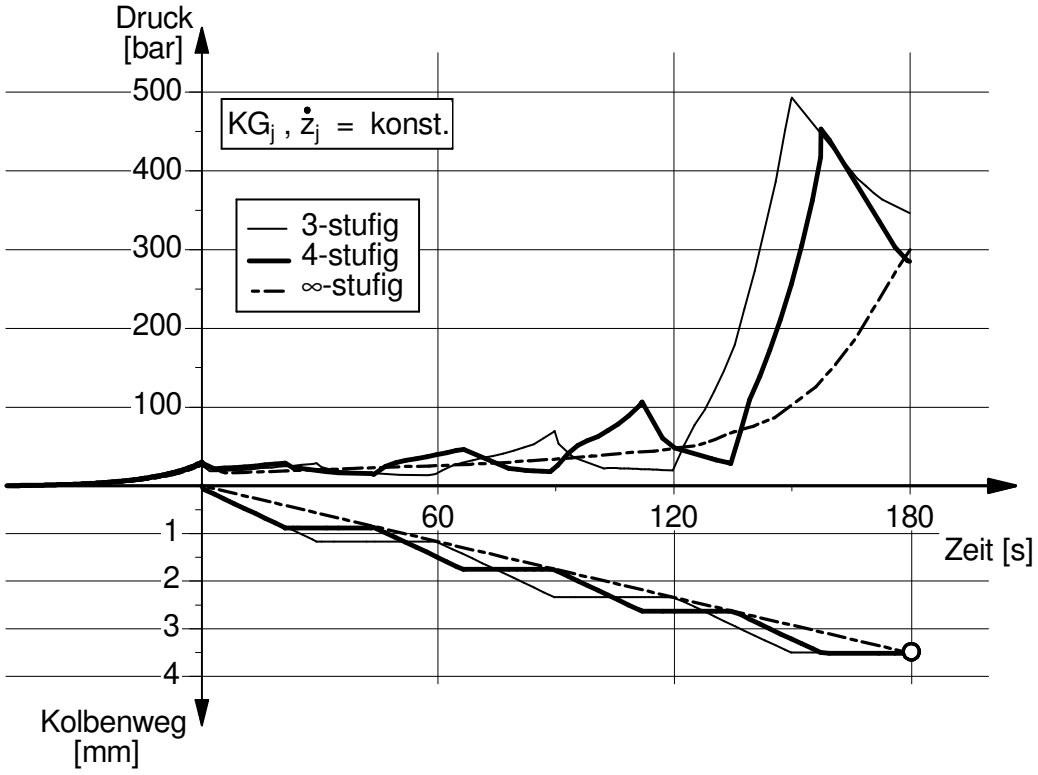


Abb. 4-2: Drei- und vierstufige Preßversuche bei konstantem Stufen-Kompressionsgrad KG_j

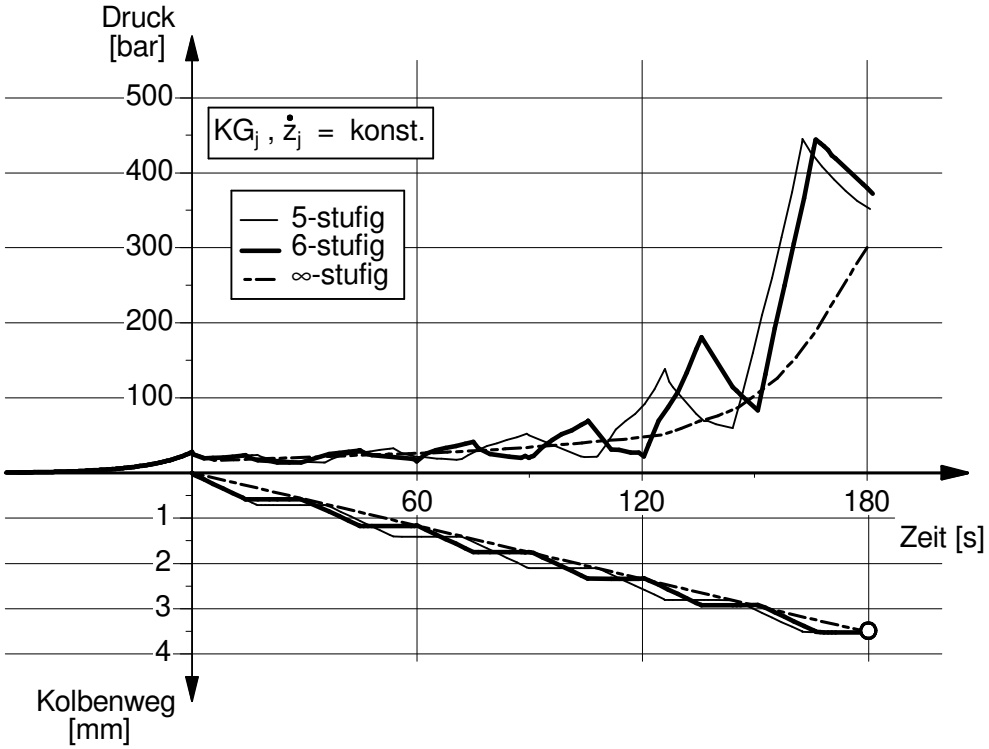


Abb. 4-3: Fünf- und sechsstufige Preßversuche bei konstantem Stufen-Kompressionsgrad KG_j

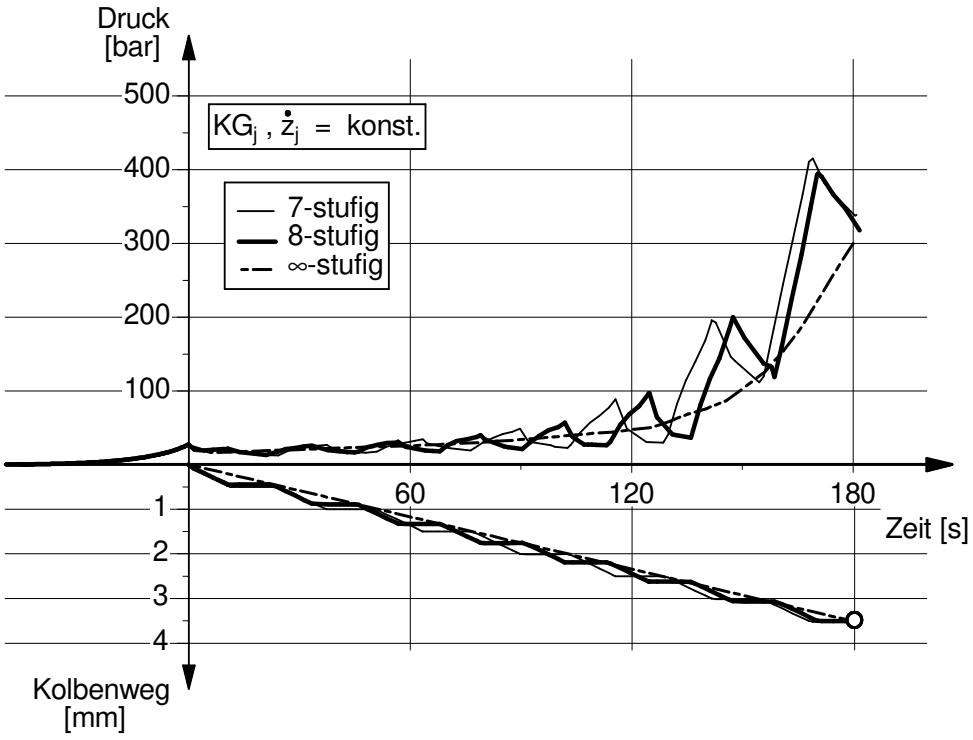


Abb. 4-4: Sieben- und achtstufige Preßversuche bei konstantem Stufen-Kompressionsgrad KG_j

4.1.2 Variation des Stufen-Kompressionsgrades

In dieser Versuchsreihe wurde der Einfluß des Stufen-Kompressionsgrades KG_j auf die Druckkinetik untersucht. Als Versuchsmaterial wurde schalenreduzierte Saat (Saat 96, vgl. Tabelle 3-1) mit den folgenden Parametern eingesetzt: Hüllengehalt 3,0 %, Wassergehalt 4,5 %, Aufschlußgrad 25 %, Denaturierungsgrad 0 % und Preßtemperatur 30 °C.

Durch die unterschiedliche Aufteilung einer festgelegten Gesamtkompression auf vier Kompressionsstufen kann der Druckverlauf stark beeinflußt werden, wie die Versuche in Abb. 4-5 zeigen. Die jeweiligen Stufen-Kompressionsgrade KG_j in % sind in der Abb. 4-5 angegeben.

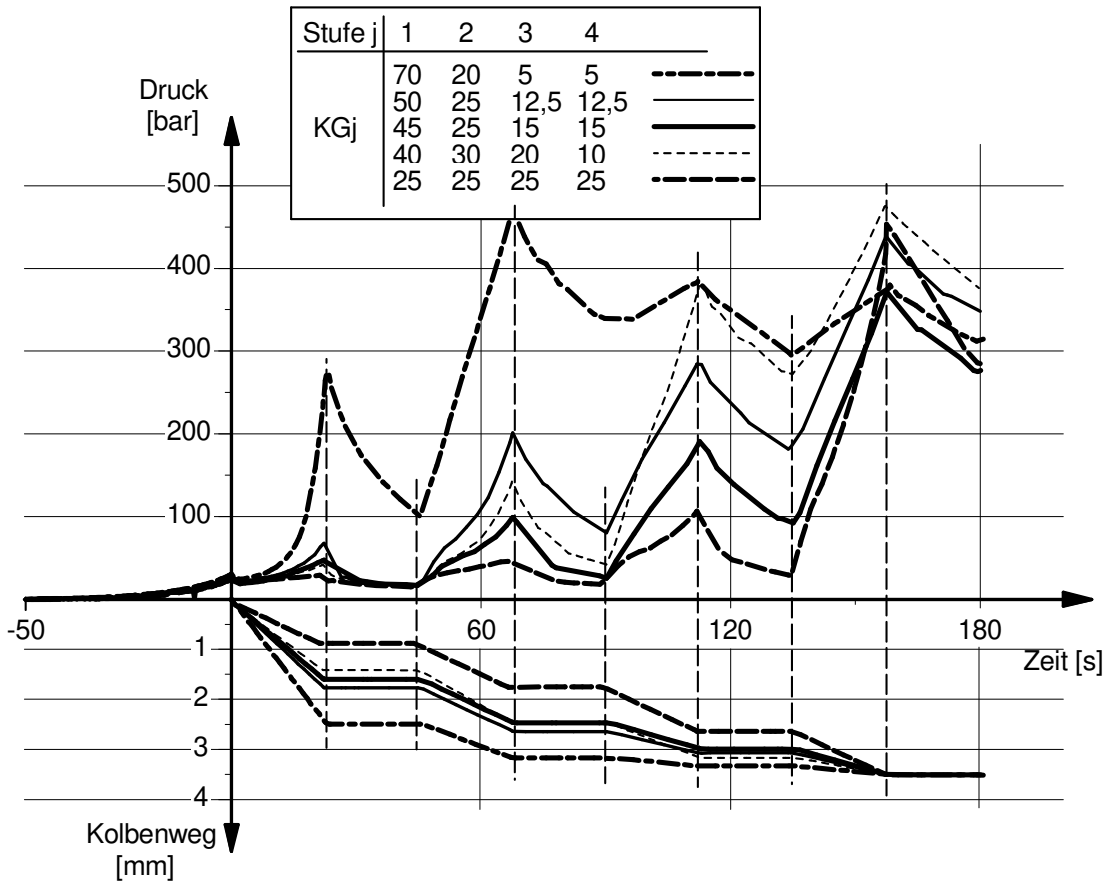


Abb. 4-5: Vierstufiger Preßversuch mit Variation des Stufen-Kompressionsgrades KG_j

Durch Variation der Stufen-Kompressionsgrade KG_j für einen vierstufigen Preßversuch ändern sich die einzelnen Kompressions-Geschwindigkeiten und die Komprimat-Höhendifferenzen je Stufe bei gleicher Kompressions- und Relaxationsdauer für alle Stufen. Die Materialeinwaage mit 65,5 g und die Komprimathöhen mit z_A = 16,0 mm

(nach Vorkompression) und z_E = 12,5 mm (Endhöhe) werden entsprechend Kap. 3.3.2 als konstante Größen gesetzt. Es zeigt sich, wie auch in der vorangegangenen Versuchsreihe unter Variation der Stufenzahl, daß der Komprimat-Druckverlauf zu Beginn jeder Kompressionsstufe einen deutlich zu erkennenden degressiven Verlauf aufweist, wenn der Gesamtdruck auf einem niedrigeren Niveau liegt. Sobald der Druckverlauf an den oberen Grenzwert der UPM von 500 bar heranreicht, entwickelt sich ein progressiver bis linearer Verlauf in der Kompressionsphase.

Ein hoher Stufen-Kompressionsgrad KG_1 in der ersten Stufe bewirkt ein hohes Druckniveau in den weiteren Stufen. Der Stufen-Kompressionsgrad KG_1 = 70 % führt bereits in der ersten Stufe mit ca. 275 bar zu einem hohen Komprimatdruck, der in der nachfolgenden Relaxationsphase nicht mehr ausreichend abgebaut werden kann. Die nachfolgende Kompression mit KG_2 = 20 % erhöht damit den Komprimatdruck bis auf ca. 470 bar. Die mit $KG_{3,4}$ = 5 % niedrigen Kompressionsgrade der letzten Stufen führen zu keinem weiteren Anstieg über das Niveau der zweiten Stufe hinaus. Die insgesamt verrichtete Arbeit ist mit 230,6 Nm im Vergleich zu den anderen Versuchen sehr hoch.

Der Versuch mit dem konstanten Stufen-Kompressionsgrad KG_j = 25 % zeigt, daß die relativ starke Kompression in der vierten Stufe zu einem überproportionalen Anstieg des zuvor niedrigen Komprimatdrucks bis an die Lastgrenze der UPM führt. Von Stufe zu Stufe stetig steigende Komprimatdrücke mit möglichst geringem Maximaldruck in der vierten Kompressionsstufe sind nur durch Anpassung der Stufen-Kompressionsgrade zwischen den zuvor beschriebenen Extrema zu erzielen. Ein KG_1 von 50 % führt trotz entsprechend geringer Stufen-Kompressionsgrade in den nachfolgenden Stufen noch zu sehr hohen Komprimatdrücken. Setzt man den Stufen-Kompressionsgrad KG_1 in der ersten Stufe auf 40 % herab, so erfordert dies eine Aufstockung der Kompressionsgrade in den weiteren Stufen. Der Stufen-Kompressionsgrad wurde in diesem Versuch kontinuierlich von Stufe zu Stufe um 10 % reduziert. Die Druckkinetik dieses Versuchs verläuft in den ersten beiden Stufen auf einem noch recht geringen Niveau, bevor der Druck in der dritten und vierten Stufe stark ansteigt und sich dem Grenzwert der Preßeinrichtung mit ca. 480 bar nähert und damit den höchsten Gesamtdruck dieser Versuchsreihe aufweist. Die Kompressionsgrade der ersten Stufe von 50 bzw. 40 % würden eine Variation von Material- und Kompressions-Parametern ohne Überschreitung des zulässigen Arbeitsbereiches der Linearpresse nur eingeschränkt ermöglichen. Bei einem mittleren Stufen-Kompressionsgrad KG_1 = 45 % zeigt sich, daß die Druckkinetik bereits in der zweiten Stufe auf einem geringeren Niveau gegenüber der Druckkinetik mit KG_1 = 50 % verläuft. Bei den gewählten Kompressionsgraden der nächsten Stufen steigt das Druckniveau stetig bis auf den geringsten Maximaldruck der vierten Stufe dieser Versuchs-

reihe. Auch die verrichtete Arbeit weist mit diesen Stufen-Kompressionsgraden den geringsten Wert auf (vgl. Tabelle 4-2).

Tabelle 4-2: Verrichtete gesamte Kompressionsarbeit des vierstufigen Preßversuchs unter Variation des Stufen-Kompressionsgrades KGj

KG (1/2/3/4) [%]	**Gesamtarbeit [Nm]**
KG (70/20/5/5)	230,6
KG (50/25/12,5/12,5)	185,7
KG (45/25/15/15)	148,6
KG (40/30/20/10)	191,7
KG (25/25/25/25)	159,9

Die Kompressions-Parameter KG (45/25/15/15) werden als Standardparameter für weitere Experimente festgelegt (vgl. Kap. 3.3.2). Der verfahrene Kolbenweg des ermittelten Standardversuchs mit der resultierenden Gesamtdruckkinetik, zerlegt in die Komponenten Fluid- und Feststoffdruck, ist in Abb. 4-6 dargestellt.

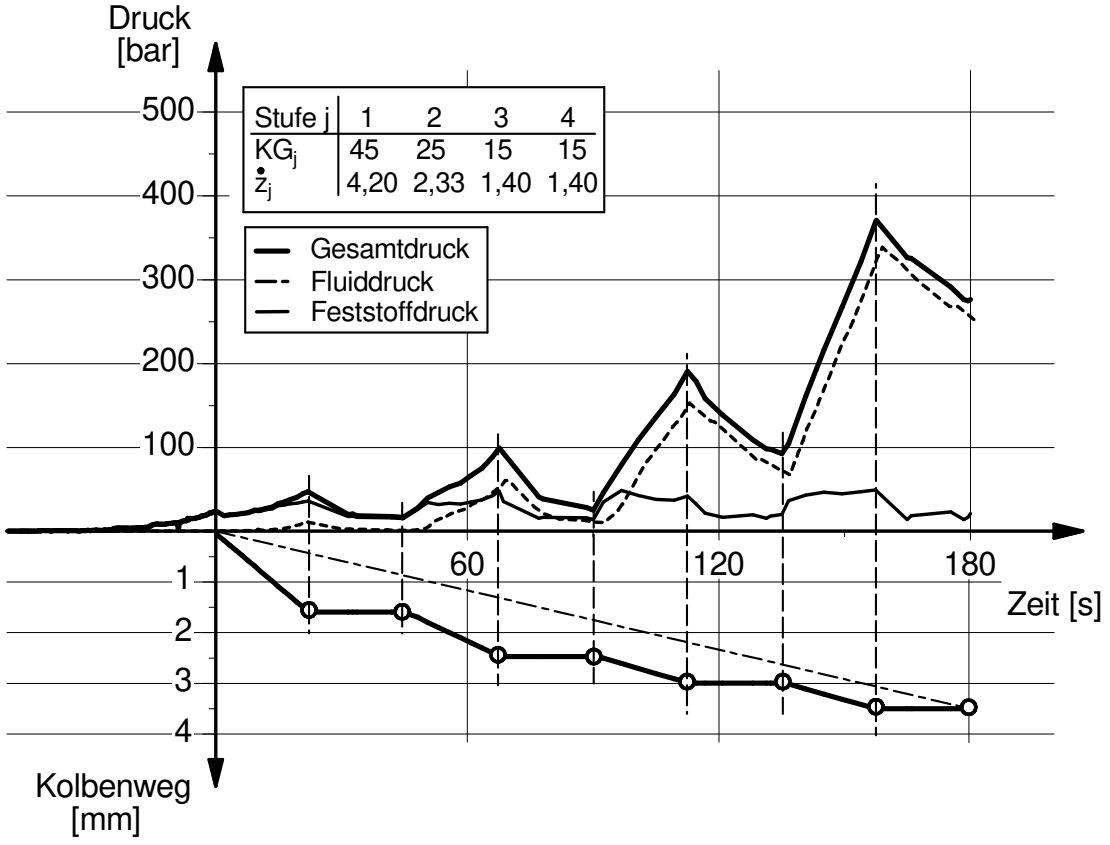


Abb. 4-6: Vierstufiger Standardversuch zur Untersuchungen des Relaxations- und Materialverhaltens

Diese Kompressions-Parameter ermöglichen Versuche mit einer großen Variation von Material-Parametern ohne Drucküberschreitung in der Linearpreßkammer. Der Gesamtdruck der ersten Stufe wird fast ausschließlich von dem Feststoffdruck gebildet, der bei weiterer Kompression nur noch geringfügig ansteigt. Der anfangs degressive Druckkinetikverlauf ab der zweiten Kompressionsphase ist deutlich zu erkennen. In der dritten und vierten Stufe dominiert der Fluiddruck den Gesamtkomprimatdruck. Der Verlauf der Druckkomponenten in den Relaxationsphasen läßt erkennen, daß der Feststoffdruck auf ein nahezu konstantes Niveau abfällt, der relaxierte Fluiddruck dagegen mit steigender Kompression zunimmt. Die verrichtete Arbeit dieser Trennpreßoperation beträgt 148,6 Nm bei einer Expulsatmenge von 7,5 g.

4.1.3 Relaxationsverhalten unter Variation der Kompressions-Parameter

Anhand dieser Versuchsreihe wird dargestellt, welcher Zusammenhang zwischen den relaxierten Komprimatdrücken, den Kompressions-Parametern und der Relaxationsdauer besteht. Zudem soll quantifiziert werden, wie die Relaxationsdauer die elastischen Rückstellkräfte beeinflußt. Als Versuchsmaterial wurde wie in den zuvor gezeigten Versuchsreihen schalenreduzierte Saat (Saat 96, vgl. Tabelle 3-1) mit den folgenden Parametern eingesetzt: Hüllengehalt 3,0 %, Wassergehalt 4,5 %, Aufschlußgrad 25 %, Denaturierungsgrad 0 % und Preßtemperatur 30 °C.

In einer ersten Versuchsreihe (vgl. Abb. 4-7) wird der Standardversuch bis zu jeder der vier Komprimathöhen z_j unter mehrstufiger Kompression gefahren. Nach jeder n-ten Stufe relaxiert das System für eine Dauer von 30 Minuten und man erhält den jeweiligen Relaxationsdruck $P_{jR(30\ min)}$.

In einer zweiten Versuchsreihe (vgl. Abb. 4-8) wird die durch den Standardversuch vorgegebene Komprimatendhöhe jeder Stufe kontinuierlich angefahren. Dabei stimmt die Kompressionsdauer bis zu der jeweils erreichten Kuchenendhöhe mit dem Standardversuch überein. Die Kompressions-Geschwindigkeiten werden entsprechend angepaßt. Nach der jeweils in einem Versuch angefahrenen Komprimatendhöhe jeder Stufe relaxiert das System wiederum für eine Dauer von 30 Minuten.

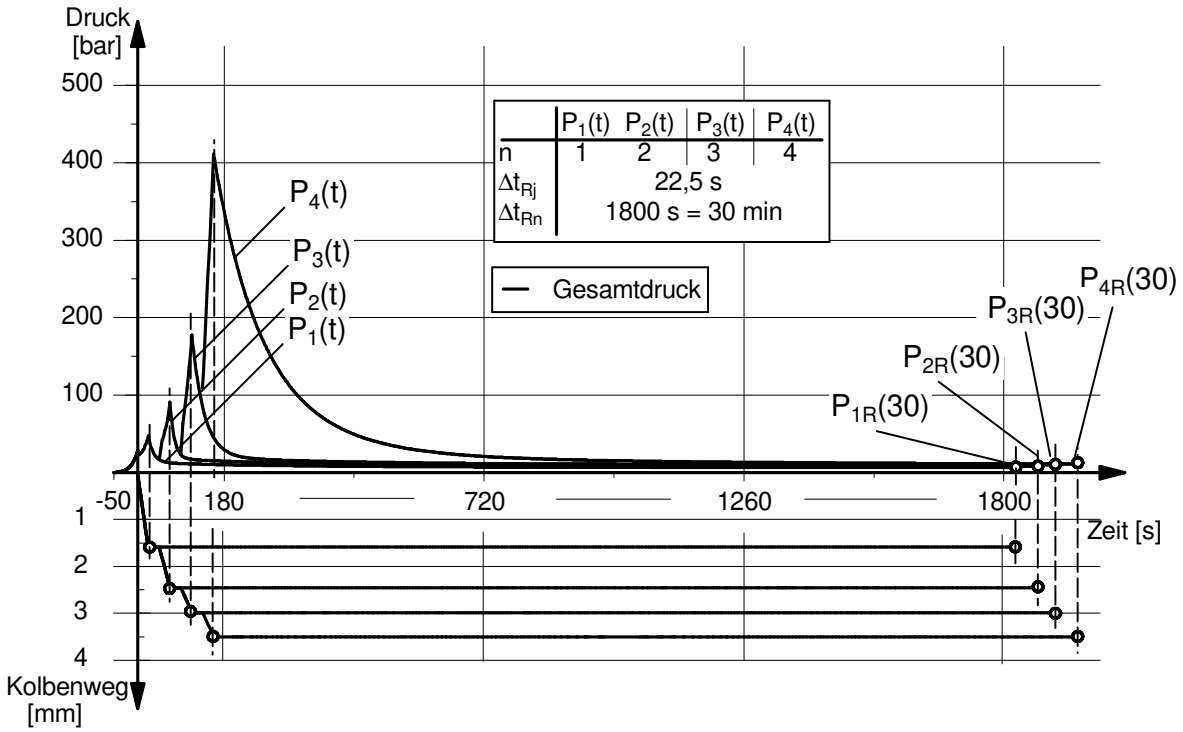


Abb. 4-7: Entwicklung des relaxierenden Komprimatdrucks in Abhängigkeit von der Kompression bei mehrstufiger Fahrweise

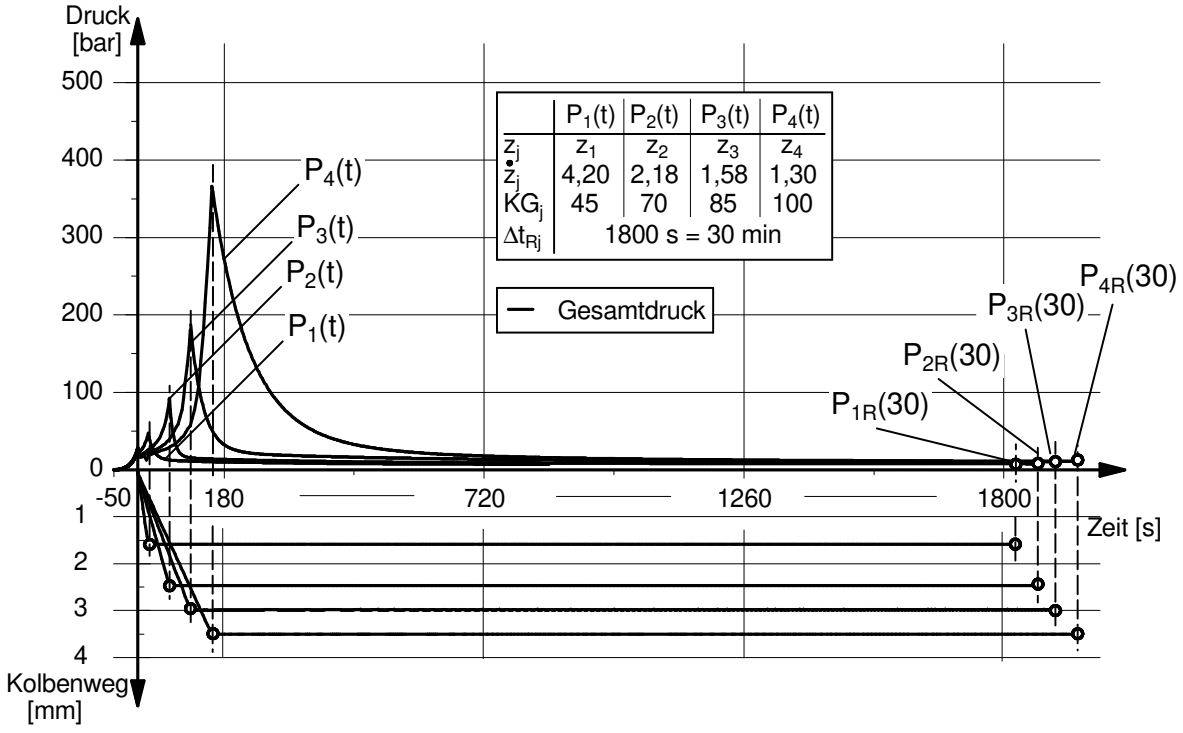


Abb. 4-8: Entwicklung des relaxierenden Komprimatdrucks in Abhängigkeit von der Kompression bei kontinuierlicher Fahrweise

Die Ergebnisse dieser beiden Versuchsreihen werden in der folgenden Tabelle 4-3 dargestellt. Zusätzlich sind die Relaxationsdrücke nach einer Relaxationsdauer von 15 h als angenäherte ideal-elastische Rückstelldrücke für die Versuchsreihe mit mehrstufiger Kompression angegeben.

Tabelle 4-3: Ergebnisse der Versuche für mehrstufige und kontinuierliche Kompression für jede Kompressionsstufe j: Stufenspitzendrücke P_j, Relaxationsdrücke $P_{jR(30\ min)}$ und $P_{jR(15\ h)}$, Kompressionsarbeit W_j und Expulsatmenge E_j

Stufe	Höhe	mehrstufige Kompression					kontinuierliche Kompression			
j	z_j	P_j	$P_{jR(30)}$	W_j	E_j	$P_{jR(15\ h)}$	P_j	$P_{jR(30)}$	W_j	E_j
[-]	[mm]	[bar]	[bar]	[Nm]	[g]	[bar]	[bar]	[bar]	[Nm]	[g]
1	14,425	47,6	6,4	62,9	4,7	6,18	47,6	6,4	62,9	4,7
2	13,55	90,9	8,0	79,1	6,3	7,73	92,4	8,1	76,7	6,4
3	13,025	177,9	11,1	100,8	7,8	10,05	187,4	10,3	95,0	7,8
4	12,5	411,7	11,1	155,8	9,1	10,05	366,1	10,6	134,2	9,3

Die Werte der bei den Preßoperationen eingebrachten Arbeit sind bei kontinuierlicher Fahrweise etwas geringer als bei mehrstufiger Kompression. Die gemessene Expulsatmenge nach 30-minütiger Relaxation ist abhängig vom Gesamtkompressionsgrad, nicht aber von der Stufenzahl und der Kompressionsgeschwindigkeit.

Die Spitzendrücke der ersten drei Kompressionsstufen erreichen unabhängig davon, ob mehrstufig oder kontinuierlich angefahren, nahezu die gleiche Werte. Der Maximaldruck der vierten kontinuierlich angefahrenen Kompressionsstufe ist dagegen um ca. 45 bar niedriger als bei mehrstufiger Kompression.

Die jeweils erreichten Relaxationsdrücke der Kompressionsstufen zeigen keine signifikante Abhängigkeit von der Kompressionsart (kontinuierlich oder mehrstufig), sondern nur vom erreichten Kompressionsgrad mit der Einschränkung, daß die Relaxationsdrücke der dritten und vierten Stufe nahezu gleich sind. Diese Relaxationsdrücke fallen durch eine auf 15 h verlängerte Relaxationsdauer nur noch um 3,6 bis 10,4 % (vgl. Tabelle 4-3). Nach einer Relaxationsdauer von 15 h konnte kein weiterer signifikanter Abfall der Relaxationsdrücke bzw. -kräfte festgestellt werden. Diese Werte repräsentieren die rein elastischen Rückstellkräfte der Feststoffmatrix, da keine Fluiddrücke mehr meßbar sind und werden als paralleles HOOKE-Element bei der Modellierung der Relaxationsphasen mit dem Multi-MAXWELL-Modell entsprechend dem in Kap. 2.4.3 gezeigten Verfahren für jeden auf dem Standardversuch basierenden Versuch mit

einbezogen. Diese Vorgehensweise ist zulässig, da mit dem gleichen Versuchsmaterial und den gleichen Material-Parametern gearbeitet wurde. Die Modellierungen der Relaxationsverläufe der unterschiedlich angefahrenen Komprimatzustände ergaben nahezu die gleichen Modellparameter und konnten mit drei MAXWELL-Körpern und einem parallelen HOOKE-Element beschrieben werden (vgl. Tabelle 4-4 und Tabelle 4-5).

Tabelle 4-4: Parameter des Multi-MAXWELL-Modells (gemäß Kap. 2.4.3) für kontinuierliche Kompression auf Komprimathöhe z_j

Kompressions-Parameter			**Parameter des Multi-MAXWELL-Modell**						
Stufe j	z_j	t_{Rj}	P_1	τ_1	P_2	τ_2	P_3	τ_3	P^*
[-]	[mm]	[s]	[bar]	[s]	[bar]	[s]	[bar]	[s]	[bar]
1	14,425	1800	34,2	10,8	4,2	176,9	3,0	640,1	6,2
2	13,55	1800	76,1	8,8	3,0	179,6	5,5	464,3	7,7
3	13,025	1800	162,3	25,5	6,0	185,8	9,0	651,2	10,1
4	12,5	1800	276,1	70,3	6,5	150,9	15	654,4	10,1

Tabelle 4-5: Parameter des Multi-MAXWELL-Modells (gemäß Kap. 2.4.3) bei mehrstufiger Kompression auf Komprimathöhe z_j

Kompressions-Parameter			**Parameter des Multi-MAXWELL-Modell**						
Stufe j	z_j	t_{Rj}	P_1	τ_1	P_2	τ_2	P_3	τ_3	P^*
[-]	[mm]	[s]	[bar]	[s]	[bar]	[s]	[bar]	[s]	[bar]
1	14,425	1800	34,2	10,8	4,2	176,9	3,0	640,1	6,2
2	13,55	1800	72,9	9,1	4,5	167,9	5,8	571,0	7,7
3	13,025	1800	156,7	25,0	5,2	190,2	6	449,3	10,1
4	12,5	1800	264,5	88,7	12,0	161,8	14,5	727,0	10,1

Die Relaxationszeit τ_1 und der P_1-Wert des ersten MAXWELL-Körpers MX steigen mit zunehmendem Kompressionsgrad an. Die Relaxationszeit τ_2 des 2. MX bleibt nahezu mit einer Dauer von ca. 180 s konstant und der P_2-Wert steigt nur geringfügig mit dem Kompressionsgrad an. Auch der 3. MX zeigt eine nahezu konstante Relaxationszeit τ_3 von ca. 600 s und einen ebenso geringfügigen Anstieg des P_3-Wertes mit der Kom-

pression. Die P_i-Werte des 2. und 3. MX sind deutlich niedriger als der P_1-Wert des 1. MX. Die P_i-Werte repräsentieren den quantitativen Anteil an der Gesamtrelaxation der jeweiligen MAXWELL-Körper.

4.1.4 Variation der Relaxationsdauer

Ausgehend vom Standardversuch wird in dieser Versuchsreihe die Dauer der Relaxationsphasen der drei ersten Stufen verändert. Die Relaxationsdauer der vierten Stufe wird nicht untersucht, da keine Kompressionsstufe mehr folgt. Die Relaxationsdauer wird anhand der ermittelten Relaxationszeiten τ_i der einzelnen MAXWELL-Körper der vorhergehenden Versuchsreihen (Kap. 4.1.2 und 4.1.3) innerhalb der Grenzwerte 0 und 1800 s variiert. Die Ergebnisse für alle Variationen der Relaxationsdauer der ersten Relaxationsphase sind in den Abb. 4-9 bis Abb. 4-16 dargestellt. Die Abbildungen mit den Ergebnissen der variablen Relaxationsphasen der zweiten und dritten Stufe werden nur soweit erforderlich dargestellt. Alle Versuche wurden dreifach durchgeführt. Dargestellt ist jeweils der Versuch mit den repräsentativen mittleren Werten. Als Versuchsmaterial wurde wie in den zuvor gezeigten Versuchsreihen schalenreduzierte Saat (Saat 96, vgl. Tabelle 3-1) mit den folgenden Parametern eingesetzt: Hüllengehalt 3,0 %, Wassergehalt 4,5 %, Aufschlußgrad 25 %, Denaturierungsgrad 0 % und Preßtemperatur 30 °C.

Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe

Für die erste Stufe wurden folgende acht unterschiedlich langen Relaxationsphasen untersucht: Δt_{R1} = 0, 1, 3, 10, 30, 180, 600 und 1800 s. Durch die Variation der Relaxationsdauer verändert sich auch die Gesamtversuchsdauer, da die Kompressions-Parameter der nachfolgenden Stufen übereinstimmend mit dem Standardversuch nicht variiert werden.

Der Gesamtkomprimatdruck erfährt ohne Relaxationsphase oder bei nur kurzer Relaxationsdauer von Δt_{R1} = 1 bzw. 3 s im Vergleich zum Standardversuch (vgl. Abb. 4-6) mit einer Relaxationsdauer von Δt_{R1} = 22,5 s einen Anstieg in den darauffolgenden Kompressionsstufen (vgl. Abb. 4-9, Abb. 4-10, Abb. 4-11). Das Drucknivеau bei einer Relaxationsdauer von Δt_{R1} = 1 s fällt in den nachfolgenden Kompressionsstufen gegenüber dem Versuch ohne Relaxationsphase bereits um ca. 50 bar. Der Fluiddruck zeigt für die kurzen Relaxationsphasen (Δt_{R1} = 0, 1 und 3 s) einen immer gleichmäßig dem Gesamtdruck folgenden Verlauf. Der Feststoffdruck bleibt ohne Relaxation bis zum Beginn der dritten Kompressionsstufe nahezu auf einem konstanten Wert. In der dritten und vierten Stufe steigt er leicht an, wobei er in den Relaxationsphasen etwas unter das Niveau der ersten und zweiten Stufe abfällt. Die Relaxati-

onsdauer von Δt_{R1} = 1 s bewirkt noch keine deutliche Entspannung des Feststoffdrucks. Der in der ersten Stufe noch geringe Fluiddruck dagegen kann schon nach einer Relaxationsdauer von Δt_{R1} = 1 s teilweise und bei Δt_{R1} = 3 s fast vollständig abgebaut werden. Betrachtet man die Wendepunkte WP_j der einzelnen Kompressionsabschnitte in den hier beschriebenen Druckkinetiken für die kurzen Relaxationsphasen, so ist festzustellen, daß sich ein degressiver Druckanstieg mit einem Wendepunkt in der zweiten Stufe erst nach einer Relaxationsdauer von Δt_{R1} = 1 s bildet. Ohne Relaxationsphase wird der progressive Druckanstieg der ersten Stufe aufgrund der geringeren Kompressions-Geschwindigkeit der zweiten Stufe verlangsamt fortgeführt.

Nach einer Relaxationsdauer von Δt_{R1} = 10 s sind der Gesamtdruck sowie der Fluid- und Feststoffdruck auf das Niveau des Standardversuchs gesunken (vgl. Abb. 4-12). Die Verlängerung der Relaxationsdauer Δt_{R1} auf 30 s führt nur zu einem geringen Abfall der Druckniveaus gegenüber Δt_{R1} = 10 s bei gleicher qualitativer Druckkinetik (vgl. Abb. 4-13).

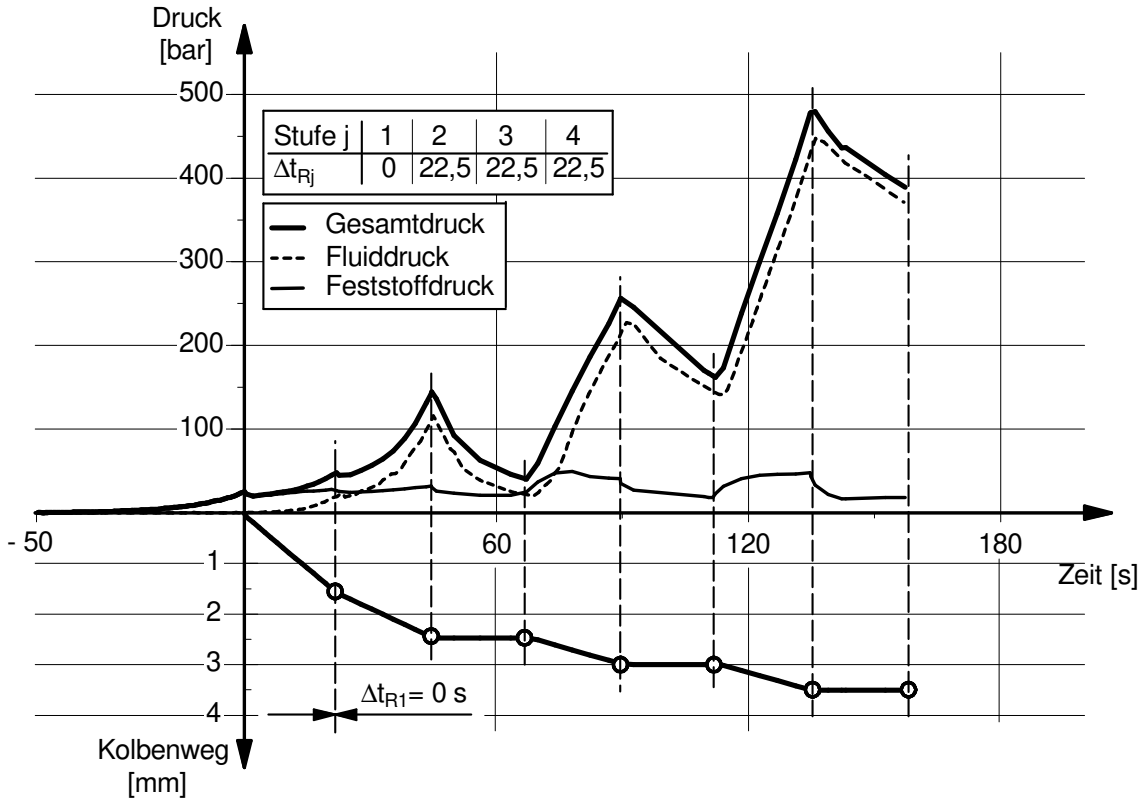


Abb. 4-9: Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe mit Δt_{R1} = 0 s

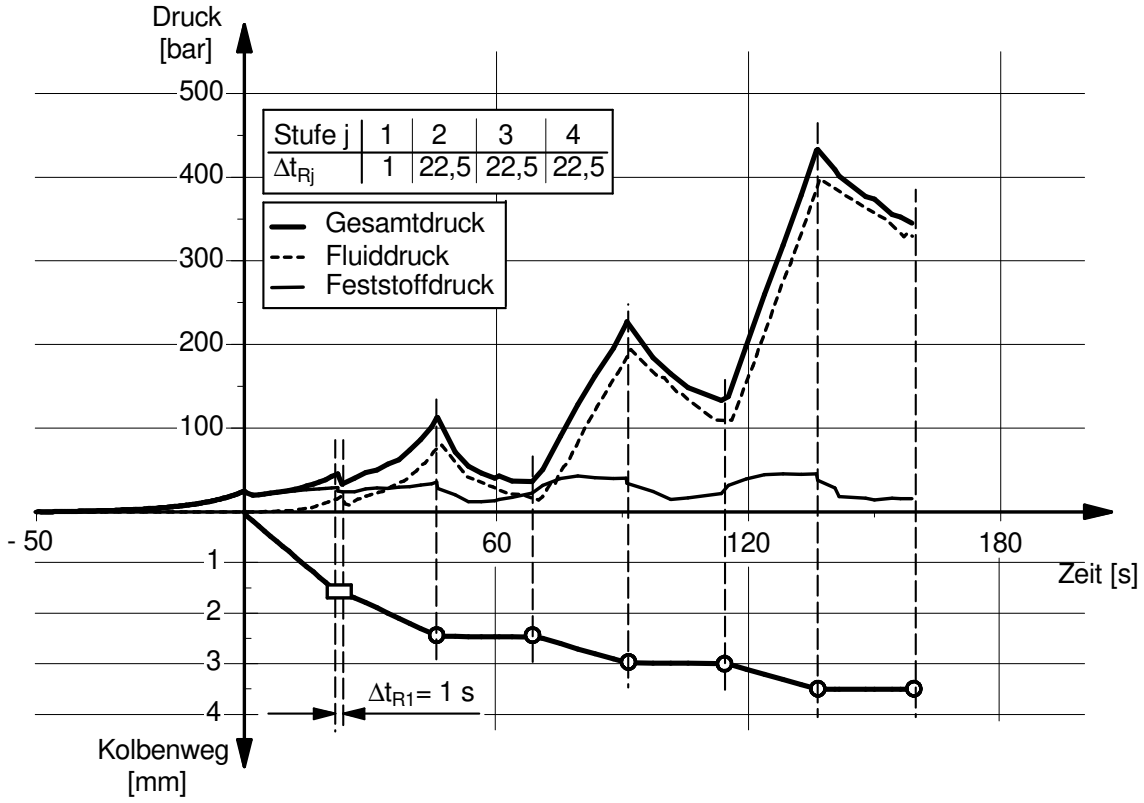


Abb. 4-10: Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe mit $\Delta t_{R1} = 1$ s

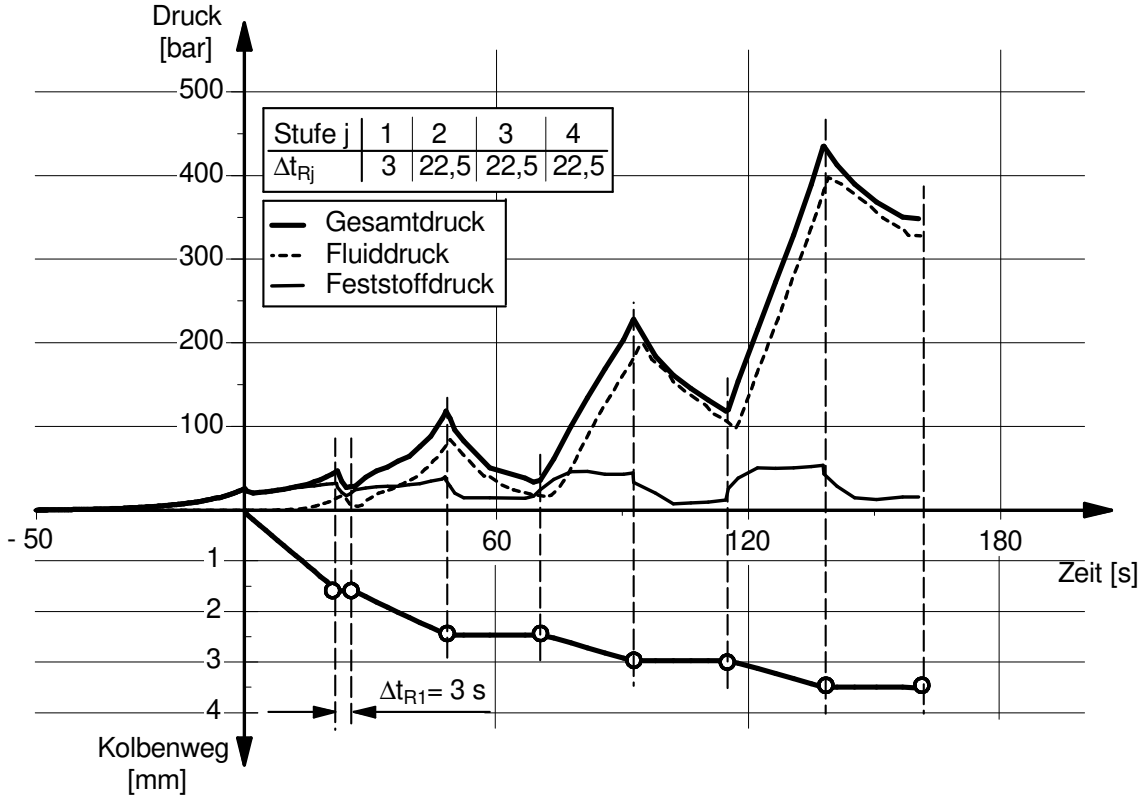


Abb. 4-11: Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe mit $\Delta t_{R1} = 3$ s

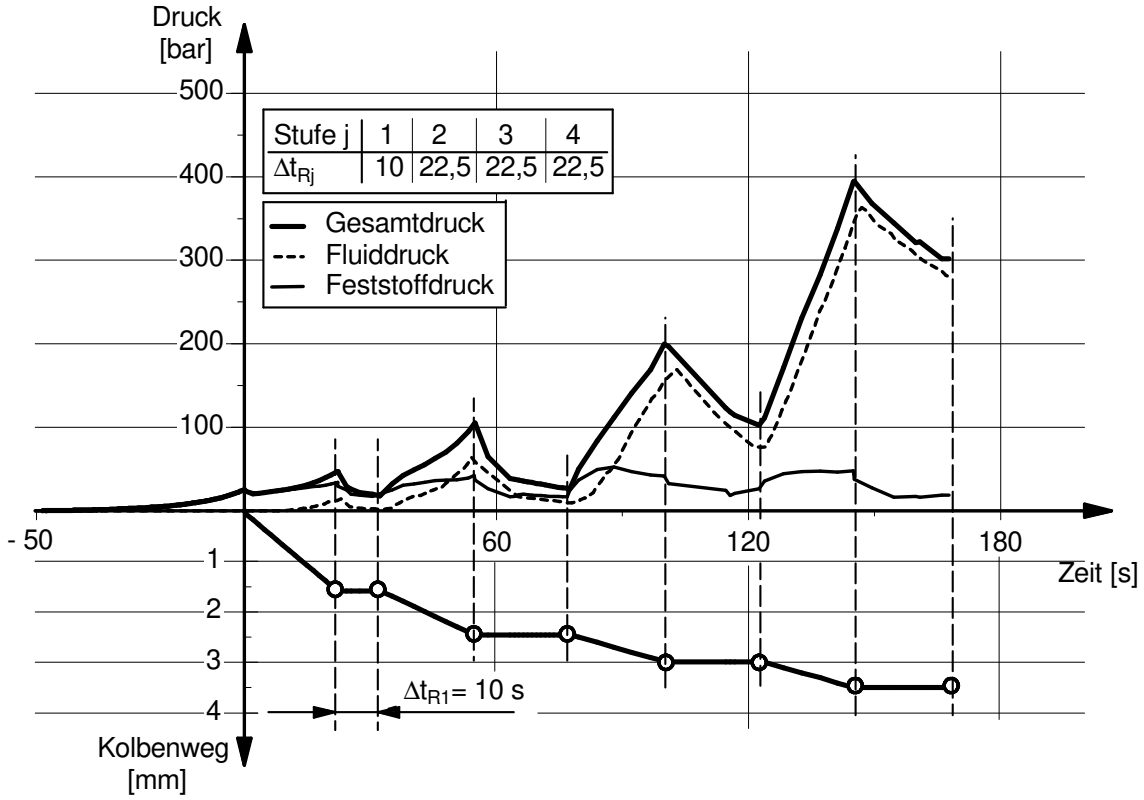


Abb. 4-12: Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe mit $\Delta t_{R1} = 10$ s

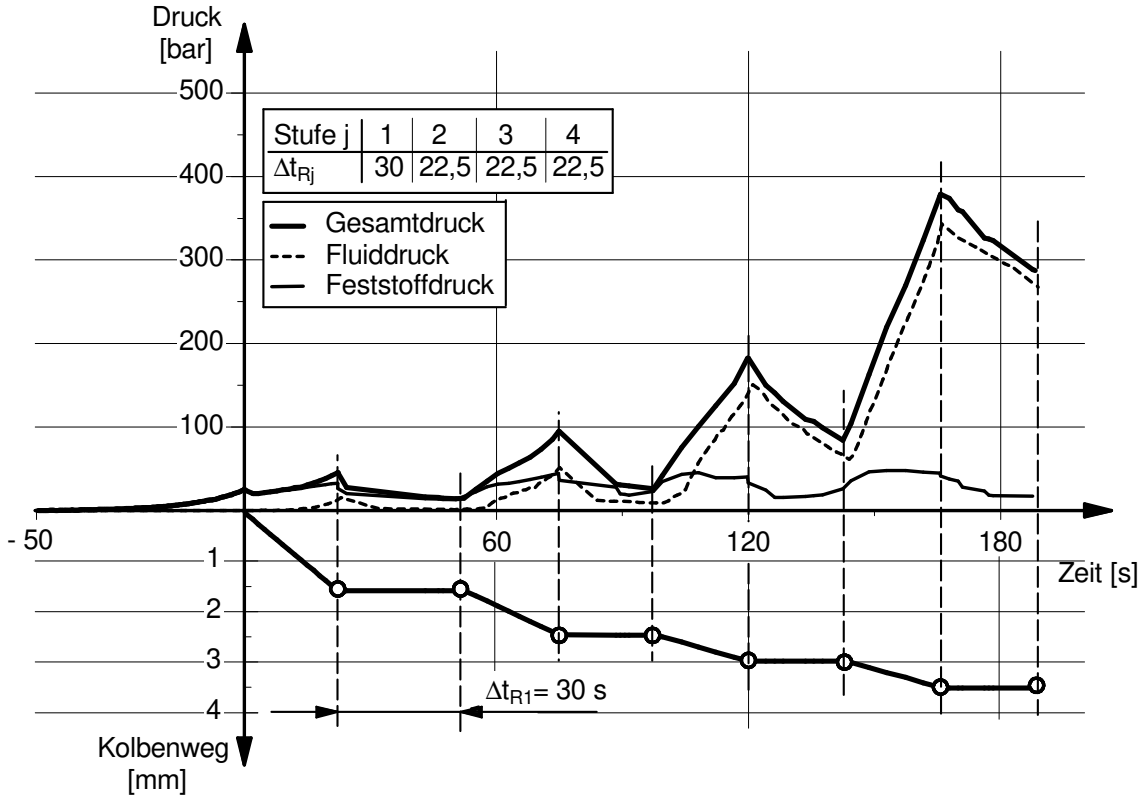


Abb. 4-13: Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe mit $\Delta t_{R1} = 30$ s

Die Verlängerung der Relaxationsdauer auf 180 s (vgl. Abb. 4-14) reduziert das Druckniveau weiter deutlich unter das des Standardversuchs mit bereits einem leicht verzögerten Fluiddruckanstieg in der zweiten und stärker ausgeprägt in der dritten Kompressionsstufe. In der vierten Kompressionsstufe steigt der Fluiddruck wieder spontan mit der Kompression an. Dieser verzögerte Druckanstieg führt in der dritten und vierten Kompressionsstufe auch zu einer zeitlichen Verzögerung Δt_{Vj} des Fluiddruckmaximums relativ zur Kompression.

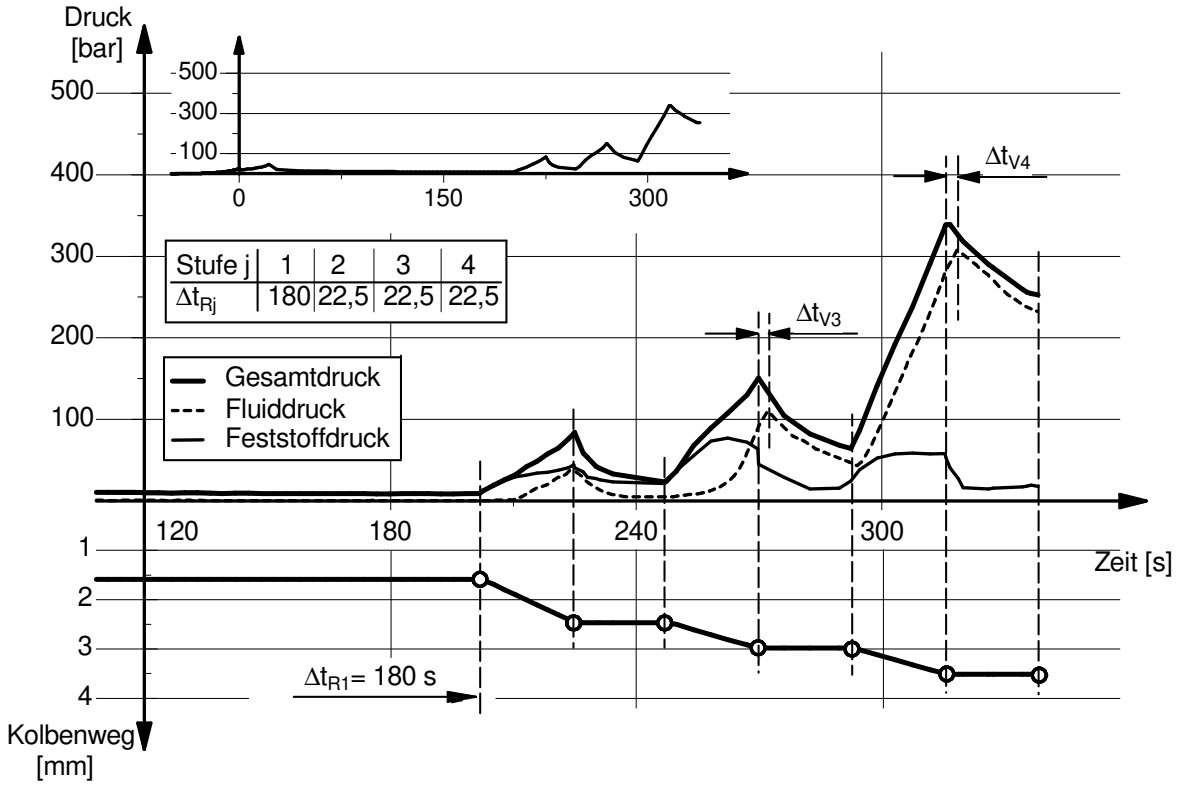


Abb. 4-14: Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe mit Δt_{R1} = 180 s

Die Verlängerung der Relaxationsdauer Δt_{R1} auf 600 und 1800 s verstärkt die zuvor beschriebenen Effekte weiter (vgl. Abb. 4-15; Abb. 4-16). Das Gesamtdruckniveau sinkt infolge niedrigerer Fluiddrücke weiter bei nahezu konstanten Feststoffdrücken. Die zeitliche Verzögerung des Fluiddruckanstiegs und des -maximums in der dritten und vierten Kompressionsstufe vergrößert sich. Bei einer Relaxationsdauer von 1800 s ist in der dritten Kompressionsstufe kein signifikanter Fluiddruckanstieg mehr festzustellen und der Feststoffdruck stellt nahezu vollständig den Gesamtdruck. Der Anstieg des Fluiddrucks beginnt erst sehr langsam in der Relaxationsphase der dritten Stufe, bevor er kurz vor Ende der vierten Kompressionsstufe progressiv zunimmt und sein Maximum mit einer deutlichen Verzögerung Δt_{V4} zum Feststoffdruck, der spontan auf die Kompression und Relaxation reagiert, erreicht.

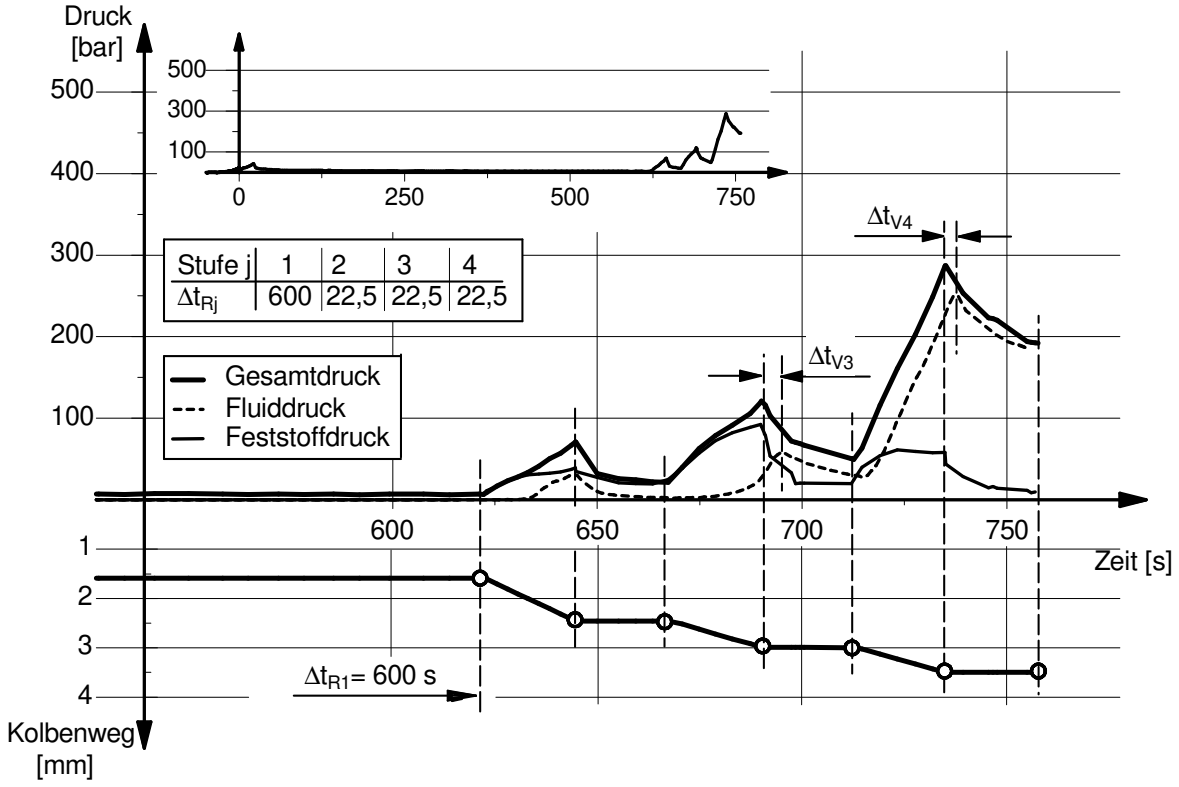


Abb. 4-15: Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe mit $\Delta t_{R1} = 600$ s

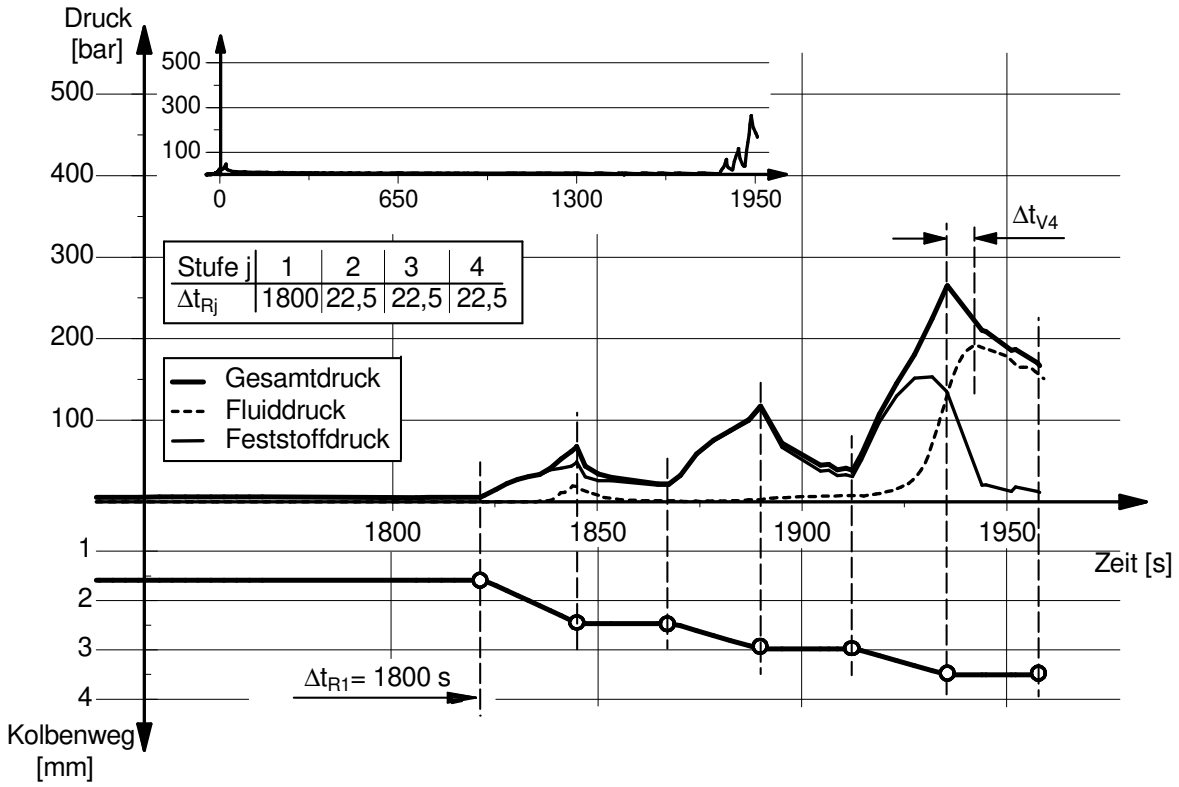


Abb. 4-16: Variation der Relaxationsdauer der ersten Stufe mit $\Delta t_{R1} = 1800$ s

Der verzögerte Fluiddruckanstieg ab einer Relaxationsdauer $\Delta t_{R1} > 180$ s wird von einer deutlichen Steigerung des Feststoffdrucks begleitet. Bei einer Relaxationsdauer von $\Delta t_{R1} = 600$ s steigt er auf den ca. doppelten Wert gegenüber dem Standardversuch. Wird die Relaxationsdauer auf 1800 s ausgedehnt, erreicht er sogar nahezu den dreifachen Wert. Sobald der Fluiddruck wieder ansteigt, fällt er wieder auf das Niveau des Standardversuchs zurück. Dieser Rückgang ist sogar noch während der Kompressionsphase zu erkennen.

Die Druckkinetiken bei einer Relaxationsdauer Δt_{R1} der ersten Stufe von 10 s decken sich nahezu mit den Kinetiken des Standardversuchs. Da eine weitaus längere Relaxationszeit in der Praxis des Trennpressens technisch nicht realisierbar und unwirtschaftlich ist, wird die Relaxationsdauer der ersten Stufe auf 10 s für die nachfolgenden Versuchsreihen festgesetzt.

Variation der Relaxationsdauer der zweiten Stufe:

Für die Relaxationsphase der zweiten Stufe wurden folgende sieben Variationen der Relaxationsdauer untersucht: $\Delta t_{R2} = 0$, 3, 10, 30, 180, 600 und 1800 s. Die Relaxationsphasen der dritten und vierten Stufe mit $\Delta t_{R3,4} = 22{,}5$ s entsprechen wiederum dem Standardversuch. Die gezeigten qualitativen Effekte bei der Variation der Relaxationsdauer Δt_{R1} der ersten Stufe treten in gleicher Form auch bei der zweiten Stufe auf. Lange Relaxationsphasen senken das Druckniveau in den nachfolgenden Stufen unter das des Standardversuchs, kurze erhöhen es. Ohne Relaxation setzt sich der progressive Druckanstieg verzögert (langsamere Kompressionsgeschwindigkeit) in der dritten Kompressionsstufe fort, wie die Abb. 4-17 zeigt.

Auch in dieser Versuchsreihe bildet sich erst ein Wendepunkt in der dritten Stufe nach einer Relaxationsdauer von $\Delta t_{R2} = 3$ s aus. Ein deutlich degressiver Gesamtdruckanstieg zu Beginn der dritten Kompressionsstufe ist erst nach einer Relaxationsdauer $\Delta t_{R2} = 10$ s zu erkennen. Auch die Gesamtdruckkinetik erreicht nach einer Relaxationsdauer $\Delta t_{R2} = 10$ s nahezu das Niveau des Standardversuchs. Nach einer Relaxationsdauer $\Delta t_{R2} = 30$ s ist ein leicht verzögerter Fluiddruckanstieg in der dritten Kompressionsstufe erkennbar, der sich mit längerer Relaxationsdauer ($\Delta t_{R2} = 180$ bzw. 600 s) immer stärker ausprägt. Bei einer Relaxationsdauer $\Delta t_{R2} = 1800$ s steigt wie zuvor bei $\Delta t_{R1} = 1800$ s der Fluiddruck erst in der Relaxationsphase der nachfolgenden Stufe leicht an, bevor er progressiv in der nächsten Kompressionsstufe zunimmt. Der Gesamtdruckverlauf der dritten Stufe wird fast vollständig von dem Feststoffdruck gebildet. Der Gesamtdruck der vierten Stufe wird dann wieder vom Fluiddruck dominiert. Der Wendepunkt in der dritten Stufe erfährt mit $3 \text{ s} < \Delta t_{R2} < 1800$ s eine zeitliche Verschiebung. Der degressive Druckverlauf verlängert sich mit zunehmender

Relaxationsdauer bis auf ca. 20 s bei Δt_{R2} = 1800 s. Der signifikante Anstieg des Feststoffdrucks über das Niveau des Standardversuchs bei verzögertem Fluiddruckanstieg in den Kompressionsstufen ist, wie zuvor bei den langen Relaxationsphasen der ersten Stufe, zu erkennen.

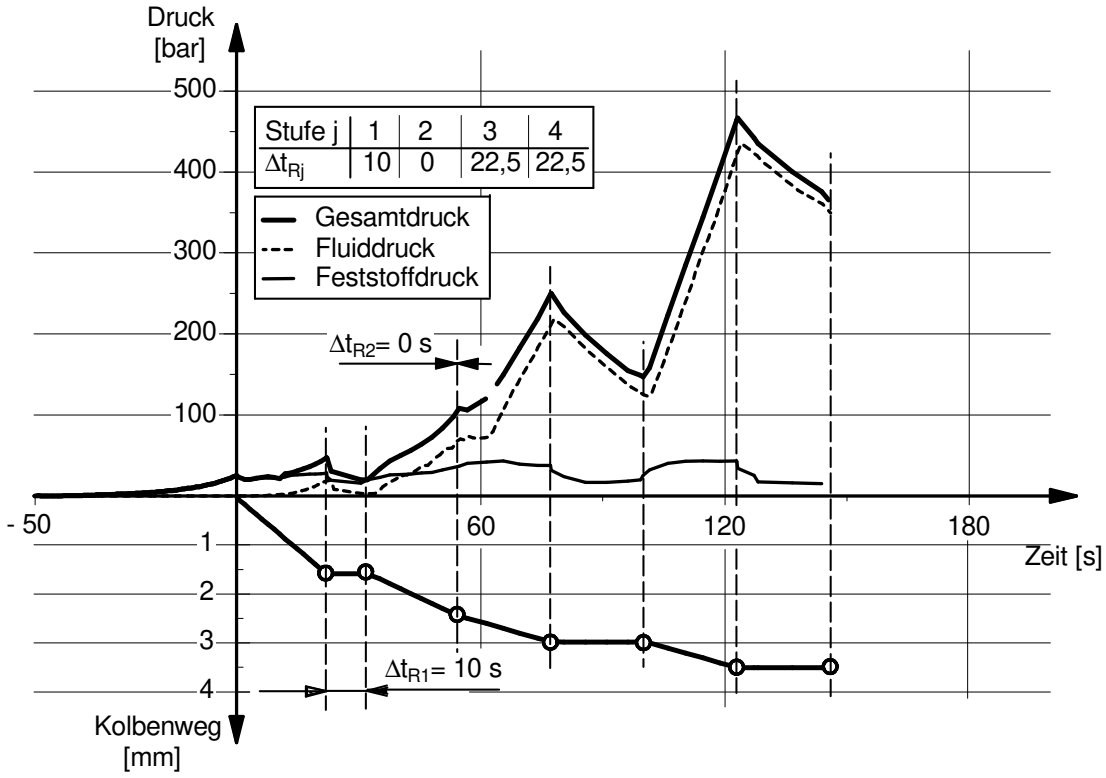


Abb. 4-17: Variation der Relaxationsdauer der zweiten Stufe mit Δt_{R2} = 0 s

Variation der Relaxationsdauer der dritten Stufe:

Für die Relaxationsphase der dritten Stufe wurden folgende acht Variationen der Relaxationsdauer untersucht: Δt_{R3} = 0, 3, 5, 10, 30, 180, 600 und 1800 s. Die Relaxationsphasen der ersten und zweiten Stufe $\Delta t_{R1, 2}$ wurden entsprechend der zuvor gezeigten Ergebnisse auf 10 s festgelegt. Die Relaxationsphase der vierten Stufe mit Δt_{R4} = 22,5 s entspricht wiederum dem Standardversuch.

Ohne Relaxationsphase (Δt_{R3} = 0 s) steigt der Komprimatdruck progressiv bis zum Erreichen der Lastgrenze der UPM von 500 bar an. Die kurzen Relaxationsphasen Δt_{R3} = 3 bis 5 s führen zu einer unzureichenden Relaxation des mit ca. 250 bar bereits hohen Komprimatdrucks dieser Stufe. Der Feststoffdruck und insbesondere der Fluiddruck, der mit ca. 80 % zum Gesamtdruck beiträgt, können nur geringfügig relaxieren. In der nachfolgenden vierten Kompressionsstufe wird die Lastgrenze der UPM

erreicht und die Versuche wurden abgebrochen (vgl. Abb. 4-18).

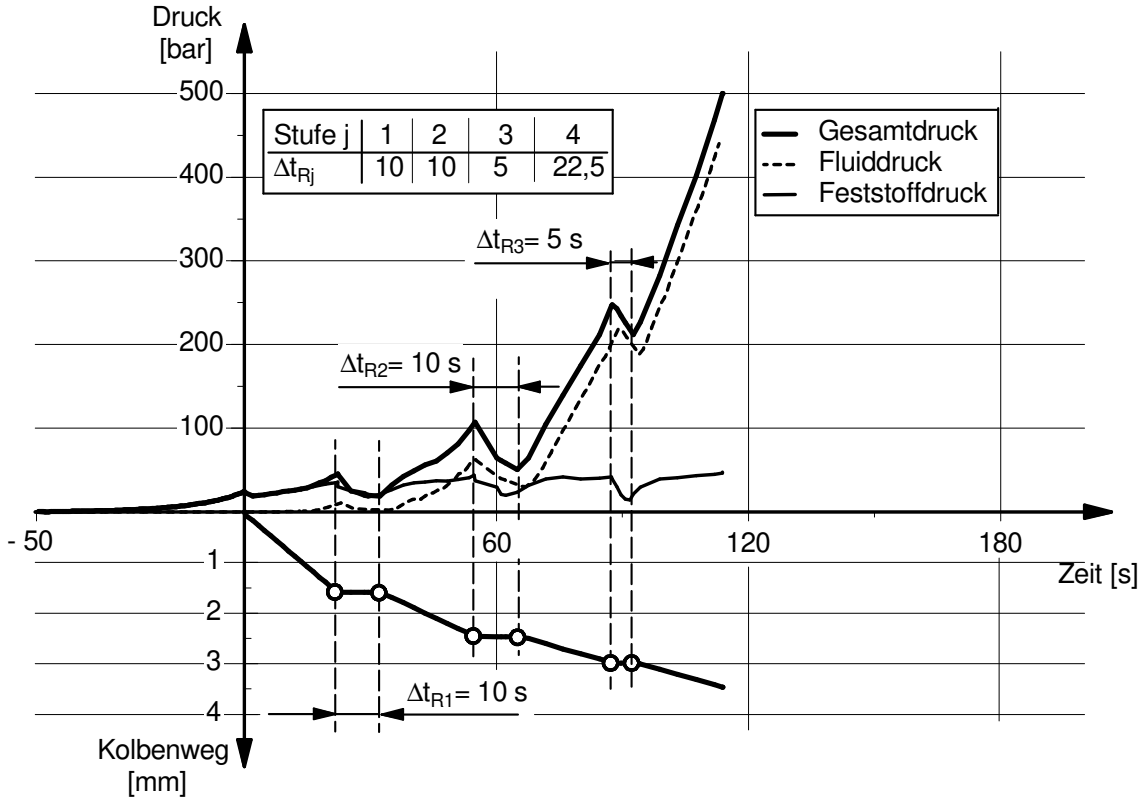


Abb. 4-18: Variation der Relaxationsdauer der dritten Stufe mit $\Delta t_{R3} = 5$ s

Ab einer Relaxationsdauer von $\Delta t_{R3} = 10$ s fällt der Spitzendruck der vierten Kompressionsstufe unter die Lastgrenze der UPM und der Versuch kann mit der abschließenden Relaxationsphase beendet werden. Durch eine Relaxationsdauer von $\Delta t_{R3} = 10$ s und 30 s kann das Druckniveau nicht auf das des Standardversuchs abgesenkt werden. Die mit $\Delta t_{R1,2} = 10$ s verkürzten Relaxationsphasen der ersten beiden Stufen wirken sich hier trotz einer verlängerten Relaxationsdauer von $\Delta t_{R3} = 30$ s auf den Druck der vierten Kompressionsstufe steigernd aus, wie Abb. 4-19 zeigt. Der Feststoffdruck steigt in der vierten Kompressionsstufe für alle $\Delta t_{R3} < 30$ s nur auf das Niveau der vorherigen Stufe an.

Erst ab einer Relaxationsdauer $\Delta t_{R3} = 180$ s sinkt der Komprimatdruck unter das Niveau des Standardversuchs und der Fluiddruck steigt in der vierten Kompressionsstufe verzögert an. Diese zeitliche Verzögerung im Anstieg und auch die relative Verzögerung des Spitzendrucks nimmt mit Verlängerung der Relaxationsdauer auf 600 s zu. Die Abb. 4-20 zeigt den fast identischen signifikanten Anstieg des Feststoffdrucks bei verzögertem Fluiddruckanstieg in der vierten Stufe wie die Abb. 4-16 bei einer Relaxationsdauer von $\Delta t_{R1} = 1800$ s. Bei einer Relaxationsdauer $\Delta t_{R3} = 1800$ s steigt der

Fluiddruck erst in der Relaxationsphase an und erreicht sein Maximum kurz vor Ende der 22,5 s langen Relaxationsphase.

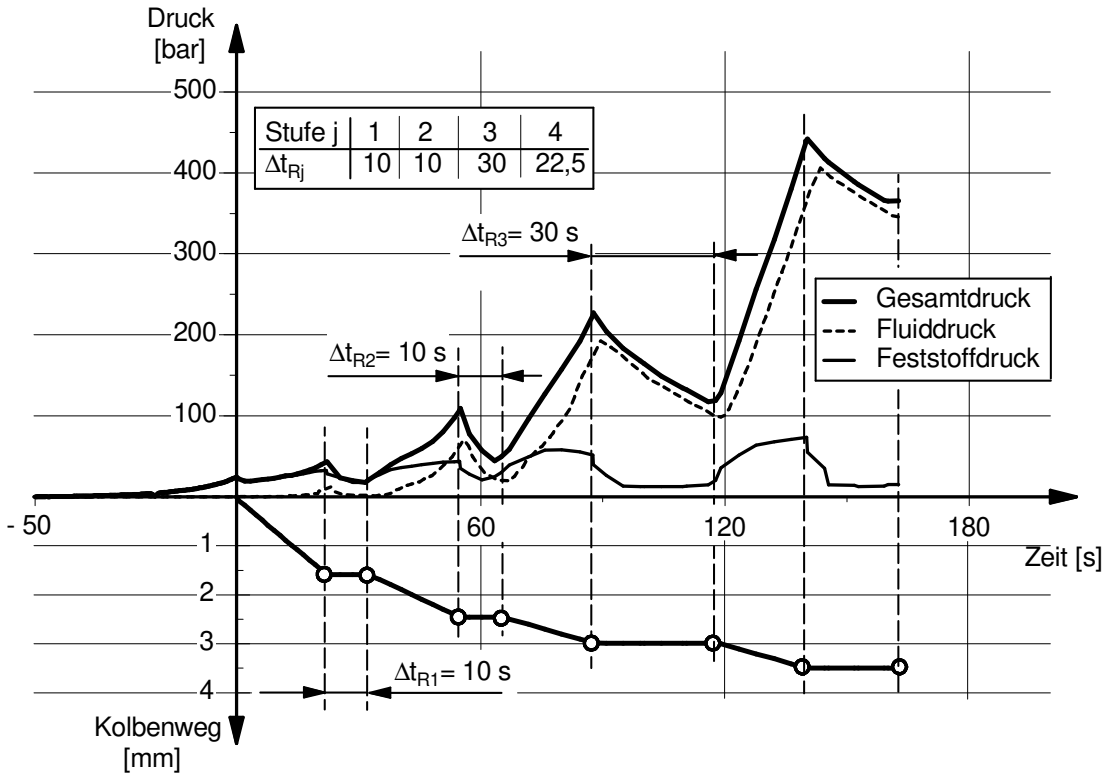


Abb. 4-19: Variation der Relaxationsdauer der dritten Stufe mit $\Delta t_{R3} = 30$ s

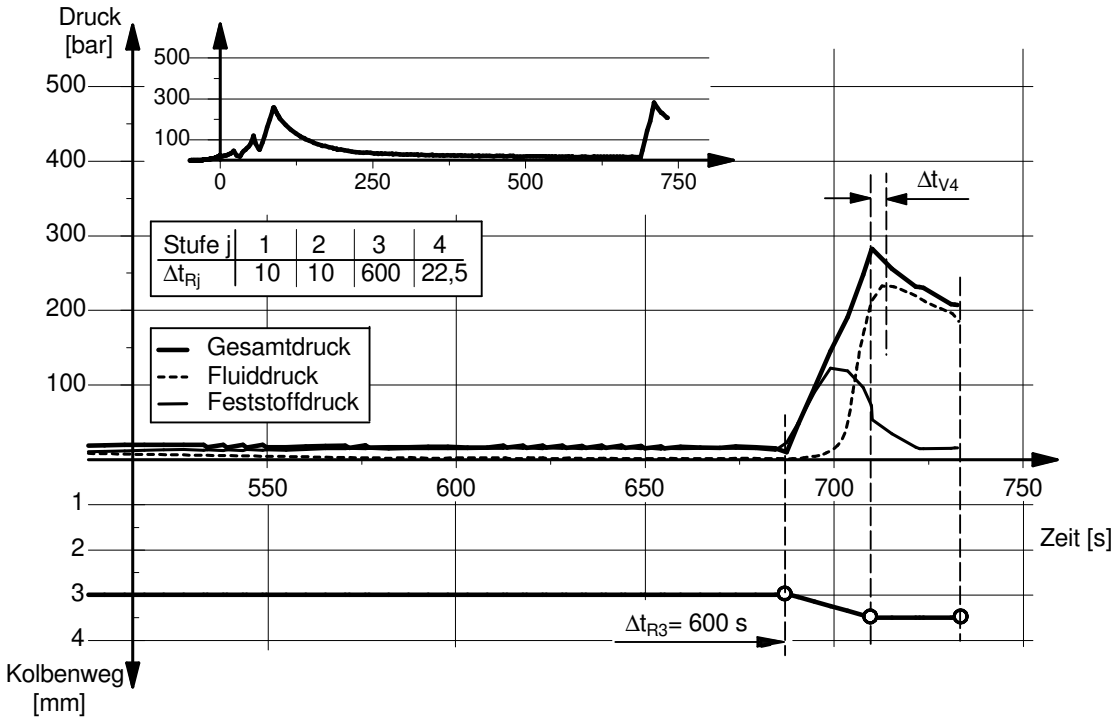


Abb. 4-20: Variation der Relaxationsdauer der dritten Stufe mit $\Delta t_{R3} = 600$ s

4.2 Variation der Material-Parameter im vierstufigen Preßversuch

4.2.1 Übersicht

Die Tabelle 4-6 gibt eine Übersicht über die Ergebnisdiagramme, in denen das Komprimatverhalten unter Variation der Material-Parameter dargestellt ist. Die Abbildungen, die gleichzeitig die Wechselwirkungen von drei Material-Parametern zeigen, sind in Kap. 5.2.6 aufgeführt.

Tabelle 4-6: Übersicht der Ergebnisdiagramme: Abbildungsnummer, variierte und konstante Material-Parameter und Form der Darstellung

Abb.	Variation von:	Konstante Parameter					Darstellung
		xH [%]	xW [%]	D [%]	A [%]	T [°C]	
		Versuchsreihe H W T					
Abb. 4-22	H		W 4	D 0	A 25	T 30	Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-23	W	H 3,4		D 0	A 25	T 30	Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-24	T	H 3,4	W 4	D 0	A 25		Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-25	H W			D 0	A 25	T 30	Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-26	H T		W 4	D 0	A 25		Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-27	W T	H 3,4		D 0	A 25		Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 5-13	H W T			D 0	A 25		Spitzendrücke 4. Stufe
		Versuchsreihe D W T A					
Abb. 4-28	D A	H 3,4	W 4			T 30	Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-29	W A	H 3,4		D 0		T 30	Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-30	T A	H 3,4	W 4	D 0			Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 5-16	W T A	H 3,4		D 0			Spitzendrücke 4. Stufe
Abb. 4-31	W D	H 3,4			A 25	T 30	Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-32	T D	H 3,4	W 4		A 25		Spitzendrücke 1.-4. Stufe
Abb. 5-15	W T D	H 3,4			A 25		Spitzendrücke 4. Stufe
Abb. 5-14	W D A	H 3,4				T 30	Spitzendrücke 4. Stufe
Abb. 5-17	T D A	H 3,4	W 4				Spitzendrücke 4. Stufe
		Versuchsreihe E (extrah.)					
Abb. 4-33	W	H 3,4		D 0	A 25	T 30	Feststoffdrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-34	T	H 3,4	W 4	D 0	A 25		Feststoffdrücke 1.-4. Stufe
Abb. 4-35	D	H 3,4	W 4		A 25	T 30	Feststoffdrücke 1.-4. Stufe

Druckverläufe im vierstufigen Preßversuch

Abb. 4-21 zeigt beispielhaft den Druckverlauf des vierstufigen Standardversuchs (vgl. Kap. 3.3.3) für die Material-Parameter: Hüllengehalt 9 %, Wassergehalt 6 %, Denaturierungsgrad 0 %, Aufschlußgrad 25 % und Preßtemperatur 30 °C.

Neben dem Kolbenweg sind die Verläufe für den Gesamt-, den Feststoff- und den Flüssigkeitsdruck dargestellt. Als zweite Darstellung sind die Spitzendrücke am Ende der vier Kompressionsstufen als kumulative Stapelbalken aus Fluid- und Feststoffdruck eingetragen.

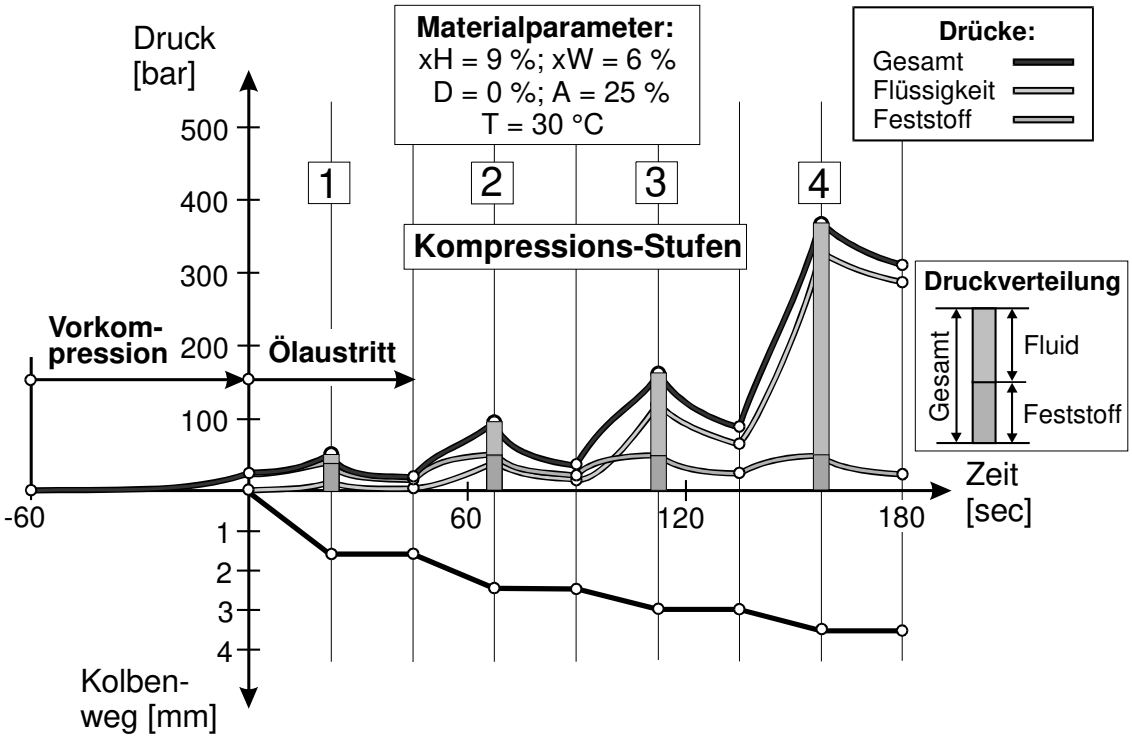


Abb. 4-21: Ergebnis eines vierstufigen Preßversuchs: Kolbenweg und Komprimatdrücke als Kinetik und als kumulative Stapelbalken

Zur besseren Übersicht und zur Vergleichbarkeit des umfangreichen Datenmaterials werden in den nachfolgend gezeigten Ergebnisdiagrammen nur noch die Spitzendrücke der vier Kompressionsstufen als kumulative Stapelbalken dargestellt. Die gewählte dreidimensionale Diagrammform ermöglicht die Darstellung von Wechselbeziehungen unterschiedlicher Einflußparameter. Im folgenden Text sind die Versuchsparameter für das jeweilige Ergebnisdiagramm steckbriefartig vorangestellt.

4.2.2 Einfluß und Wechselwirkungen der Material-Parameter

Zum Einfluß des Hüllengehalts

Die Abb. 4-22 zeigt den Einfluß und die Wechselwirkung von Hüllengehalt und Kompression auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Variiert wird der Hüllengehalt zwischen dem nativen Hüllengehalt 17,1 und 2 %. Konstante Material-Parameter sind: Wassergehalt 4 %, Denaturierungsgrad 0 %, Aufschlußgrad 25 % und Preßtemperatur 30 °C.

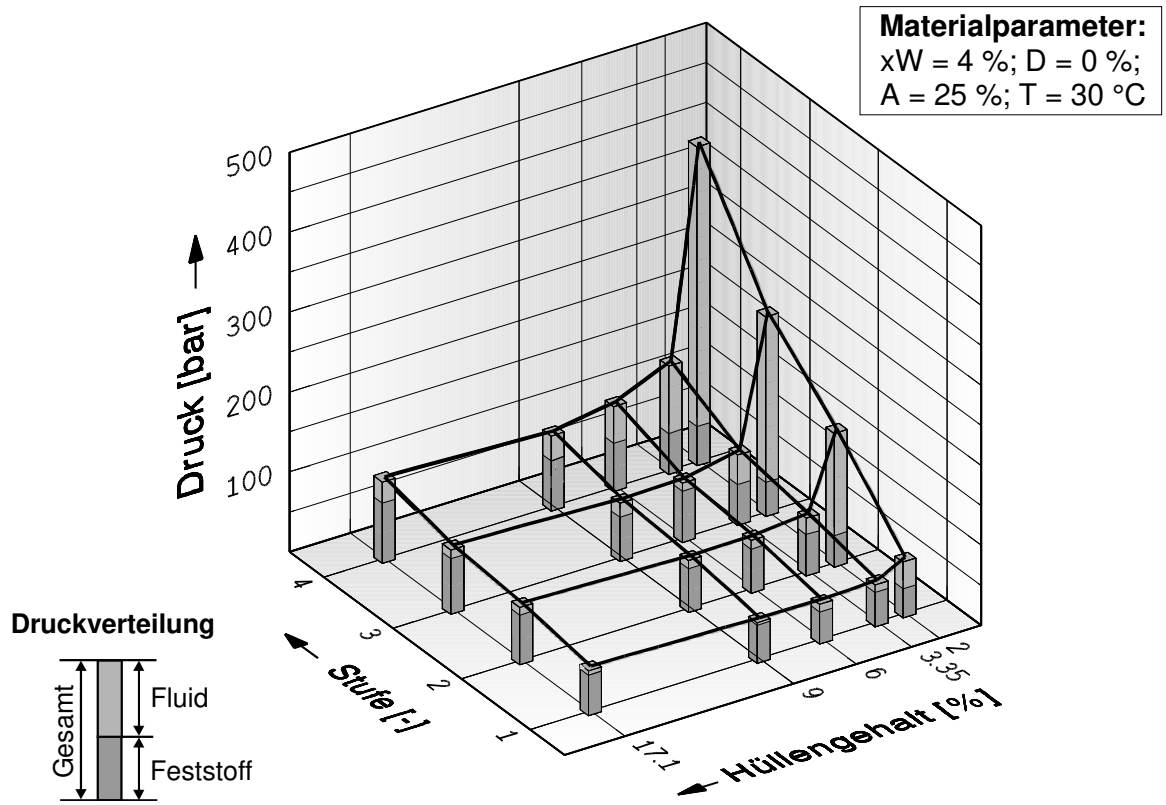


Abb. 4-22: Zusammenhang zw. Hüllengehalt, Kompression und Komprimatdrücken

Die zunehmende Kompression führt unabhängig vom Hüllengehalt nur zu einem geringfügigen Anstieg des Feststoffdrucks. Es ist also ein eher plastisches Deformationsverhalten der Feststoffmatrix zu erkennen. Die Fluiddrücke steigen mit der Kompression deutlicher an. Durch die Kompression verengen sich die Abflußwege und der Druckverlust steigt. Die Reduzierung des nativen Hüllengehalts bis auf xH = 6 % führt nur zu geringfügig niedrigeren Feststoffdrücken. Niedrige Hüllengehalten von xH ≤ 3,4 % reduzieren den Feststoffdruck bis auf ca. den halben Wert der nativen Zusammensetzung. Die Fluiddrücke steigen dagegen bei den niedrigen Hüllengehalten von 3,4 bzw. 2 % infolge der verschlechterten Komprimat-Drainage überproportional stark an.

Zum Einfluß des Wassergehalts

Die Abb. 4-23 zeigt den Einfluß und die Wechselwirkung von Wassergehalt und Kompression auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Variiert wird der Wassergehalt zwischen 3 und 6 %. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Denaturierungsgrad 0 %, Aufschlußgrad 25 % und Preßtemperatur 30 °C.

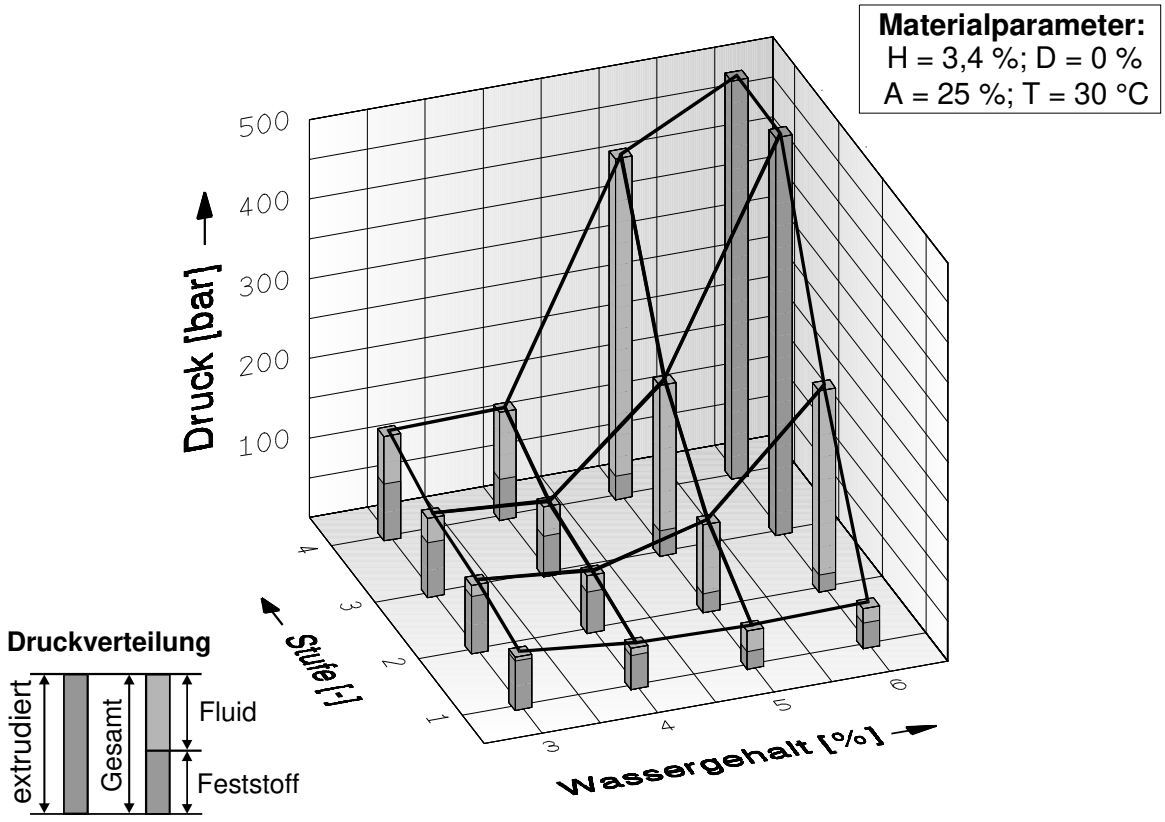


Abb. 4-23: Zusammenhang zw. Wassergehalt, Kompression und Komprimatdrücken

Mit steigendem Wassergehalt fallen die Feststoffdrücke unabhängig von der Kompressionsstufe deutlich. Das Wasser wird hydrokolloidal in der Zellwand gebunden und plastifiziert diese [88], wodurch die Reduzierung der Abmessungen der Komprimat-Kapillaren unter Kompression begünstigt wird. Als Folge nimmt die Komprimat-Drainage mit fortschreitender Kompression deutlich ab und die Fluiddrücke steigen ab einem Wassergehalt von 5 % überproportional an. Bei einem Wassergehalt von 6 % wird schon in der dritten Kompressionsstufe der zulässige Gesamtdruck von 500 bar überschritten, bzw. der plastifizierte Feststoff durch den Seiher gedrückt.

Zum Einfluß der Preßtemperatur

Die Abb. 4-24 zeigt den Einfluß und die Wechselwirkung von Preßtemperatur und Kompression auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Variiert wird die Preßtemperatur zwischen 30 und 90 °C. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Wassergehalt 4 %, Denaturierungsgrad 0 % und 25 % Aufschlußgrad.

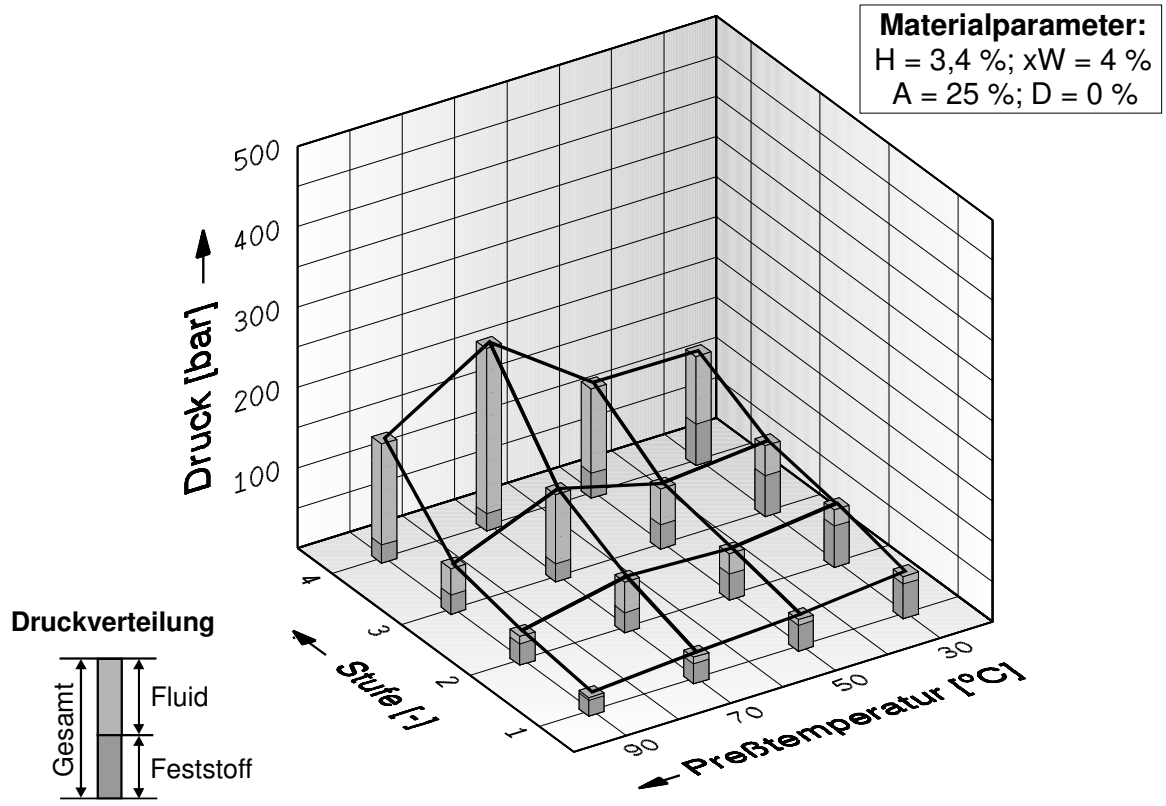


Abb. 4-24: Zusammenhang zw. Preßtemperatur, Kompression und Komprimatdrücken

Die Feststoffdrücke fallen für alle Kompressionsstufen mit steigender Temperatur. Die Feststoffmatrix zeigt ein thermo-rheologisches Verhalten: mit steigender Temperatur nimmt die Elastizität zugunsten der Plastizität ab. Dadurch wird wie durch einen erhöhten Wassergehalt die Reduzierung der Abmessungen der Komprimat-Kapillaren unter Kompression begünstigt.

Die mit steigender Temperatur abnehmende Viskosität des Öls reduziert den Druckverlust der abzupressenden Ölphase. Hinsichtlich der Fluiddruckentwicklung überlagern sich also zwei konkurrierende Effekte, die zu einem Fluiddruck-Maximum bei 70 °C führen. Bei einer Temperatur von 90 °C überwiegt der positive Effekt der Viskositätsabnahme, wodurch die Fluiddrücke wieder etwas fallen.

Im Folgenden werden die Wechselwirkungen der zuvor bei den Standardparametern (Tabelle 3-9) einzeln betrachteten Einflußgrößen - Hüllengehalt, Wassergehalt und Preßtemperatur - dargestellt.

Wechselwirkung von Hüllengehalt, Wassergehalt und Kompression

Die Abb. 4-25 zeigt die Wechselwirkung von Hüllengehalt, Wassergehalt und Kompression auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Variiert wird der Wassergehalt zwischen 3 und 6 % und der Hüllengehalt zwischen 17,1 und 2 %. Konstante Komprimat-Parameter: Denaturierungsgrad 0 %, Aufschlußgrad 25 % und Preßtemperatur 30 °C.

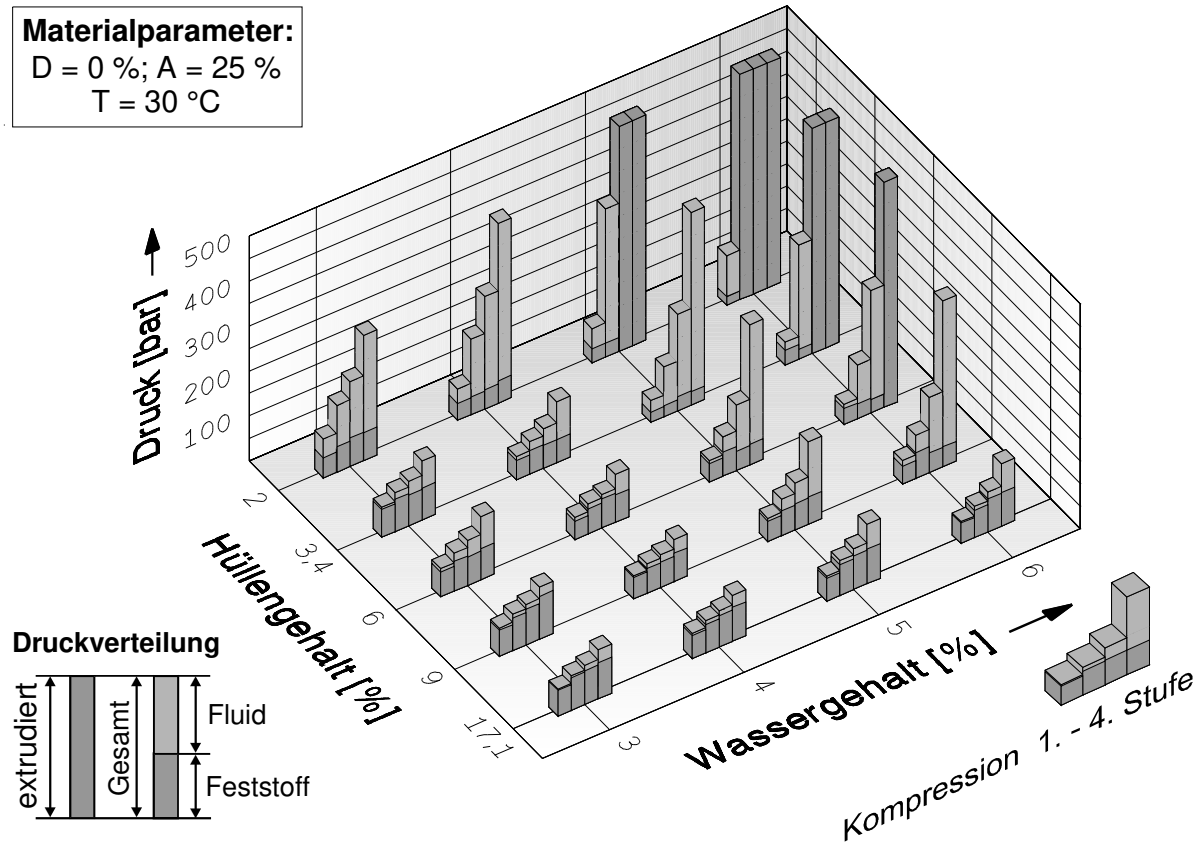


Abb. 4-25: Einfluß und Wechselwirkung von Hüllengehalt, Wassergehalt und Kompression auf die Komprimatdrücke

Die zuvor beschriebene Abnahme des Feststoffdrucks mit steigendem Wassergehalt wird mit fallendem Hüllengehalt ausgeprägter. Die Feststoff- und Flüssigkeitsdrücke von Raps mit nativem Hüllengehalt von 17,1 % sind nahezu unabhängig vom Wassergehalt. Eine deutliche Abnahme der Feststoffdrücke mit fallendem Hüllengehalt zeigt sich nur bei Wassergehalten von 5 und 6 %. Signifikante Anstiege der Feststoffdrücke

für alle Wassergehalte unter Kompression zeigen nur die Komprimate mit nativem Hüllengehalt. Bei reduzierten Hüllengehalten und höheren Wassergehalten sind die Feststoffdrücke nahezu unabhängig von der Kompressionsstufe.

Diese Ergebnisse belegen das mit steigendem Wassergehalt ausgeprägte plastische Materialverhalten des Kernfleisches und das vom Wassergehalt unabhängige elastische Verhalten der Rapshüllen. Die Feststoffdrücke ergeben sich also nach dem Superpositionsprinzip aus der Zusammensetzung der Feststoffmatrix mit den beiden Komponenten Kernfleisch und Hüllen mit jeweils unterschiedlichem rheologischen Verhalten.

Niedrige Feststoffdrücke repräsentieren eine dominant plastisch-viskose Feststoffmatrix, die aufgrund der erleichterten Verformbarkeit zu einer schlechteren Komprimat-Drainage, gekennzeichnet durch hohe Flüssigkeitsdrücke, führt. Zusätzlich zeigen die Fluiddrücke eine ausgeprägte Abhängigkeit von der Kompression. Sie verdoppeln sich ungefähr mit jeder Kompressionsstufe infolge der Abnahme der Kapillardurchmesser. Dies führt bei der Kombination von niedrigen Hüllen- und hohen Wassergehalten zu einer Überschreitung des zulässigen Gesamtdrucks zum Teil schon in der zweiten Kompressionsstufe (HWT 2/6/30). Hinreichend gute Komprimat-Eigenschaften mit niedrigen Fluiddrücken und ausreichenden Feststoffdrücken bieten danach die Komprimate mit nativem Hüllengehalt und schalenreduzierte bis 3,4 % Hüllen bei Wassergehalten von 3 und 4 %.

Wechselwirkung von Hüllengehalt, Preßtemperatur und Kompression

Die Abb. 4-26 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Hüllengehalt, Preßtemperatur und Kompression auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Variiert wird die Preßtemperatur zwischen 30 und 90 °C und der Hüllengehalt zwischen 17,1 und 2 %. Konstante Material-Parameter sind: Denaturierungsgrad 0 %, Aufschlußgrad 25 % und Wassergehalt 4 %.

Die Feststoffdrücke fallen unabhängig vom Hüllengehalt mit steigender Temperatur. Die in Abb. 4-24 dargestellten Gesamtdruckmaxima im mittleren Temperaturbereich von 50 bis 70 °C treten bei Hüllengehalten größer als 6 % nicht mehr auf. Der größere Hüllenanteil kompensiert die Erweichung der Kernfleisch-Feststoffmatrix mit steigender Temperatur und gewährleistet eine gute Komprimat-Drainage, so daß die Fluiddrücke mit steigender Temperatur fallen. Fluiddrücke von mehr als 10 bar sind bei nativem Hüllengehalt oberhalb von 50 °C in keiner Stufe mehr zu messen. Der überproportionale Anstieg der Flüssigkeitsdrücke bei 2 % Hüllengehalt ist für alle Preßtemperaturen zu verzeichnen.

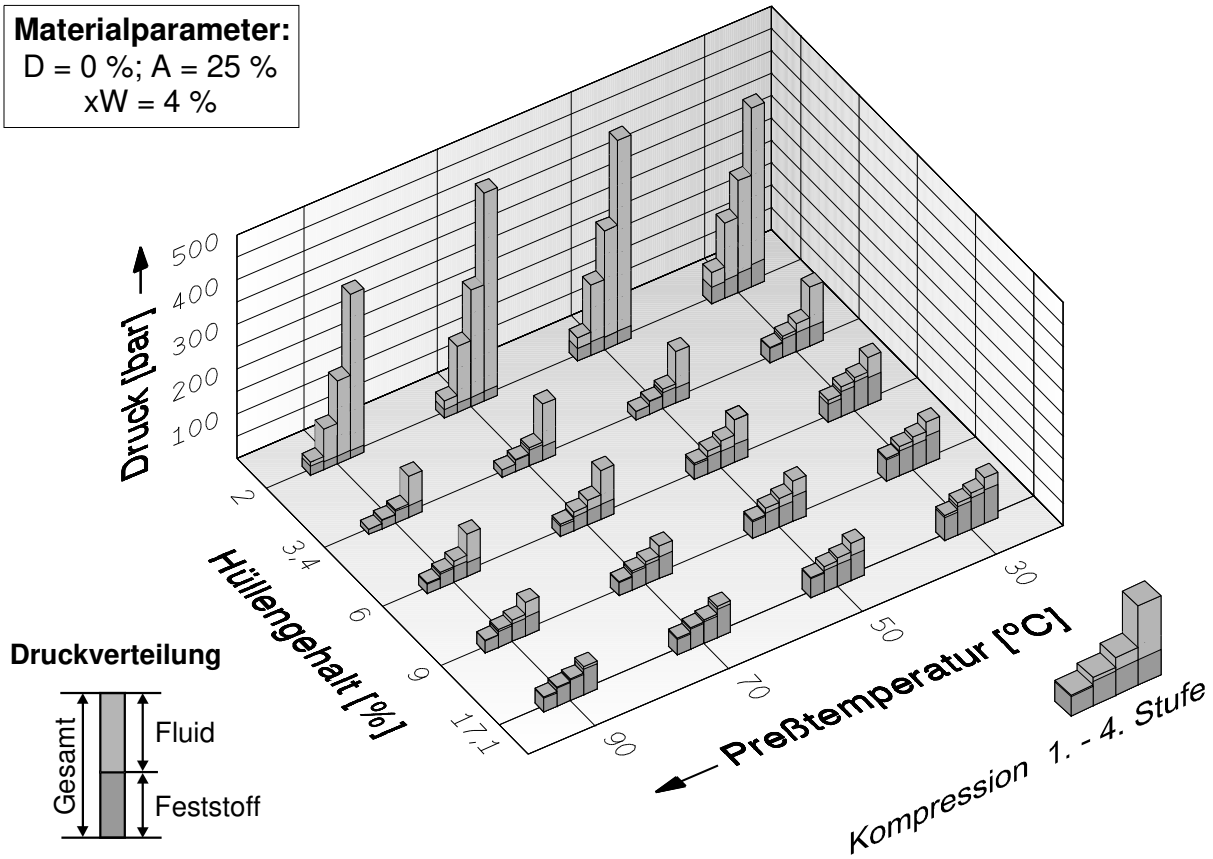


Abb. 4-26: Einfluß und Wechselwirkung von Hüllengehalt, Preßtemperatur und Kompression auf die Komprimatdrücke

Wechselwirkung von Wassergehalt, Preßtemperatur und Kompression

Die Abb. 4-27 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Wassergehalt, Preßtemperatur und Kompression auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Variiert wird die Preßtemperatur zwischen 30 und 90 °C und der Wassergehalt zwischen 3 und 6 %. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Denaturierungsgrad 0 % und Aufschlußgrad 25 %.

Die zuvor einzeln beschriebenen Effekte bei der Abnahme der elastischen Rückstellkräfte mit steigender Temperatur bzw. steigendem Wassergehalt werden für Komprimate mit stark reduziertem Hüllengehalt von 3,4 % bestätigt. Der deutliche Elastizitätsverlust mit steigendem Wassergehalt wird durch eine Temperatursteigerung noch verstärkt und bewirkt dadurch eine drastische Verschlechterung der Komprimat-Drainage bei Wassergehalten größer als 4 %. Das plastifizierte Komprimat wird bei einem Wassergehalt von 5 % in der vierten und bei 6 % schon in der dritten Kompressionsstufe bei allen Preßtemperaturen (bis auf 30 °C) durch den Seiher gedrückt.

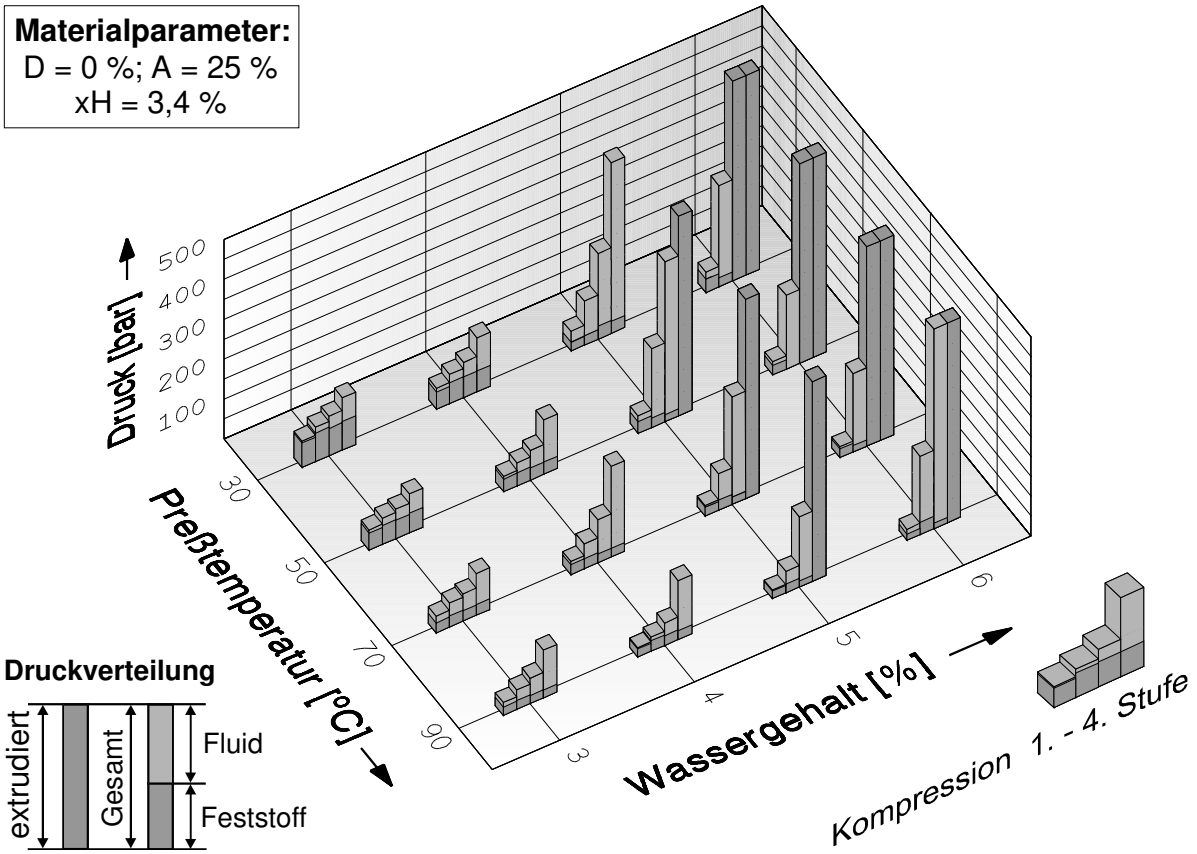


Abb. 4-27: Einfluß und Wechselwirkung von Wassergehalt, Preßtemperatur und Kompression auf die Komprimatdrücke

Es werden im Folgenden die Einflußgrößen eines erhöhten Aufschlußgrads durch Flockierung und/oder der hydro-thermischen Denaturierung auf das Komprimatverhalten schalenreduzierter Rapssaat bei Verwendung der Standardparameter für die anderen Material-Parameter (vgl. Kap. 3.3.3) betrachtet. Darüber hinaus werden die Wechselwirkungen von Aufschlußgrad und Denaturierungsgrad mit den zuvor beschriebenen Einflußgrößen dargestellt.

Wechselwirkung von Aufschlußgrad, Denaturierungsgrad und Kompression

Die Abb. 4-28 zeigt den Einfluß und die Wechselwirkung des Aufschlußgrads und der hydro-thermischen Denaturierung auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Der Aufschlußgrad wird zwischen 25 % (nach Schälung) und 85 % (nach Flockierung) und der Denaturierungsgrad zwischen 0 und 100 % (vgl. Kap. 3.1) variiert. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Wassergehalt 4 % und Preßtemperatur 30 °C.

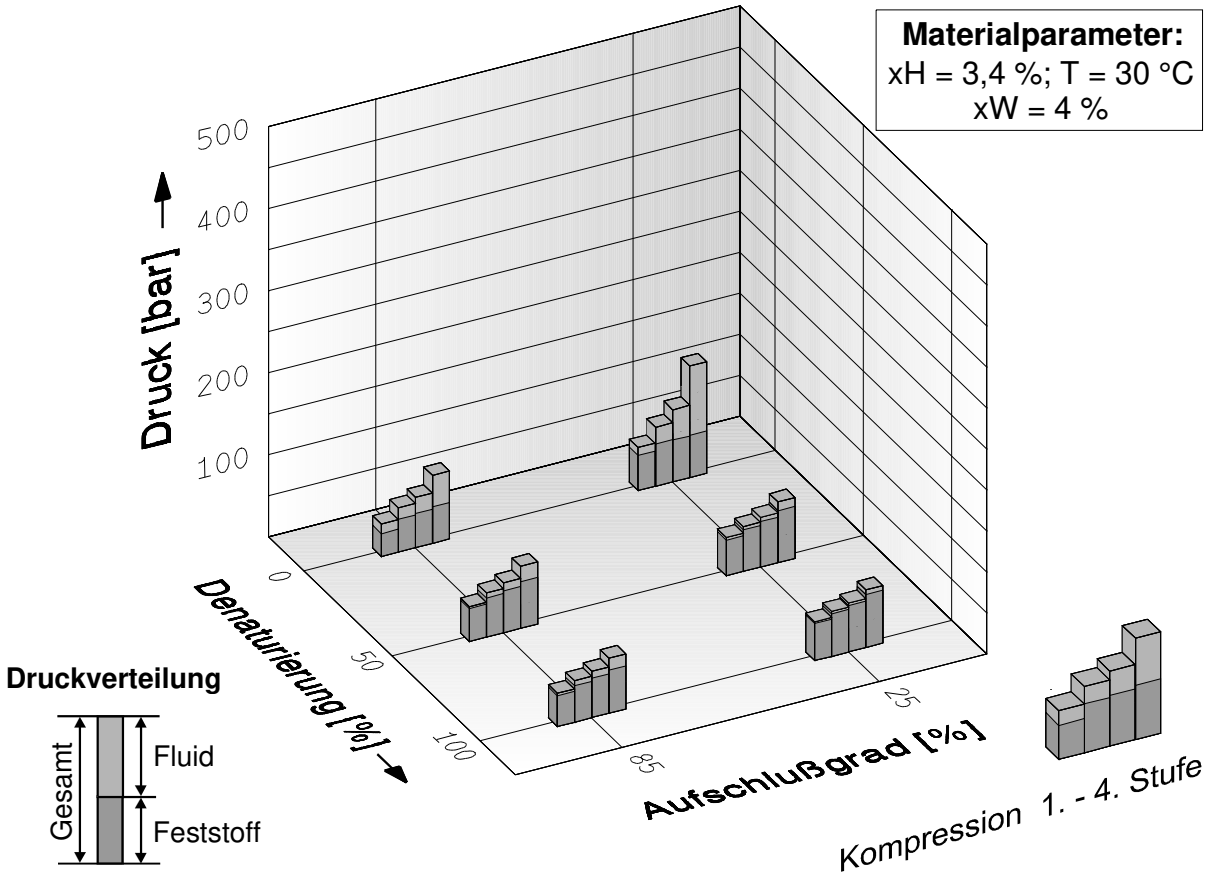


Abb. 4-28: Einfluß und Wechselwirkung von Aufschlußgrad, Denaturierungsgrad und Kompression auf die Komprimatdrücke

Das Komprimat mit den Standardparametern zeigt gute Preßeigenschaften mit Feststoffdrücken im Bereich von 50 bar und kompressionsabhängigen Flüssigkeitsdrücken, die nur in der vierten Kompressionsstufe den Feststoffdruck überschreiten. Die zusätzliche Denaturierung des Ausgangsmaterials vor der Pressung führt zu deutlich niedrigeren Flüssigkeitsdrücken (unter 10 bar) bei nur leicht erhöhten Feststoffdrücken. Die Komprimat-Drainage wird bei nahezu unveränderten Feststoffdrücken durch die Denaturierung deutlich verbessert. Zwischen dem Denaturierungsgrad von 50 % und 100 % ist hinsichtlich der Komprimatdrücke kein signifikanter Unterschied zu erkennen.

Die in der Versuchsreihe HWT (Abb. 4-22 - Abb. 4-27) gezeigte unmittelbare Wechselwirkung von Feststoff- und Flüssigkeitsdruck - niedrige Flüssigkeitsdrücke resultieren aus hohen Feststoffdrücken - ist für das flockierte Material nicht mehr gegeben. Der geringere Anteil an intakten Zellen mit stützendem Binnendruck reduziert die Feststoffdrücke um ca. 20 %. Die Füssigkeitsdrücke sind infolge der Flockierung bei starker Kompression in der dritten und vierten Stufe um ca. 50 % reduziert.

Die zusätzliche Denaturierung der flockierten Saat mit den Standardparametern führt zu einem geringen Anstieg der Feststoffdrücke auf das Niveau der nicht flockierten

und denaturierten Saat bei weiterer Reduzierung der Flüssigkeitsdrücke. Die zusätzliche Flockierung denaturierter Saat bringt keine signifikanten Unterschiede im Komprimatverhalten im Vergleich zur nur denaturierten Saat.

Wechselwirkung von Aufschlußgrad, Wassergehalt und Kompression

Die Abb. 4-29 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Wassergehalt, Aufschlußgrad und Kompression auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Variiert wird der Wassergehalt zwischen 3 und 6 % und der Aufschlußgrad zwischen 25 und 85 %. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Denaturierungsgrad 0 % und Preßtemperatur 30 °C.

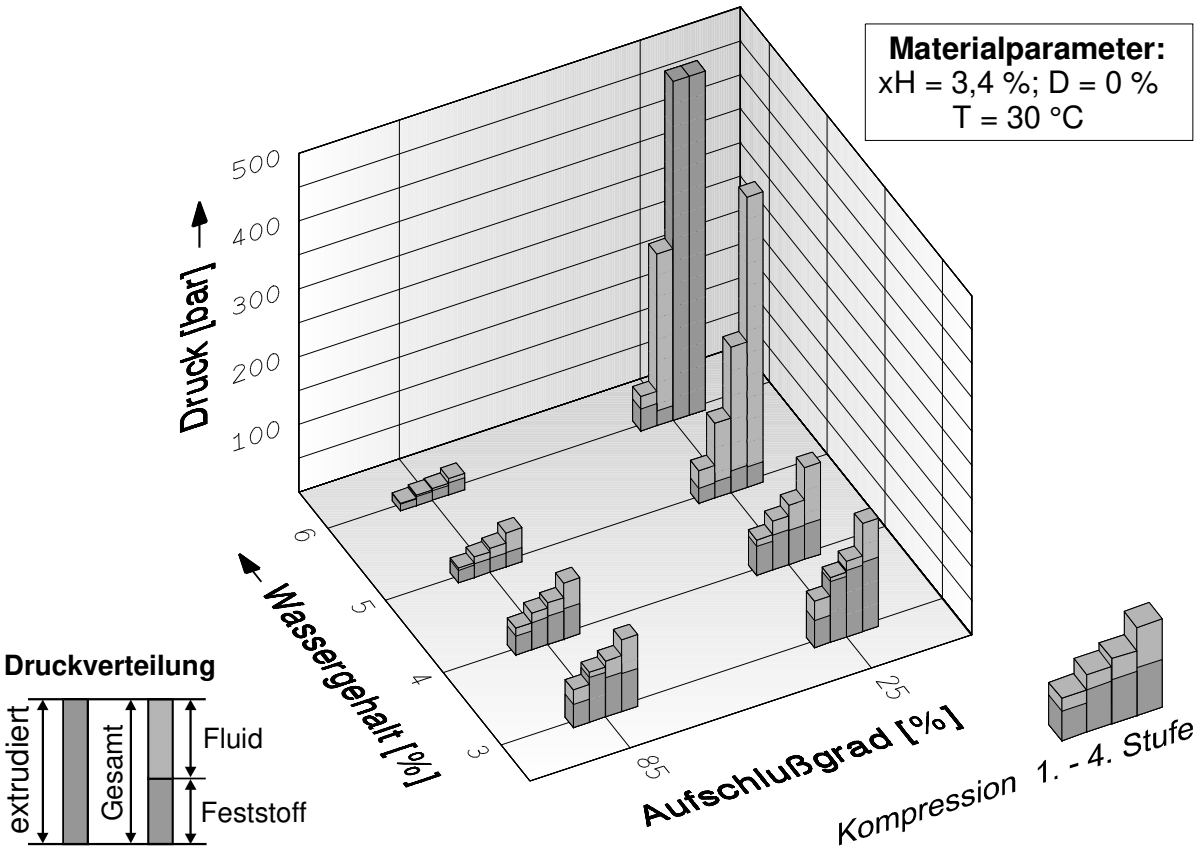


Abb. 4-29: Einfluß und Wechselwirkung von Aufschlußgrad, Wassergehalt und Kompression auf die Komprimatdrücke

Die Feststoffdrücke fallen, wie zuvor dargelegt, leicht durch die Flockierung und stark mit steigendem Wassergehalt. Auch die flockierte Feststoffmatrix zeigt keinen nennenswerten Druckanstieg mit der Kompression. Die Komprimat-Drainage wird jedoch, insbesondere bei höheren Wassergehalten, entscheidend verbessert. Der Flu-

iddruck steigt bei nicht flockiertem Material überproportional mit dem Wassergehalt. Bei stark aufgeschlossenem Material fällt der Fluiddruck von einem niedrigen Niveau mit steigendem Wassergehalt sogar weiter ab, so daß flockiertes Material mit einem Wassergehalt von 6 % die beste Komprimat-Drainage aufweist. Die Flüssigkeitsdrücke steigen infolge der sehr guten Komprimat-Drainage nur geringfügig unter fortgeführter Kompression. Für flockierte Saat ist also im Vergleich zu nicht flockierter Saat genau die gegenteilige Abhängigkeit zwischen Komprimat-Drainage und Wassergehalt der Feststoffmatrix festzustellen.

Wechselwirkung von Aufschlußgrad, Preßtemperatur und Kompression

Die Abb. 4-30 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Preßtemperatur, Aufschlußgrad und Kompression auf die Komprimatdrücke für folgende Material-Parameter:

Variiert wird die Preßtemperatur zwischen 30 und 90 °C und der Aufschlußgrad zwischen 25 und 85 %. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Denaturierungsgrad 0 % und Wassergehalt 4 %.

Die Balkengruppen, die den Einfluß der Preßtemperatur für einen Aufschlußgrad von 25 % zeigen, wurden bereits in der Abb. 4-24 dargestellt und beschrieben. Die festgestellte Erweichung der Feststoffmatrix mit steigender Preßtemperatur ist für flockiertes Material noch ausgeprägter zu registrieren. Die Feststoffdrücke fallen von ca. 40 bar bei 30 °C auf unter 8 bar bei 90 °C Preßtemperatur. Die Feststoffdrücke der nicht flockierten Saat sinken dagegen nur auf ca. 25 bar ab.

Die infolge Temperaturerhöhung stark reduzierten Feststoffdrücke flockierter Saat führen ebenfalls nicht zu einer Beeinträchtigung der Komprimat-Drainage, vielmehr fallen die Fluiddrücke mit steigender Preßtemperatur kontinuierlich bis unter die Nachweisgrenze bei 90 °C ab. Aufgrund des geringen Niveaus der Flüssigkeitsdrücke bei dem flockierten Material ist im Gegensatz zu dem nicht flockierten Material kein deutlicher Anstieg mit der Kompression festzustellen. Ein Druckmaximum bei 70 °C wie bei der nicht flockierten Saat ist nicht zu verzeichnen. Die Feststoffdrücke des unterschiedlich aufgeschlossenen Materials zeigen keinen signifikanten Anstieg mit der Kompression.

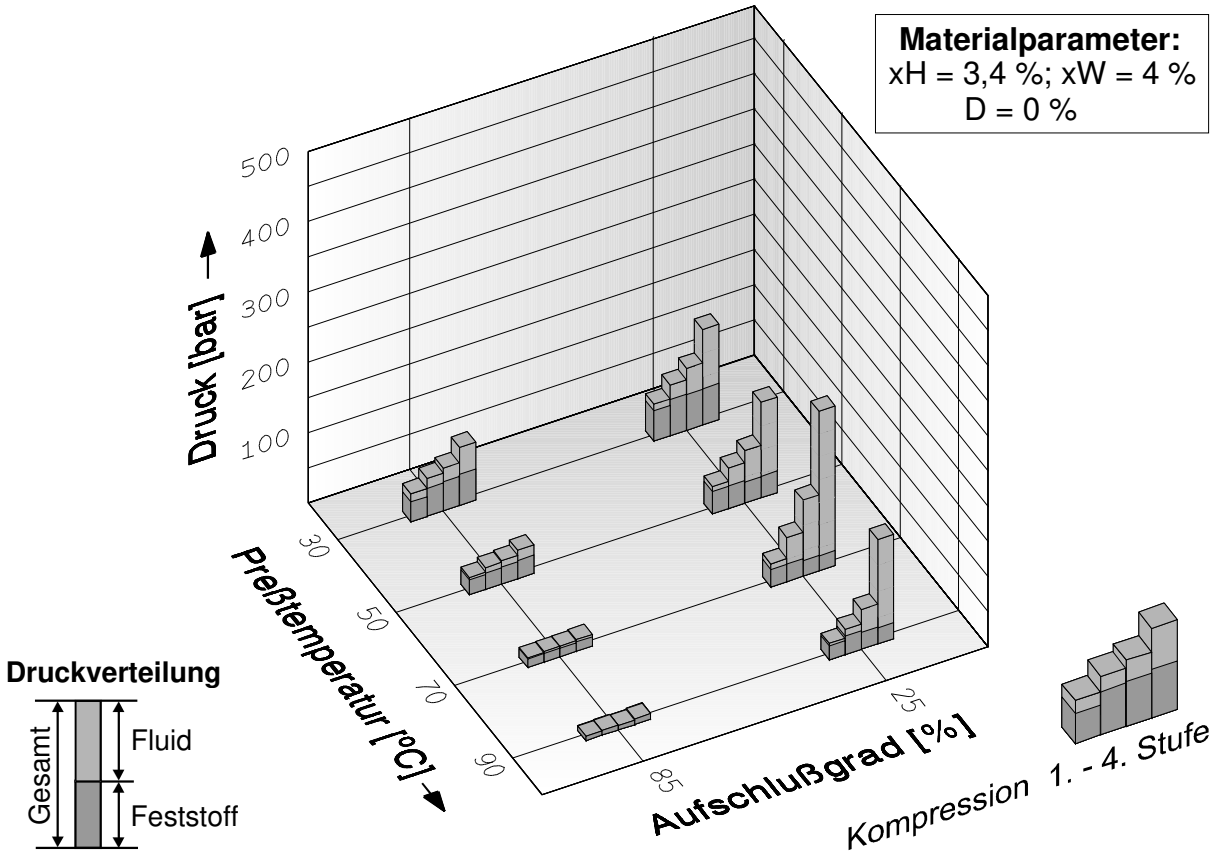


Abb. 4-30: Einfluß der Wechselwirkung von Aufschlußgrad, Preßtemperatur und Kompression auf die Komprimatdrücke

Wechselwirkung von Denaturierung, Wassergehalt und Kompression

Die Abb. 4-31 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Wassergehalt, Denaturierungsgrad und Kompression für folgende Material-Parameter:

Variiert wird der Wassergehalt zwischen 3 und 6 % und der Denaturierungsgrad zwischen 0 und 100 %. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Aufschlußgrad 25 % und Preßtemperatur 30 °C.

Die Feststoffdrücke werden von der Denaturierung nicht signifikant beeinflußt, sie bleiben auf dem vom Wassergehalt abhängigen gleichen Niveau und zeigen nur einen geringen Anstieg mit der Kompression. Sie fallen wie zuvor dargelegt mit steigendem Wassergehalt unabhängig von der Denaturierung. Die Fluiddrücke der nicht denaturierten Komprimate steigen mit höherem Wassergehalt und zunehmender Kompression. Die Denaturierung verbessert die Komprimat-Drainage und mindert den Anstieg der Flüssigkeitsdrücke mit steigendem Wassergehalt und Kompression. Hohe, die Feststoffdrücke deutlich übersteigende Flüssigkeitsdrücke treten erst bei einem Wassergehalt von 6 % in der dritten und vierten Kompressionsstufe auf. Die Erhöhung des Denaturierungsgrades von 50 auf 100 % führt zu keiner weiteren Steigerung der zuvor

beschriebenen Effekte, eher zu einer leichten Abschwächung mit steigenden Flüssigkeitsdrücken bei höheren Wassergehalten von 5 und 6 %.

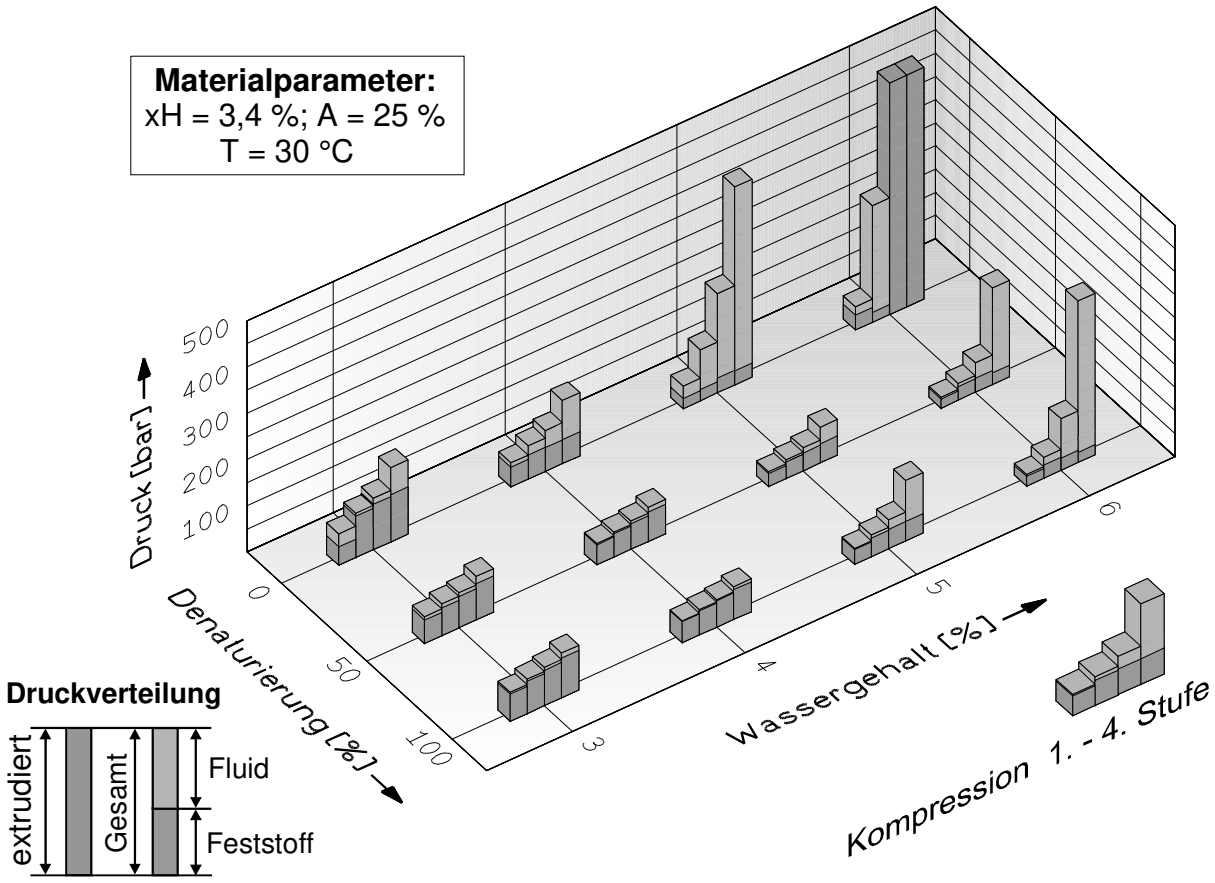


Abb. 4-31: Einfluß der Wechselwirkung von Denaturierung, Wassergehalt und Kompression auf die Komprimatdrücke

Wechselwirkung von Denaturierung, Preßtemperatur und Kompression

Die Abb. 4-32 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Denaturierung, Preßtemperatur und Kompression für folgende Material-Parameter:

Variiert wird die Preßtemperatur zwischen 30 und 90 °C und der Denaturierungsgrad zwischen 0 und 100 %. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Aufschlußgrad 25 % und Wassergehalt 4 %.

Der Einfluß der Preßtemperatur auf die nicht denaturierte schalenreduzierte Saat mit einem Fluiddruck-Maximum bei 70 °C ist schon in Abb. 4-24 dargestellt worden. Die Abnahme der Feststoffdrücke mit steigender Temperatur ist für die voll- und halbdenaturierten Komprimate ebenfalls festzustellen, wobei zwischen den gezeigten Denaturierungsgraden (50 und 100 %) keine signifikanten Unterschiede hinsichtlich Fest-

stoff- und Füssigkeitsdruck zu erkennen sind. Im Gegensatz zu den nicht denaturierten Komprimaten steigen die Feststoffdrücke mit der Denaturierung und der Kompression etwas an. Die zuvor beschriebene verbesserte Komprimat-Drainage mit sehr niedrigen Flüssigkeitsdrücken für denaturierte Saat bei 30 °C (Abb. 4-28) gilt für den ganzen Temperaturbereich bis 90 °C, wobei nur noch die Flüssigkeitsdrücke der vierten Stufe teilweise über 5 bar liegen.

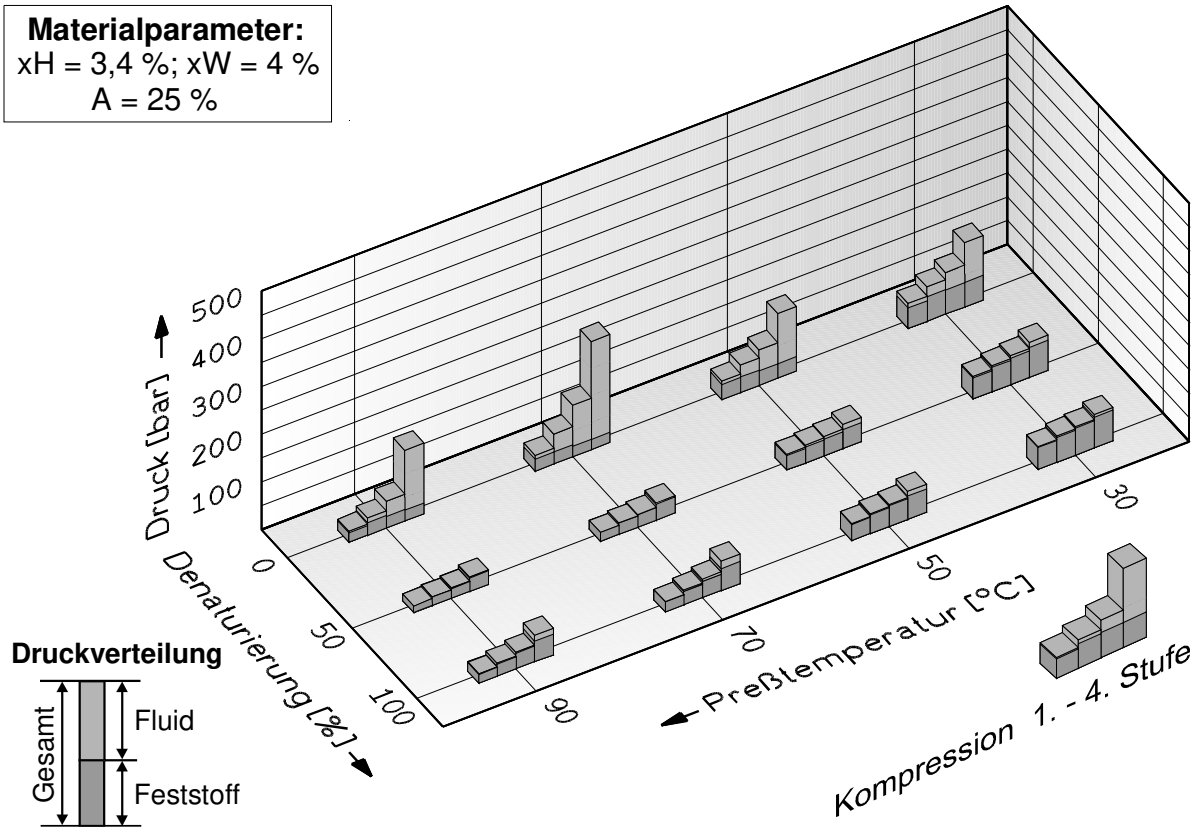


Abb. 4-32: Einfluß der Wechselwirkung von Denaturierung, Preßtemperatur und Kompression auf die Komprimatdrücke

4.2.3 Extrahierte Rapssaat unter Kompression

Die zuvor gezeigten Ergebnisse resultieren aus den Wechselwirkungen der feststoff- und flüssigkeitsinduzierten Kräfte. Um Rückschlüsse auf das Kompressionsverhalten der reinen Feststoffmatrix ohne Fluidphase zu erhalten, wurde schalenreduzierte Rapssaat mit 3,4 % Hüllen mit Hexan kalt extrahiert (vgl. Kap. 3.1). Der Einfluß des Wassergehalts, der Preßtemperatur und der Denaturierung auf die Feststoffdrücke der extrahierten Saat im Vergleich zu nicht extrahierter Saat wird in den Abb. 4-33 bis Abb. 4-35 aufgezeigt.

Einfluß des Wassergehalts und der Kompression auf die Feststoffmatrix

Die Abb. 4-33 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Wassergehalt und Kompression auf die Feststoffdrücke von extrahierter und nicht extrahierter Saat für folgende Material-Parameter:

Variiert wird der Wassergehalt für die nicht extrahierte Saat zwischen 3 und 6 %. Die extrahierte Saat wurde auf die entsprechend gleichen Beladungen der Feststoffmatrix für die nicht extrahierte Saat eingestellt. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Preßtemperatur 30 °C, Denaturierungsgrad 0 % und Aufschlußgrad 25 %.

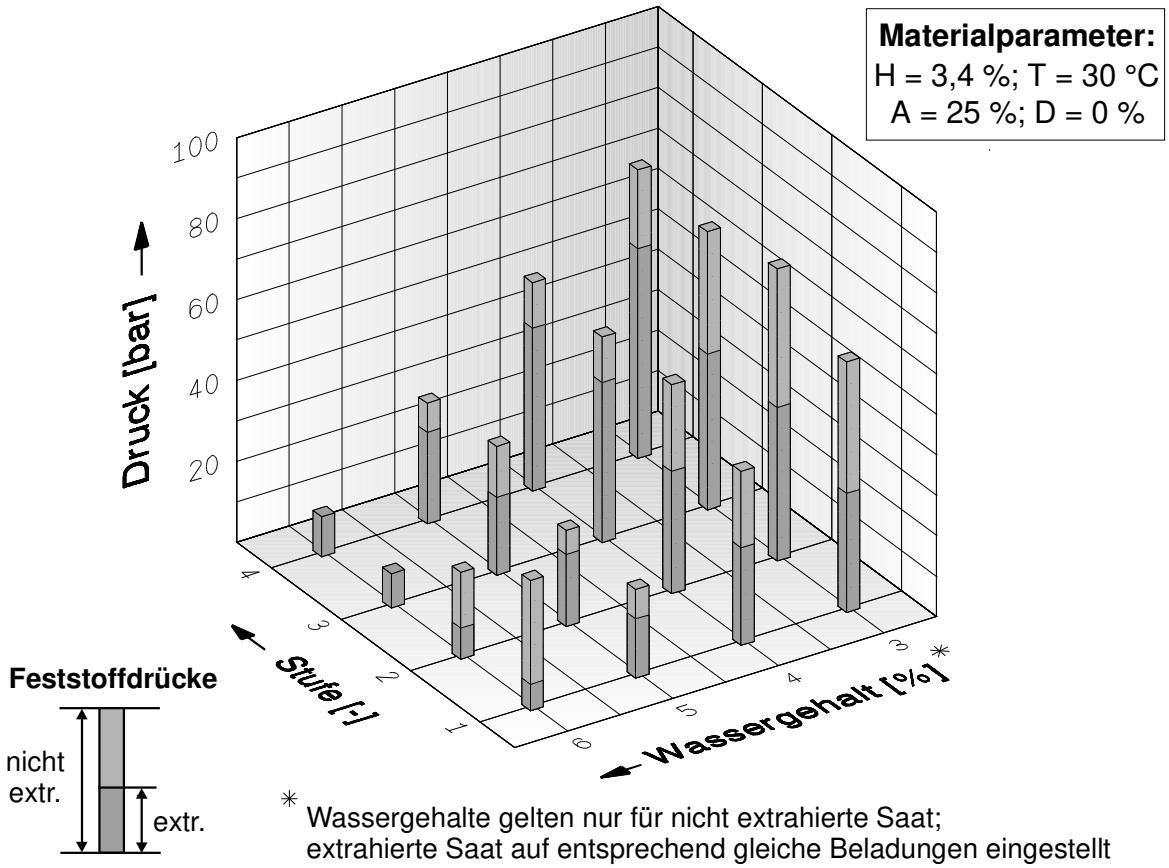


Abb. 4-33: Einfluß des Wassergehalts und der Kompression auf die Feststoffdrücke von extrahierter und nicht extrahierter schalenreduzierter Saat

Die dargestellten Feststoffdrücke der nicht extrahierten Saat entsprechen den bereits in Abb. 4-23 gezeigten Drücken. Die festgestellte Plastifizierung der Feststoffmatrix mit steigendem Wassergehalt für die nicht extrahierte Saat wird auch für das extrahierte Material bestätigt. Die Feststoffdrücke fallen mit steigendem Wassergehalt und steigen nur sehr gering unter Kompression. Die extrahierte Saat weist generell niedrigere Feststoffdrücke auf, die je nach Wassergehalt zwischen ca. 50 % (3 % Wassergehalt) und

80 % (5 % Wassergehalt) der Werte der nicht extrahierten Saat liegen. Die Feststoffdrücke für den Wassergehalt von 6 % sind nur schwer vergleichbar, da die dritte und vierte Kompressionsstufe aufgrund der schlechten Komprimat-Drainage des nicht extrahierten Materials nicht zu Ende geführt werden konnten.

Einfluß der Preßtemperatur und der Kompression auf die Feststoffmatrix

Die Abb. 4-34 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Preßtemperatur und Kompression auf die Feststoffdrücke von extrahierter und nicht extrahierter Saat für folgende Material-Parameter:

Variiert wird die Preßtemperatur zwischen 30 und 90 °C. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Denaturierungsgrad 0 %, Aufschlußgrad 25 % und eine Wasserbeladung von 0,089 gW/gF (dies entspricht einem Wassergehalt von 4 % für die nicht extrahierte Saat).

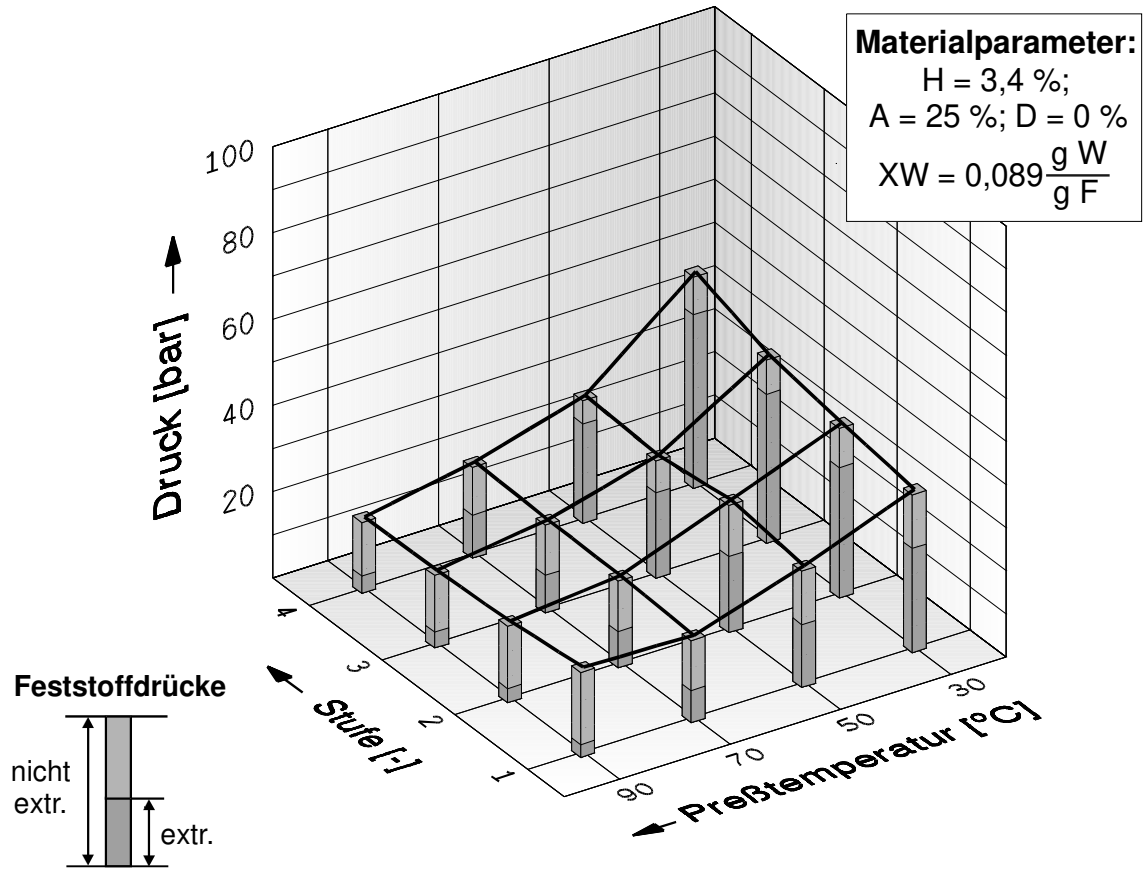


Abb. 4-34: Einfluß der Preßtemperatur und der Kompression auf die Feststoffdrücke von extrahierter und nicht extrahierter schalenreduzierter Saat

Die Feststoffdrücke der extrahierten Saat zeigen ebenfalls den für die nicht extrahierte Saat zuvor festgestellten nur geringen Anstieg mit der Kompression. Die Abnahme der Feststoffdrücke mit steigender Preßtemperatur ist bei der extrahierten Feststoffmatrix

ausgeprägter. Erreichen die Feststoffdrücke der extrahierten Saat bei der Preßtemperatur von 30 °C noch ca. 70 % bis 80 % des Niveaus der nicht extrahierten Saat, reduziert sich dieser Anteil mit steigender Temperatur bis auf ca. 15 % bei 90 °C.

Einfluß der Denaturierung und der Kompression auf die Feststoffmatrix

Die Abb. 4-35 zeigt den Einfluß der Wechselwirkung von Denaturierung und Kompression auf die Feststoffdrücke von extrahierter und nicht extrahierter Saat für folgende Material-Parameter:

Variiert wird der Denaturierungsgrad zwischen 0 und 100 %. Konstante Material-Parameter sind: Hüllengehalt 3,4 %, Preßtemperatur 30 °C, Aufschlußgrad 25 % und eine Wasserbeladung von 0,089 gW/gF (dies entspricht einem Wassergehalt von 4 % für die nicht extrahierte Saat). Versuche für den Denaturierungsgrad von 50 % liegen für das extrahierte Material nicht vor.

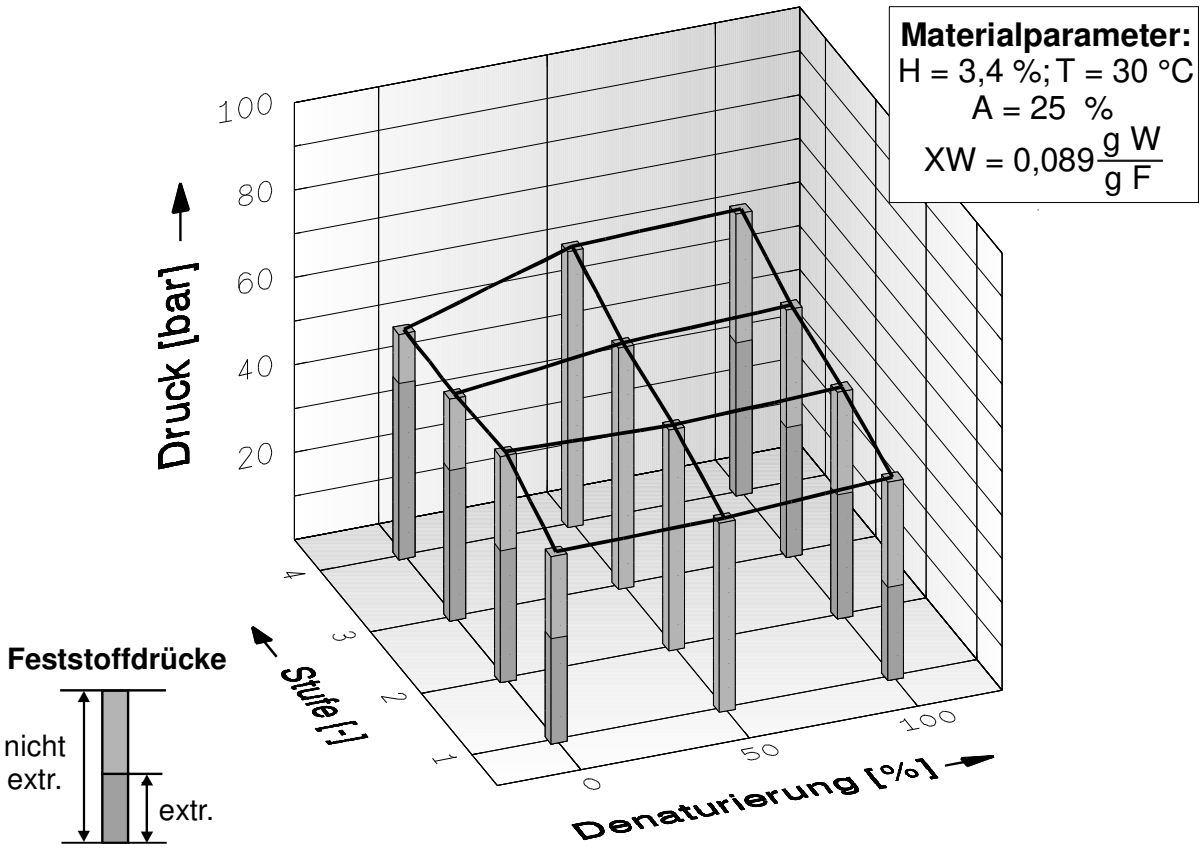


Abb. 4-35: Einfluß der Denaturierung und der Kompression auf die Feststoffdrücke von extrahierter und nicht extrahierter schalenreduzierter Saat

Der leichte Anstieg der Feststoffdrücke durch die Denaturierung bei der nicht extrahierten Saat wurde schon beschrieben. Die extrahierte Saat zeigt dagegen geringfügig niedrigere Feststoffdrücke nach Denaturierung. Der größere Anstieg der Drücke mit

der Kompression nach Denaturierung ist für die extrahierte Saat ebenfalls nicht gegeben.

4.3 Komprimat-Drainage

Die Abb. 4-36 zeigt exemplarisch die aufgenommen Meßwerte eines Versuchs zur Ermittlung der Komprimat-Drainage (vgl. Kap. 3.3.4). Dargestellt ist der Versuch für ein Material der Saat 98 (vgl. Tabelle 3-1) mit den Parametern: Hüllengehalt 3,7 %, Wassergehalt 4 %, Aufschlußgrad 25 %, Denaturierungsgrad 0 % und Preßtemperatur 30 °C. Diese Parameter entsprechen dem Standardmaterial der Versuchsreihe zur Variation der Material-Parameter (vgl. Kap. 3.3.3).

Anhand der Abb. 4-36 können die Zusammenhänge zwischen Kompression, Drainageöl-Volumenstrom und Komprimat-Drainage verdeutlicht werden. Das untere Diagramm zeigt, daß der angestrebte Volumenstrom von 20 mm^3/s zwar im Mittelwert eingehalten werden kann, die zeitlichen Schwankungen jedoch beträchtlich sind. Diese Schwankungen haben eine Rückwirkung auf die Komprimat-Drainage. Die Ergebnisse belegen auch eine Abhängigkeit vom Volumenstrom. Ein steigender Volumenstrom bewirkt eine Verbesserung der Drainage und umgekehrt.

Während der ersten Relaxationsphase nach der Vorverdichtung fällt der am Kolben gemessene Gesamtkomprimatdruck ab. Ein signifikanter Komprimat-Fluiddruck ist noch nicht meßbar. Der Drainageöldruck steigt während der Relaxationsphase an, bis Öldruck und Kolbendruck übereinstimmen. Ein weiterer Anstieg des Drainageöldrucks in den weiteren Kompressionsstufen führt zwangsläufig auch zu einem Anstieg des Kolbendrucks, da über die Kolbenstirnfläche das Öl mit dem im Drainageöl-Zylinder gemessenen Druck austritt. Der in einer Komprimathöhe von 11 mm gemessene Fluiddruck steigt mit zunehmender Kompression wie in den Versuchen ohne Drainageölzufuhr. Dieser Fluiddruck stellt die Summe aus Drainageöldruck und Komprimat-Fluiddruck dar. Steigt der Drainageöldruck als Folge einer Zunahme des Drainageöl-Durchflusses, steigt auch der Komprimat-Fluiddruck. Die Differenz zwischen Drainageöldruck und Komprimat-Fluiddruck ergibt sich durch den Druckverlust, den das Drainageöl vom Ort des Kolbens bis zum Fluiddruckaufnehmer erfährt. Eine Fluiddruck-Abnahme während der Relaxationsphasen ist nicht mehr festzustellen, vielmehr steigt der gemessene Fluiddruck infolge des gegenüber dem Komprimat-Fluiddruck höheren Drainageöldrucks weiter an. In der vorletzten Kompressionsstufe erreicht der Fluiddruck das Druckniveau des Gesamtdrucks bzw. des identischen Drainageöldrucks.

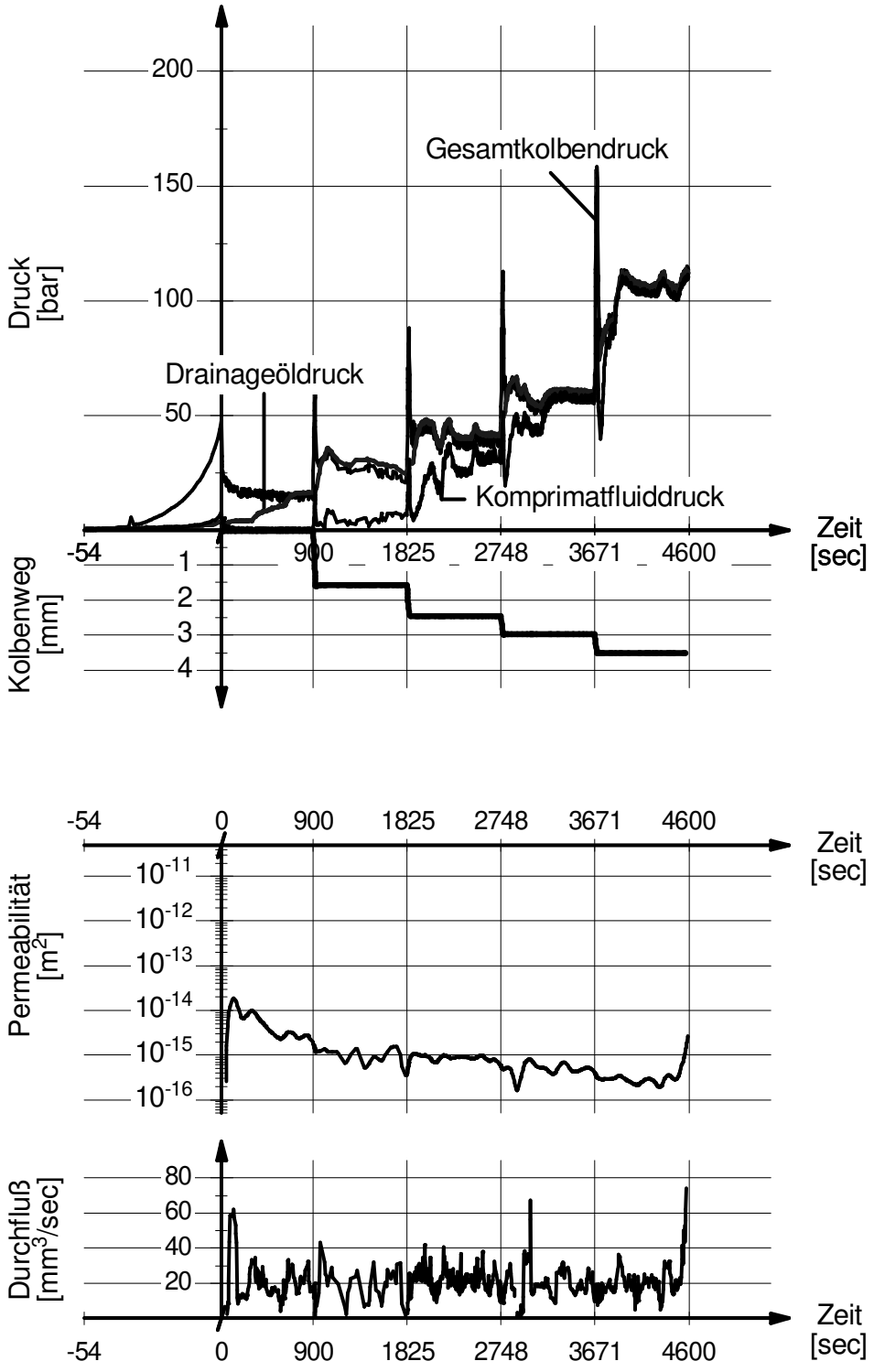


Abb. 4-36: Beispiel zur Bestimmung der Komprimat-Drainage. Oberes Diagramm: Kolbendruck, Drainageöldruck, Komprimat-Fluiddruck und Kolbenweg; mittleres Diagramm: Komprimat-Drainage; unteres Diagramm: Drainageöl-Volumenstrom

Durch die Reduzierung der Komprimathöhe wandert der Kolben immer näher zum ortsfesten Druckaufnehmer in 11 mm Höhe; damit wird der Druckverlust des Draina-

geöls zwischen Kolben und Druckaufnehmer immer geringer. Ist die Komprimat-Drainage sehr hoch, kann der Drainageöldruck niedriger als der Feststoffdruck des Komprimats und damit des Kolbendrucks sein. In der Tendenz führt die Kompression zu der erwarteten deutlichen Verringerung der Komprimat-Permeabilität. Die Schwankungen im Volumenstrom des Drainageöls überlagern sich mit dem Einfluß der Kompression. Eine genaue zuverlässige Quantifizierung ist dadurch nicht möglich. Die minimalen (nach Vorverdichtung, z_A = 16 mm) und maximalen (nach 4-stufiger Kompression, z_E = 12,5 mm) Permeabilitätswerte für die einzelnen Versuche unter Variation der Material-Parameter sind in der Tabelle 4-7 angegeben.

Die Komprimat-Drainage verschlechtert sich deutlich mit der Kompression. Die Werte nach der Vorverdichtung (z_A = 16 mm) liegen je nach Material-Parameter zwischen $4{,}8*10^{-13}$ m^2 (Versuch Nr. 19, denaturiertes Material, sonst Standardparameter) und $4{,}61*10^{-15}$ m^2 (Versuch Nr. 9, Material mit 2 % Hüllen, sonst Standardparameter). Nach vierstufiger Kompression (z_E = 12,5 mm) haben sich die Werte für die Komprimat-Drainage um durchschnittlich zwei Zehnerpotenzen, bezogen auf den Wert für die Komprimathöhe z_A, verringert. Das Spektrum für die Drainage liegt am Ende der Kompression zwischen $1{,}38*10^{-15}$ m^2 (Versuch Nr. 24, Material denaturiert, flockiert, Preßtemperatur = 90 °C, sonst Standardparameter) und $5{,}23*10^{-17}$ m^2 (Versuch Nr. 5, Wassergehalt = 6 %, sonst Standardparameter). Durch die Kompression von z_A auf z_E um 3,5 mm und durch die Variation der Material-Parameter liegt damit die Spanne zwischen den minimalen und maximalen Werten bei vier Zehnerpotenzen.

Bei den Versuchen zur Komprimat-Drainage ist durch eine Erhöhung des Wassergehalts von 3 auf 5 % (Versuch Nr. 1 bis 3) keine signifikante Verminderung der Drainage festzustellen. Erst die Erhöhung des Wassergehalts auf 6 % (Versuch Nr. 4) führt zu einer drastischen Abnahme der Komprimat-Drainage bis auf den mit $5{,}23*10^{-17}$ m^2 kleinsten Wert aller Versuche. Eine Erhöhung der Preßtemperatur für ansonsten konstante Material-Parameter (Standardparameter) führt in der Tendenz zu einer Verbesserung der Komprimat-Drainage (vgl. Versuche Nr. 1 und 6 bis 8). Die Variation des Hüllengehalts zwischen 3 und 15 % (Versuche Nr. 1 und 10 bis 13) bei einem Wassergehalt von 3 % und ansonsten konstanten Material-Parametern (Standardparameter) führt zu keinen deutlichen Veränderungen der Komprimat-Drainage. Die Komprimate mit hohen Hüllengehalten von 12 und 15 % haben bei maximaler Kompression (z_E) eine etwas bessere Drainage im Vergleich zu den niedrigeren Hüllengehalten. Das Komprimat mit dem geringsten Hüllengehalt von 2 % hat bereits nach der Vorverdichtung (z_A) mit $4{,}61*10^{-15}$ m^2 eine deutlich niedrigere Drainage als das Komprimat mit 3 % Hüllen. Auch im stark komprimierten Zustand ist die Drainage nur ca. halb so groß wie bei den Komprimaten mit hohen Hüllengehalten.

Tabelle 4-7: Minimale und maximale Permeabilitätswerte in Abhängigkeit von den Material-Parametern und dem Kompressionszustand

	Material-Parameter					**Permeabilität**	
	xH [%]	xW [%]	D [%]	A [%]	T [°C]	B [m^2]	
						Komprimathöhe	
Versuch Nr.	**Versuchsreihe H W T (D und A konst.)**					z_A = 16 mm	z_E = 12,5 mm
1	3,7	3	0	25	30	$1{,}11*10^{-14}$	$2{,}53*10^{-16}$
2	3,7	4	0	25	30	$1{,}09*10^{-14}$	$1{,}64*10^{-16}$
3	3,7	4	0	25	30	$3{,}23*10^{-14}$	$3{,}41*10^{-16}$
4	3,7	5	0	25	30	$3{,}00*10^{-14}$	$3{,}38*10^{-16}$
5	3,7	6	0	25	30	$5{,}26*10^{-14}$	$5{,}23*10^{-17}$
6	3,7	3	0	25	50	$1{,}01*10^{-14}$	$3{,}29*10^{-16}$
7	3,7	3	0	25	70	$1{,}42*10^{-13}$	$2{,}91*10^{-16}$
8	3,7	3	0	25	90	$2{,}21*10^{-13}$	$6{,}14*10^{-16}$
9	2	3	0	25	30	$4{,}61*10^{-15}$	$1{,}94*10^{-16}$
10	9	3	0	25	30	$1{,}75*10^{-14}$	$2{,}84*10^{-16}$
11	6	3	0	25	30	$1{,}41*10^{-14}$	$1{,}81*10^{-16}$
12	12	3	0	25	30	$1{,}28*10^{-14}$	$3{,}40*10^{-16}$
13	15	3	0	25	30	$1{,}78*10^{-14}$	$3{,}01*10^{-16}$
14	3,7	5	0	25	30	$3{,}35*10^{-14}$	$2{,}39*10^{-16}$
15	6	5	0	25	30	$1{,}00*10^{-14}$	$3{,}94*10^{-16}$
16	9	5	0	25	30	$6{,}48*10^{-14}$	$8{,}28*10^{-16}$
17	12	5	0	25	30	$3{,}01*10^{-14}$	$7{,}52*10^{-16}$
18	15	5	0	25	30	$4{,}32*10^{-14}$	$1{,}02*10^{-15}$
	Versuchsreihe D T A (H und W konst.)						
19	3,7	3	100	25	30	$4{,}80*10^{-13}$	$7{,}06*10^{-16}$
20	3,7	3	100	85	30	$2{,}45*10^{-14}$	$3{,}45*10^{-16}$
21	3,7	3	0	85	30	$6{,}81*10^{-14}$	$4{,}41*10^{-16}$
22	3,7	3	100	85	30	$3{,}23*10^{-14}$	$7{,}41*10^{-16}$
23	3,7	3	0	85	90	$2{,}64*10^{-14}$	$6{,}98*10^{-16}$
24	3,7	3	100	85	90	$2{,}52*10^{-14}$	$1{,}38*10^{-15}$
25	3,7	3	100	25	90	$1{,}01*10^{-14}$	$3{,}80*10^{-16}$

Bei einem erhöhten Wassergehalt von 5 % (Versuche Nr. 14 bis 18) hat die Variation des Hüllengehalts zwischen 3,7 und 15 % (alle anderen Material-Parameter konstant - Standardparameter) einen deutlich stärkeren Einfluß auf die Komprimat-Drainage bei starker Kompression (z_E). Die Permeabilitätswerte steigen von $2{,}39*10^{-16}$ m^2 bei einem Hüllengehalt von 3,7 % auf $1{,}02*10^{-15}$ m^2 bei 15 % Hüllen. Der geringfügige Abfall der Drainage bei der Erhöhung des Hüllengehalts von 9 auf 12 % ist durch Schwankungen im Drainageöl-Volumenstrom zu erklären. Bei geringer Komprimat-Kompression nach der Vorverdichtung (z_A) ist infolge der starken, vom Drainageöl-Volumenstrom induzierten Streuungen keine Abhängigkeit der Komprimat-Drainage von dem Hüllengehalt zu erkennen.

Einen signifikanten Einfluß auf die Komprimat-Drainage hat die Vorbehandlung des schalenreduzierten Materials durch Denaturierung und/oder Flockierung. Eine vollständige Denaturierung (Versuch Nr. 19, D = 100 %) oder eine Flockierung mit einem Aufschlußgrad von A = 85 % (Versuch Nr. 21) führt bei ansonsten konstanten Material-Parametern im Vergleich zu dem Referenzversuch Nr. 1 (Standardparameter) zu einer deutlichen Verbesserung der Komprimat-Drainage für die beiden angeführten Kompressionszustände. Die Kombination beider Konditionierungsstufen Denaturierung und Flockierung (Versuch Nr. 22) führt zu keiner weiteren signifikanten Verbesserung der Komprimat-Permeabilität. Wird jedoch zusätzlich zur Denaturierung und Flockierung die Preßtemperatur auf 90 °C erhöht (Versuch Nr. 24), verbessert sich die Drainage auf den höchsten Wert von $1{,}38*10^{-15}$ m^2 aller Versuche im Zustand der Maximalkompression (z_E). Die Komprimate mit den Material-Parameter-Kombinationen Denaturierungsgrad (D = 100 %) und Heißpressung (T = 90 °C) bzw. Flockierung (A = 85 %) und Heißpressung erreichen mit den Permeabilitätswerten bei maximaler Kompression von $3{,}80*10^{-16}$ m^2 bzw. $6{,}98*10^{-16}$ m^2 nicht dieses hohe Niveau.

5 Diskussion

5.1 Zusammenhang zwischen Komprimat-Rheologie und Kompressions-Parametern

Im Gegensatz zu den in der Literatur zu findenden experimentellen Arbeiten zum Themenkreis Trennpressen (vgl. Kap. 2.1.1 und 2.3.4) wurden im Rahmen dieser Arbeit überwiegend mehrstufige Kompressionsversuche durchgeführt. Dadurch wird die Ermittlung der Komprimat-Rheologie in Anlehnung an den technischen mehrstufigen Trennpreßprozeß in Seiher-Schneckenpressen ermöglicht.

Zur Veranschaulichung der Vorgänge im Komprimat unter mehrstufiger Kompression wird der vierstufige Kompressionsversuch mit den Standardparametern für die Kompression (vgl. Kap. 4.1.2) in Abb. 5-1 für folgende Material-Parameter gezeigt: Hüllengehalt 3,0 %, Wassergehalt 4,5 %, Aufschlußgrad 25 %, Denaturierungsgrad 0 % und Preßtemperatur T = 30 °C. Die Kompressions-Parameter sind in Abb. 5-1 aufgeführt.

Für den Fall konstanter Kompressions-Geschwindigkeit sind in der Literatur ausschließlich progressive Druckanstiege bei der Pressung biogener Feststoffe zu finden [5, 20, 93]. Dieser progressive Druckanstieg wird durch die experimentellen Ergebnisse dieser Arbeit für die Erstkompression der Schüttung bis zum Oil-Point ebenfalls bestätigt. Nach einer Relaxationsphase zeigen jedoch die nachfolgenden Kompressionsstufen immer erst einen degressiven Druckanstieg, der ein visko-elastisches rheologisches Verhalten repräsentiert. Dem degressiven Druckanstieg folgt bei den meisten Versuchen ein fluidinduzierter progressiver Druckanstieg. Die Ursachen für diese erstmals in dieser Form veröffentlichten Druckkinetiken konnten durch Zerlegung des Gesamtdrucks in seine Komponenten Fluid- und Feststoffdruck ermittelt werden. Der mehrstufige Preßvorgang ist daher in zwei unterschiedliche Abschnitte mit jeweils charakteristischer Druckkinetik aufzuteilen: der Erstkompression mit Relaxationsphase, der dem in der Literatur gezeigten einstufigen Preßvorgang entspricht, und den weiteren Kompressionsstufen. Die unterschiedlichen Mechanismen, die zu diesen unterschiedlichen Druckkinetiken führen, werden am Beispiel der Komprimate aus schalenreduzierter Rapssaat diskutiert.

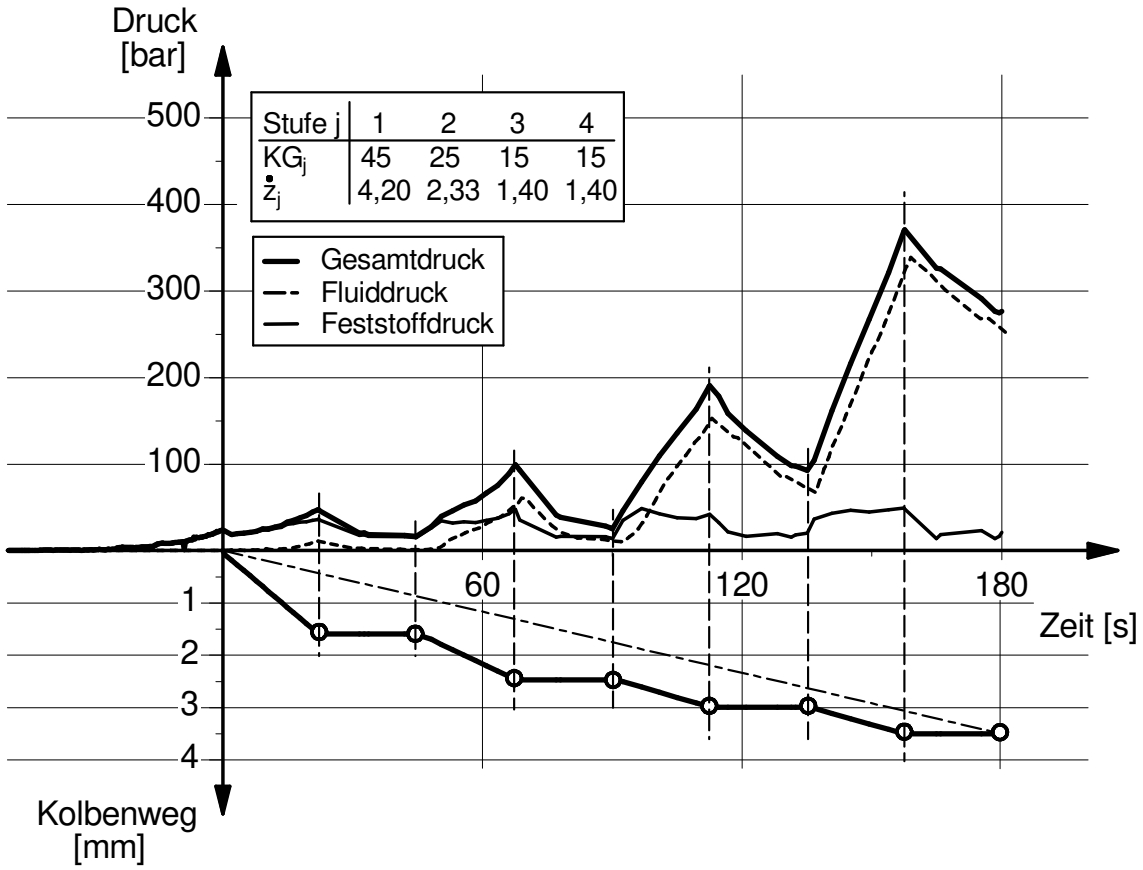


Abb. 5-1: Vierstufiger Preßversuch mit den Standardparametern für Kompression und Material

5.1.1 Komprimat-Rheologie bei der Erstkompression mit Relaxationsphase

Kompressionsphase

Die angenähert sphärischen Saatpartikel der Schüttung haben zu Beginn nahezu reine Punktberührung. Bei Kompression der Schüttung mit konstanter Geschwindigkeit übertragen die Kontaktflächen eine lokal sehr hohe Spannung und ermöglichen dadurch eine Deformation des Komprimats bei geringem Gesamtdruck. Durch die sukzessive Zunahme der Kontaktflächen steigen die erforderlichen Deformationskräfte bei vorgegebener konstanter Kompressions-Geschwindigkeit progressiv an. Der Druckanstieg setzt sich ab dem Oil-Point durch den zusätzlichen, ebenfalls progressiv steigenden Fluiddruck fort (vgl. Abb. 5-2). Der erste Ölaustritt aus den Saatpartikeln wird durch einen teilweisen Aufschluß des Speichergewebes ermöglicht. Durch die mechanische Zerstörung und Öffnung der Speichervolumina wird der die Feststoffmatrix stabilisierende Binnendruck in diesen Zellen abgebaut. Der kompressionsbedingten Zunahme der Feststoffspannung steht ab dem Oil-Point eine Abnahme durch Zerstörung der Feststoffmatrix gegenüber. Die Überlagerung dieser beiden Effekte führt ab dem Oil-

Point zu einem deutlich geringeren Anstieg des Feststoffdrucks bis auf ein Niveau, das nur noch geringfügig über dem des Oil-Points liegt (vgl. Abb. 5-5). Die Zellzerstörung ist ein nicht reversibler Prozeß, der zu plastischen Deformationen führt. Diese Beobachtungen bestätigen die von PITT [72, 73] beschriebenen mikro-rheologischen Effekte der Gewebezerstörung, die in Kap. 2.3 dargelegt wurden.

Wird in den mehrstufigen Kompressionsversuchen nach Erreichen des Oil-Points die Kompression mit deutlich reduzierter Kompressions-Geschwindigkeit unmittelbar fortgesetzt, zeigt sich eine kurze Relaxation des Komprimatdrucks. Ein Teil der während der Vorkompression mit hoher Geschwindigkeit induzierten Spannungen können bei verlangsamter Kompression partiell relaxieren. Die Druckzunahme bei niedriger Kompressions-Geschwindigkeit ist geringer als der kurzfristige Druckabbau durch Relaxation. Anschließend steigt in der ersten Kompressionsstufe der feststoff-dominierte Gesamtdruck bei noch geringem Fluiddruckanteil weiter progressiv an. Zu Beginn des Ölaustritts ist die Schüttungsluft zwischen den Saatpartikeln noch nicht vollständig ausgetrieben worden. Materialabhängig verbleibt bei Annahme vollständig inkompressibler Ölphase und Feststoffmatrix ein Luft-Restvolumen von ca. 3 bis 5 %. Die Saatpartikel haben noch nicht den Deformationszustand mit maximaler Kontaktfläche erreicht und nur ein Teil der Speichervolumina wurde aufgeschlossen. Der mit der Kompression steigende Aufschlußgrad im einstufigen Linearpreßversuch wurde experimentell belegt (vgl. dazu die Ausführungen in Kap. 5.2, Abb. 5-12).

Relaxationsphase

Zur Simulation der Vorgänge in der Schneckenpresse erfolgt im mehrstufigen Linearpreßversuch nach jeder Kompressionsstufe eine Relaxationsphase. Sowohl der Fluid- als auch der Feststoffdruck relaxieren deutlich in der Relaxationsdauer von 22,5 s. Es existieren also flüssigkeits- und feststoffinduzierte Relaxations-Mechanismen, auf die noch in Kap. 5.1.5 eingegangen wird. Der in der ersten Kompressionsstufe gebildete noch niedrige Fluiddruck kann in der Relaxationsphase nahezu vollständig abgebaut werden. Die Relaxation des Feststoffdrucks innerhalb der Relaxationsdauer von 22,5 s ist aber noch unvollständig, wie die Versuche mit langer Relaxationsdauer zeigen (vgl. Abb. 4-7 und Abb. 4-8). Aber auch nach vollständiger Relaxation (15 h) verbleibt eine elastische Restspannung der Feststoffmatrix (vgl. Kap. 4.1.3), die durch ein zu den MAXWELL-Körpern parallel angeordnetes HOOKE-Element bei der phänomenologischen Modellierung des Relaxationsverhaltens berücksichtigt wurde.

Expulsataustritt

Bei den Modellbetrachtungen der Literatur tritt in den Relaxationsphasen kein weiteres Fluid über den Seiher aus. Komprimate biogenen Ursprungs mit intrazellularer Fluidphase sind dreiphasige Systeme mit Luft zwischen und in den einzelnen Partikeln (Interzellularen). Dieser Aspekt führt zu einem komplexen Kompressionsverhalten, da die eingeschlossene Gasphase und die Zellzerstörung das Deformationsverhalten des Komprimats deutlich beeinflussen. Die in der Literatur bei der mathematischen Modellierung der Fest/flüssig-Trennung übliche Simplifizierung der Komprimate durch Annahme rein zweiphasiger Systeme (vgl. Kap. 2.1.1) ist nach REBOUILLAT et al. [78] daher nicht zulässig. Diese Aussagen wurden schon bei dem in Kap. 2.4.2 (Abb. 2-20) vorgestellten Arbeitsmodell zur Fest/flüssig-Trennung berücksichtigt und konnten durch die Ergebnisse dieser Arbeit bestätigt werden.

Die Abb. 5-2 zeigt den normierten Expulsataustritt E* als Quotient aus ausgetretenem Expulsat E (t) zur Gesamt-Expulsatmenge E (t_{ges}) für die Kompressions- und Relaxationsphase eines einstufigen Preßvorgangs für je ein Komprimat mit nativem und reduziertem Hüllengehalt.

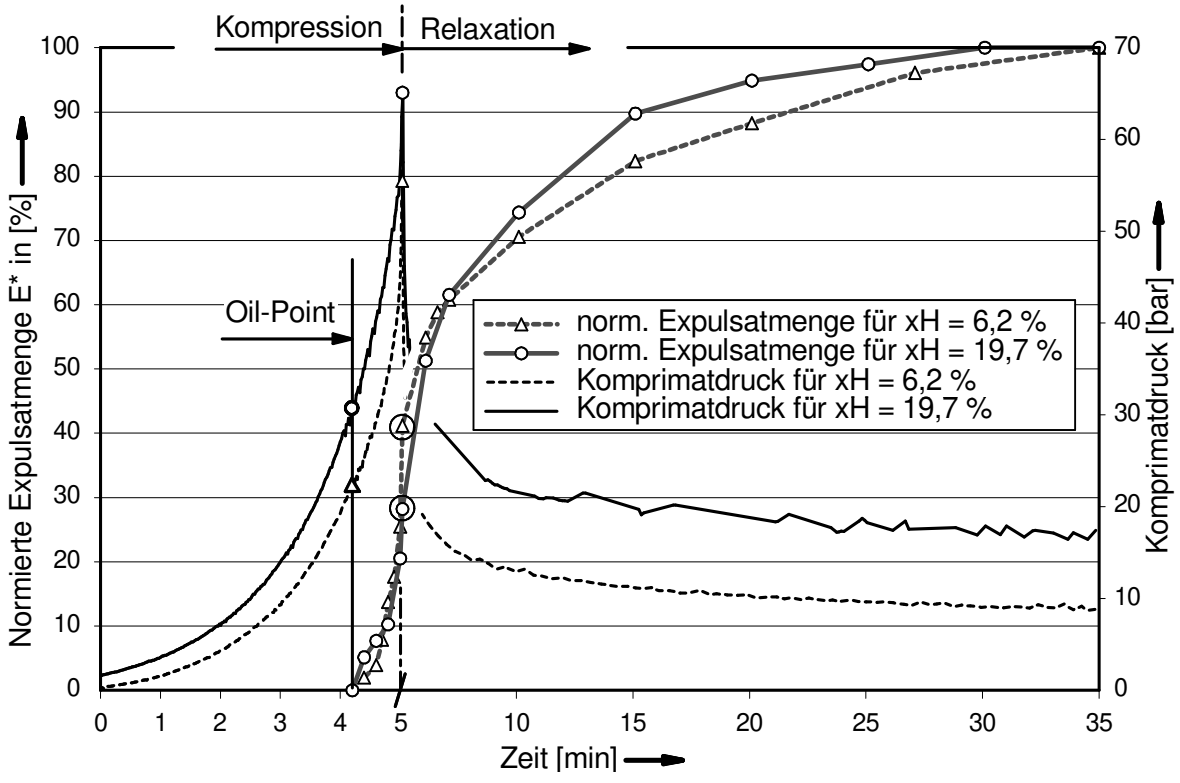


Abb. 5-2: Einstufiger Kompressionsversuch mit Relaxationsphase: normierte Expulsatmenge E* (t) = E (t)/E (t_{ges}) und Komprimatdruck für Komprimate mit unterschiedlichem Hüllengehalt

Für die Versuche mit der Saat 95 (vgl. Tabelle 3-1) wurden folgende Material-

Parameter eingestellt: Hüllengehalte von 19,7 % und 6,2 %, Wassergehalt ca. 4,5 %, Aufschlußgrad 25 %, Denaturierungsgrad 0 % und eine Preßtemperatur von 30 °C. Die Materialproben von 100 g wurden mit der konstanten Kompressions-Geschwindigkeit von $\dot{z}$ = 5 mm/min von der vom Hüllengehalt abhängigen Schüttungshöhe auf eine Komprimathöhe von z = 22,5 mm komprimiert. Die sich anschließende Relaxationsphase hatte eine Dauer von 30 min. Für die Kompressionsphase wurde der Zeitmaßstab gespreizt.

Die Ergebnisse belegen, daß auch während der Relaxationsphase bei konstantem Komprimatvolumen weiterhin durch Expansion kompressibler Komprimat-Komponenten Öl ausgetrieben wird. Das Komprimat enthält weit über den Oil-Point hinaus einen nicht zu vernachlässigenden Anteil an kompressibler Gasphase, der mutmaßlich in der Relaxationsphase einen wesentlichen Anteil des Ölaustritts verursacht. Das mit Abb. 2-20 vorgestellte Arbeitsmodell zu den Komprimat-Zuständen in den einzelnen Phasen des Preßvorgangs wird damit experimentell bestätigt. Die Nichtberücksichtigung der Gasphase ist eine Ursache für die in der Literatur häufig festgestellte mangelnde Übereinstimmung zwischen mathematischem Modell und Experiment.

Der ermittelte Oil-Point ist unabhängig vom Hüllengehalt der Komprimate. Das Komprimat mit nativem Hüllengehalt hat durch die dominant elastischen Eigenschaften der Rapshüllen sowohl in der Kompressions- als auch in der Relaxationsphase höhere Komprimatdrücke. Die Gesamt-Expulsatmenge ist mit 5,1 g für das schalenreduzierte Material größer als für das nicht schalenreduzierte Material mit 3,9 g. Durch den Hüllengehalt wird auch die Verteilung der Expulsatmenge auf die Preßabschnitte Kompression und Relaxation deutlich beeinflußt. Für das Komprimat mit dem Hüllengehalt xH = 6,2 % beträgt die Verteilung auf die Phasen Kompression und Relaxation 41,2 % zu 58,8 %; für den Hüllengehalt xH = 19,7 % beträgt die Verteilung 28,2 % zu 71,8 %. Bei den gewählten Kompressions-Parametern überwiegt somit die Expulsatmenge in den Relaxationsphasen. Die auf die Gesamt-Expulsatmenge bezogene Expulsatkinetik verhält sich nahezu proportional zum Komprimatdruck. In dem Maße wie der Komprimatdruck relaxiert, wird die Ausflußrate reduziert. Die Unterschiede in der Menge und Kinetik sind auf die unterschiedlichen Hüllengehalte zurückzuführen. Das Komprimat mit nativem Hüllengehalt hat mit 45,6 % einen deutlich geringeren Ölgehalt als die geschälte Saat mit 51,8 % (vgl. Tabelle 3-1). Durch die zerklüftete Rapshüllen-Struktur und die stabile Halbschalenform der Hüllenfragmente wird nicht nur die Schüttungsdichte bei einem hohen Hüllengehalt herabgesetzt, es verbleibt unter Kompression auch ein im Vergleich zum schalenreduzierten Komprimat höheres Luftvolumen im Komprimat. Dieses größere expandierende Volumen führt zu einer höheren Ausflußrate in der Relaxationsphase, jedoch ohne die Gesamt-Expulsatmenge des schalenreduzierten Komprimats zu erreichen. Relaxationsphasen im Trennpreßvorgang sind daher in doppelter Hinsicht wichtig und keine unnötige Verlängerung der

Preßdauer. Auch während der Relaxationsphase tritt Öl aus und die Komprimat-Drainage in der nachfolgenden Kompressionsstufe wird verbessert, wie die noch zu diskutierenden Ergebnisse der Preßversuche mit variablen Relaxationsdauern zeigen.

5.1.2 Vorgänge in den weiteren Kompressions- und Relaxationsphasen

In den nachfolgenden weiteren Kompressionsstufen zeigt sich gegenüber der ersten Kompressionsstufe ein wesentlich komplexeres Materialverhalten für alle variierten Kompressions- und Material-Parameter. Entgegen der Erstkompression steigt der Feststoffdruck nur noch degressiv an. Für eine isoliert betrachtete Kompressionsstufe deutet dies auf ein visko-elastisches Materialverhalten hin, das in erster Näherung phänomenologisch mit einem MAXWELL-Körper modelliert werden kann.

Ein hoher Elastizitätsmodul der Feststoffmatrix zu Beginn jeder Kompressionsstufe läßt den Feststoffdruck spontan mit großer Steigung ansteigen. Der Druckverlauf wechselt jedoch nach bereits geringer Kompression und bei niedrigem Druck in eine deutlich degressive Kinetik. Nach dem visko-elastischen Übergang vom dominant elastischen Anfangsbereich ist der Feststoffdruck in der weiteren Kompressionsphase nahezu konstant.

Bei weiterer Kompression in den nachfolgenden Stufen erhöht sich das Niveau der Feststoffdrücke nur noch geringfügig. Dieses Verhalten ist bei einem linear visko-elastischen Verhalten nur nach fast vollständiger Relaxation möglich, die jedoch bei der experimentell untersuchten Relaxationsdauer von 22,5 s nicht gegeben ist. Erst nach einer Relaxationsdauer von 15 h konnte keine signifikante weitere Relaxation mehr festgestellt werden. Die in Kap. 4.1.3 gezeigten Ergebnisse für mehrstufige Preßversuche mit Relaxationsphasen von 30 min nach jeder Kompressionsstufe belegen die zum Teil sehr langsamen Relaxations-Mechanismen der Komprimate. Darüber hinaus weisen die Gleichgewichtsdrücke nach vollständiger Relaxation auf einen rein elastischen Anteil hin, der bei zunehmender Kompression einen proportional steigenden elastischen Feststoffdruck bedeuten würde. Der feststoffbedingte relaxierte Komprimatdruck zeigt aber nur einen geringen Anstieg mit dem in den Kompressionsstufen angefahrenen Kompressionsgrad. Keinen Einfluß hat dabei, ob der Kompressionsgrad kontinuierlich oder mehrstufig mit zwischenzeitlichen Relaxationsphasen erzielt wird (vgl. Kap. 4.1.3).

Die in der ersten Kompressionstufe eingeleiteten nicht reversiblen Strukturveränderungen durch Aufschluß der Zellen werden in den folgenden Kompressionsstufen weiter verstärkt (vgl. Kap. 5.2.5). Die nach dem Oil-Point festgestellte teilweise Kompensation von elastizitätsbedingt steigendem Feststoffdruck durch eine abnehmende Zahl an intakten Zellen, in denen der Binnendruck die Feststoffmatrix stützt, wird auch für

die weiteren Kompressionsstufen bestätigt.

Die besondere Bedeutung des Turgors für das Deformationsverhalten des biogenen Gewebes wurde im Kap. 2.3 beschrieben. Die Versuchsergebnisse mit extrahierter Rapssaat (Abb. 4-33 bis Abb. 4-35) und mit unterschiedlichem Aufschlußgrad (Abb. 4-28 bis Abb. 5-16 und Abb. 5-10) bestätigen die Befunde der Literatur und werden in Kap. 5.2 näher diskutiert. Die Zellwände sind durch ihre Textur auf Zugbelastung zur Aufnahme des Zellinnendrucks ausgerichtet, wie die in Kap. 2.2.1 dargelegten Befunde zur Struktur der Parenchymzellen zeigen. Bei geöffneten Zellen ohne stützenden Binnendruck kann die Ölphase bei geringer Druckbeanspruchung unter plastischer Deformationen der Zellen abgepreßt werden.

Das dargestellte nichtlineare visko-elastische Verhalten der Feststoffmatrix erfordert eine Erweiterung des MAXWELL-Körpers. Der dominant elastische Druckanstieg nach den Relaxationsphasen und der elastische Rückstelldruck nach vollständiger Relaxation erfordern ein zusätzliches HOOKE-Element parallel zum MAXWELL-Körper. Der Wechsel vom dominant elastischen Anstieg zum visko-elastischen Verlauf ab einer Grenzspannung wird durch ein in Reihe mit dem HOOKE-Element angeordnetes ideal plastisches ST.VENANT-Element erfaßt. HOOKE- und ST.VENANT-Element bilden einen elasto-plastischen Körper, der in der Literatur auch als PRANDTL-Körper bezeichnet wird [121]. Unter Vernachlässigung des visko-elastischen Übergangs beschreibt der PRANDTL-Körper das nichtlineare rheologische Verhalten der Feststoffmatrix. Das ST.VENANT-Element wird in der Literatur mit den visko-elastischen Modellen (KELVIN-, MAXWELL- und BURGERS-Körper) zur Beschreibung des typisch nichtlinearen rheologischen Verhaltens biogener Feststoffe kombiniert [29].

Durch die Kombination von MAXWELL- und PRANDTL-Körper ergibt sich ein MAXWELL-PRANDTL-Körper, der das rheologische Verhalten der Feststoffmatrix unter Kompression qualitativ beschreiben kann. Der MAXWELL-PRANDTL-Körper mit dem qualitativen Kraftverlauf unter kontinuierlicher Kompression mit anschließender Relaxation ist in Abb. 5-3 dargestellt.

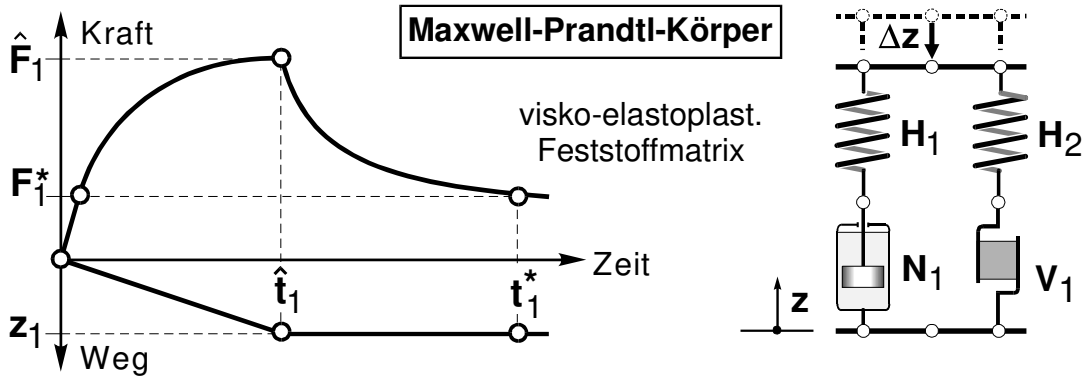


Abb. 5-3: Maxwell-Prandtl-Körper zur qualitativen Beschreibung des Deformationsverhaltens der Feststoffmatrix ab der zweiten Kompressionsstufe

Gegenüber dem Feststoffdruck zeigt der Fluiddruck einen progressiven und bei sehr hohen Drücken linearen Anstieg in der auf eine Relaxationsphase folgenden Kompressionsstufe. Bereits in der zweiten Kompressionsstufe kann je nach Material- und Kompressionsparameter der Fluiddruck den Feststoffdruck übersteigen. Der progressive Druckanstieg ist, wie in Kap. 2.4.2 (Abb. 2-21) dargestellt, auf die Verengung der Komprimat-Kapillaren unter Kompression zurückzuführen und kann mit der Gleichung von HAGEN-POISEULLE in erster Näherung korreliert werden. Der fast lineare, zur Kompression proportionale Druckanstieg bei hohen Komprimatdrücken läßt vermuten, daß die Abnahme der Durchmesser der Komprimat-Kapillaren nicht mehr proportional zur Kompression ist. Hier wird die verschlechterte Komprimat-Drainage und die Wechselwirkung von Fluidphase und Feststoffmatrix deutlich. Zu Beginn der Kompression reduziert sich das Kuchenvolumen über die Abnahme der Porosität.

Der Übergang von der elastizitäts-dominierten zur nahezu plastischen Deformation der Feststoffmatrix beschreibt den mechanischen Aufschluß des Gewebes. Die damit verbundene plastische Deformation der Saatpartikel wird in diesem Stadium noch nicht durch einen hohen Fluiddruck in den Komprimat-Kapillaren behindert, wie die Versuchsergebnisse zeigen. Mit zunehmender Füllung der Komprimat-Kapillaren mit Öl und steigendem Fluiddruck wächst der Widerstand gegen die Reduzierung der Komprimat-Kapillaren. Der steigende Fluiddruck in den die Saatpartikel umgebenen Kapillaren erschwert die Deformation der noch nicht aufgeschlossen Speichervolumina und unterstützt die Deformation der bereits aufgeschlossenen. Die Ergebnisse dieser Arbeit bestätigen damit die Aussage von SCHWARTZBERG [94], daß die Reduzierung des Komprimatvolumens bei fluid-determiniertem Gesamtdruck wesentlich durch Verringerung des Zellvolumens und nur unwesentlich durch Reduzierung der Komprimat-Kapillaren erfolgt.

Aus der Summe von Feststoff- und Fluiddruck ergibt sich der bei fast allen Versuchen

beobachtete charakteristische Gesamtdruckverlauf in den Kompressionsstufen ab der zweiten Stufe mit erst degressivem Anstieg, der dann in einen progressiven bis linearen wechselt. Da der Feststoffdruck in den Relaxationsphasen nicht vollständig relaxiert und bei Kompression einen im Vergleich zum Fluiddruck schnelleren Druckanstieg aufweist, dominiert zu Beginn der Kompressionsstufe der Feststoffdruck. Im weiteren Verlauf der Kompression dominiert dann der progressiv ansteigende Fluiddruck bei angenähert konstantem Feststoffdruck. Der Wendepunkt, an dem der Gesamtdruckverlauf vom feststoff-dominierten degressiven in den fluid-dominierten progressiven Druckanstieg wechselt, kann als charakteristisches Merkmal für die Analyse der Kompressionsphase verwendet werden (vgl. Kap. 5.1.4).

Die bisher dargestellten Befunde zum rheologischen Verhalten biogener Komprimate aus schalenreduzierter Rapssaat sollen durch Diskussion der Ergebnisse der Kompressionsversuche unter Variation der Kompressionsparameter weiter vertieft werden.

5.1.3 Komprimatdrücke bei Variation der Relaxationsdauer

Die Ergebnisse dieser Arbeit weisen die sich mit der Kompression verschlechternde Komprimat-Drainage und die dadurch bedingten überproportional ansteigenden Fluiddrücke als limitierenden Faktor für die Trennpreßoperation aus. Durch Variation der Relaxationsdauer kann das Verhältnis von Fluid- zu Feststoffdruck in den nachfolgenden Kompressionsphasen beeinflußt werden, wie die Ergebnisse in Kap. 4.1.4 zeigen.

Der Feststoffdruck wird durch die Dauer der Relaxation deutlich weniger beeinflußt als der Fluiddruck. Die kontinuierliche Kompression mit hoher Kompressions-Geschwindigkeit ohne Relaxationsphase führt zu einem hohen Fluiddruck, der in den Relaxationsphasen nachfolgender Kompressionsstufen nicht mehr im Vergleich zum Standardversuch kompensiert werden kann. Schon eine Relaxationsdauer von $\Delta t_{Rj} = 1$ s führt zu einem deutlichen Abfall des Fluiddrucks bei fast konstantem Feststoffdruck. Diese phänomenologischen Effekte und die ermittelten Relaxationszeiten des Multi-MAXWELL-Modells (vgl. Tabelle 4-4 und Tabelle 4-5) bestätigen die in Kap. 2.4.3 postulierten unterschiedlich schnellen ersten und zweiten Relaxations-Mechanismen:

1. Schneller Ausgleich und Abbau des äußeren Flüssigkeitsdrucks im externen Kapillarsystem durch Umverteilung der Flüssigkeit infolge der entstandenen Druck- und Porositätsgradienten während der Kompression.
2. Langsamere Vergleichmäßigung und Reduzierung der Feststoffspannung durch interne Bewegungen als Folge der Umverteilung der Flüssigkeit in den Komprimat-Kapillaren.

Sehr lange Relaxationsphasen von $\Delta t_{Rj} > 180$ s führen zu einem deutlichen Anstieg des Feststoffdrucks in der nächsten Kompressionsstufe weit über das Niveau der vorherigen Kompressionsstufe hinaus. Mit dem folgenden Modellansatz könnte dieser Effekt erklärt werden:
Während der langen Relaxationsphasen wird der Fluiddruck durch Expulsataustritt aus den Komprimat-Kapillaren vollständig abgebaut. Durch den reversiblen elastischen Deformationsanteil und der damit verbundenen Expansion der komprimierten Saatpartikel tritt eine Umkehrung der Strömungsrichtung des Fluids auf. Die Speichervolumina nehmen einen Teil des zuvor abgepreßten Fluids aus den Komprimat-Kapillaren wieder auf. Die Fluidmenge in den Komprimat-Kapillaren wird dadurch weiter reduziert. Das vorgestellte Arbeitsmodell für die Komprimatzustände (vgl. Abb. 2-20) muß aufgrund dieser experimentellen Befunde für lange Relaxationsphasen um das mögliche Rücksaugen von Fluid in die Speichervolumina erweitert werden.

In der nächsten Kompressionsstufe wird durch die Aufnahme der Flüssigkeit aus den Komprimat-Kapillaren die Deformation des Komprimats ohne spontanen Fluiddruckanstieg ermöglicht. In den sich großflächig berührenden und ölgefüllten Partikeln führt die Kompression zu einem Anstieg des Binnendrucks, der sich als spontan steigender hoher Feststoffdruck abbildet. Während der Kompression versucht sich der Binnendruck durch Ausfluß von Öl über die Partikel-Kapillaren abzubauen. Aufgrund der kleinen Abmessungen der Abflußwege ist dieser Vorgang mit einem hohen Druckverlust behaftet und entsprechend verzögert. Dieser Effekt wird besonders bei den sehr langen Relaxationsphasen mit $\Delta t_{Rj} = 1800$ s deutlich: der vollständig relaxierte Fluiddruck steigt erst in der Relaxationsphase der folgenden Kompressionsstufe sehr langsam wieder an. In dem Maße, wie der Binnendruck und damit der Feststoffdruck fällt, steigt der meßbare Fluiddruck in den Komprimat-Kapillaren. Der hohe Binnendruck der Partikel wird zum Außendruck in den Komprimat-Kapillaren.

5.1.4 Optimierter mehrstufiger Preßversuch

Ein optimierter mehrstufiger Preßversuch muß bei gegebener Material-Rheologie durch die Wahl der Kompressions-Parameter in allen Stufen die in Kap. 2.1.3 formulierten Anforderungen an die Komprimat-Rheologie - hohe Drainage bei ausreichender Rückstellkraft - gewährleisten. Durch die Versuche unter Variation der Kompressions-Parameter (Stufen-Kompressionsgrad, Relaxationsdauer) wurde der Fluiddruck als limitierende Größe für den Trennpreßvorgang ausgewiesen. Die Feststoffdrücke haben über den gesamten Preßvorgang ein nahezu konstantes Niveau. Durch kurze Kompressionsstufen und lange Relaxationsphasen wird eine hohe Komprimat-

Drainage, gekennzeichnet durch niedrige Fluiddrücke, realisiert. Niedrige Gesamtdrücke mit entsprechend reduzierter Leistungsaufnahme der Presse werden so ermöglicht. Durch die geforderten Größen Durchsatz und Restölgehalt sind bei gegebener konstruktiver Länge der Presse und damit Preßdauer die Relaxationsphasen zugunsten der Kompressionsphasen in ihrer Dauer jedoch beschränkt. Die Versuche in der Linearpresse erlauben die Formulierung von Kriterien für die Auswahl der optimalen Kompressionsparameter:

- Als Maß für die kompressionsbedingte Drainage-Verschlechterung wird der durch zweifache Differentiation ermittelbare Wendepunkt im Gesamtdruckanstieg herangezogen. Zum Zeitpunkt des Wendepunkts wird der exponentielle Druckanstieg des Fluids bei zunehmend degressiv steigendem Feststoffdruck für die Gesamtdruckkinetik dominant: die geforderte Komprimat-Rheologie ist nicht mehr gewährleistet und der Gesamtdruck steigt überproportional an.
- Als Maß für die notwendige Relaxationsdauer wird die Relaxationszeit τ_1 des 1. MAXWELL-Körpers MX des Multi-MAXWELL-Modells MXM genommen, mit dem die jeweilige Relaxationsphase der betrachteten Stufe modelliert wurde. Der 1. MX des MXM repräsentiert den freien Abfluß und den Ausgleich des Fluids in den externen Komprimat-Kapillaren als schnellsten und quantitativ bedeutendsten Relaxations-Mechanismus (vgl. Kap. 2.4.3). Die Relaxationszeit des zweiten Mechanismus (Relaxation der Feststoffmatrix) ist schon um eine Zehnerpotenz langsamer.

Die Kompressions-Parameter des optimierten Versuchs werden konsekutiv nach dem folgenden Algorithmus ermittelt: Die Kompressions-Parameter der ersten Stufe werden vom Standardversuch übernommen, danach relaxiert das Komprimat für 30 Minuten. Nur die lange Relaxationsdauer erlaubt eine hinreichend genaue Auswertung des Relaxationsverlaufs mit dem MXM. Aus der Modellierung des Relaxationsverlaufs ergibt sich die Relaxationszeit des 1. MX zu $\tau_1 = 10$ s. Diese Zeit wird als Relaxationsdauer der ersten Stufe festgesetzt. Anschließend wird die erste Stufe mit der ermittelten Relaxationsdauer gefahren und eine zweite Kompressionsstufe angeschlossen. In dieser Stufe wird die Kompression mit konstanter Geschwindigkeit solange fortgeführt, bis der Wendepunkt WP in der Gesamtdruckkinetik überschritten wird. Der Wendepunkt wird als Endpunkt der zweiten Kompressionsstufe festgelegt. Durch Wiederholung des Versuchs mit anschließender Relaxation von 30 Minuten wird durch erneute Modellierung des 2. Relaxationsverlaufs die Relaxationsdauer der 2. Stufe mit der Relaxationszeit des 1. MX von $\tau_2 = 5{,}5$ s festgelegt. Diese Vorgehensweise wird bis zu einer Gesamtpreßdauer von $t_{ges} = 180$ s entsprechend dem Standardversuch fortgeführt. Durch die beschriebene Versuchsdurchführung ergibt sich eine siebenstufige Trennpreßoperation ohne abschließende Relaxationsphase. Die

jeweiligen Relaxationsphasen sind von ihrer Dauer identisch mit den ermittelten Relaxationszeiten des jeweils 1. MX des den Relaxationsverlauf beschreibenden Multi-MAXWELL-Modells.

Die Stufen-Kompressions-Geschwindigkeiten ergeben sich für die ersten vier Stufen aus dem Standardversuch (vgl. Abb. 4-6); alle nachfolgenden Stufen werden mit der Geschwindigkeit der vierten Kompressionsstufe von 1,4 mm/min gefahren. Die resultierende Gesamtdruckkinetik des siebenstufigen Preßversuchs mit Fluid- und Feststoffdruck ist in Abb. 5-4 mit den ermittelten Kompressions-Parametern dargestellt. Durch rein degressive Druckanstiege wird im optimierten Versuch eine Endkomprimathöhe von 12,267 mm erzielt. Daraus ergibt sich eine über dem Standardversuch (3,5 mm) liegende Gesamtkompression von 3,733 mm.

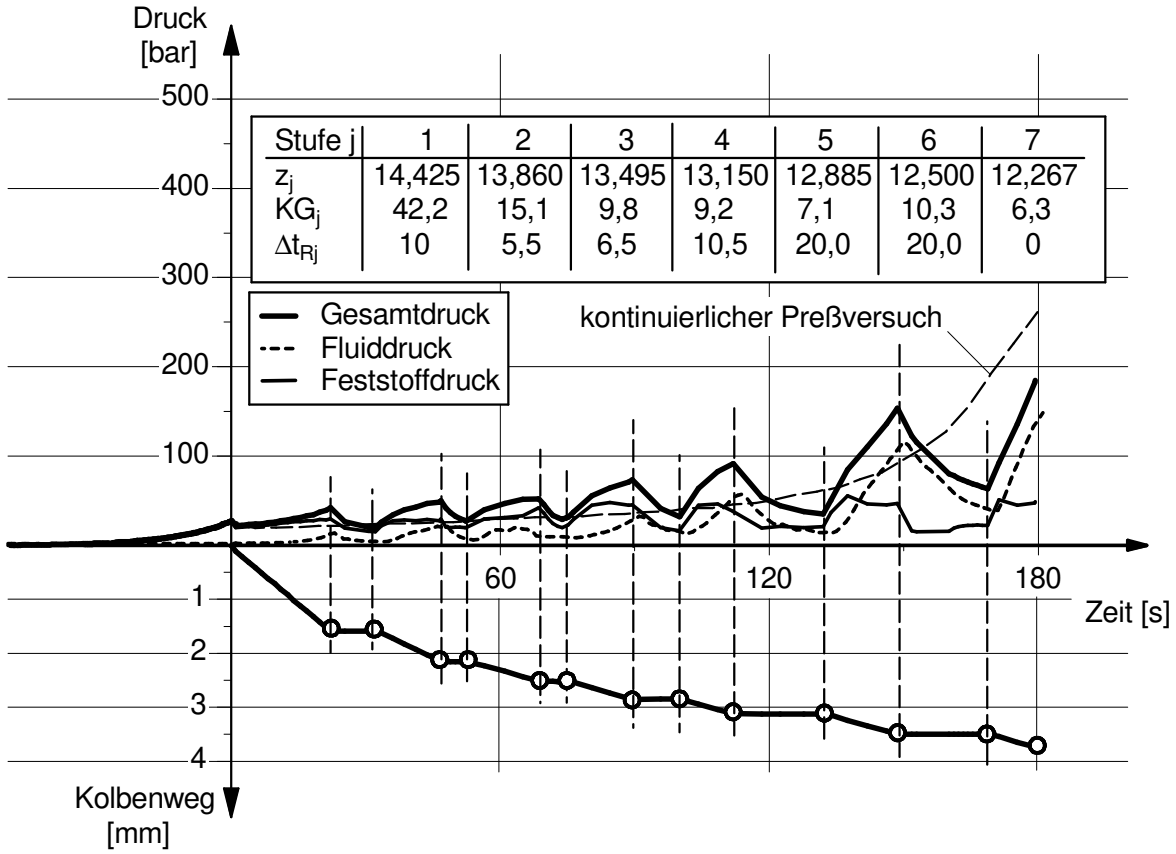


Abb. 5-4: Optimierter Stufenpreßversuch mit rein degressiven Druckanstiegen im Vergleich zum kontinuierlichen Preßversuch

Betrachtet man die einzelnen Komponenten des Komprimatdrucks, so ist zu erkennen, daß die Komprimatdrücke der ersten vier Stufen dominant durch den Feststoffdruck gebildet werden. Erst ab der fünften Stufe übersteigt der Fluiddruck den Feststoffdruck. Das Niveau des Feststoffdrucks sowohl in den Kompressions- als auch in den Relaxationsphasen steigt ab der vierten Stufe kaum noch an. Ein überproportionaler

Anstieg des Fluiddrucks durch die sich verengenden Komprimat-Kapillaren ist erst in der sechsten Kompressionsstufe festzustellen.

Die bei dieser Trennpreßoperation verrichtete Arbeit beträgt 126 Nm bei einer Expulsatmenge von 8,5 g. Nach Erreichen der mit dem vierstufigen Standardversuch übereinstimmenden Komprimatendhöhe von 12,5 mm beträgt die verrichtete Arbeit im optimierten Preßversuch 120 Nm und die Expulsatmenge 8,1 g. Die bei dem vierstufigen Standardversuch verrichtete Arbeit ist dagegen mit 148,6 Nm bei einer geringeren Expulsatmenge von 7,5 g deutlich höher. Es wird deutlich, daß eine mehrstufige Trennpreß-Operation im Linear-Experiment bezüglich der Gesamtkompression, der verrichteten Arbeit und des Expulsats durch Kompressions-Parameter, die eine vom Niveau niedrigere Gesamtdruckkinetik erzeugen, optimiert werden kann.

Zum Vergleich wird die im optimierten Versuch erreichte Komprimatendhöhe z_E in einem kontinuierlichen Preßversuch mit einer konstanten Geschwindigkeit von 1,256 mm/min angefahren. In Abb. 5-5 ist die resultierende Druckkinetik dargestellt.

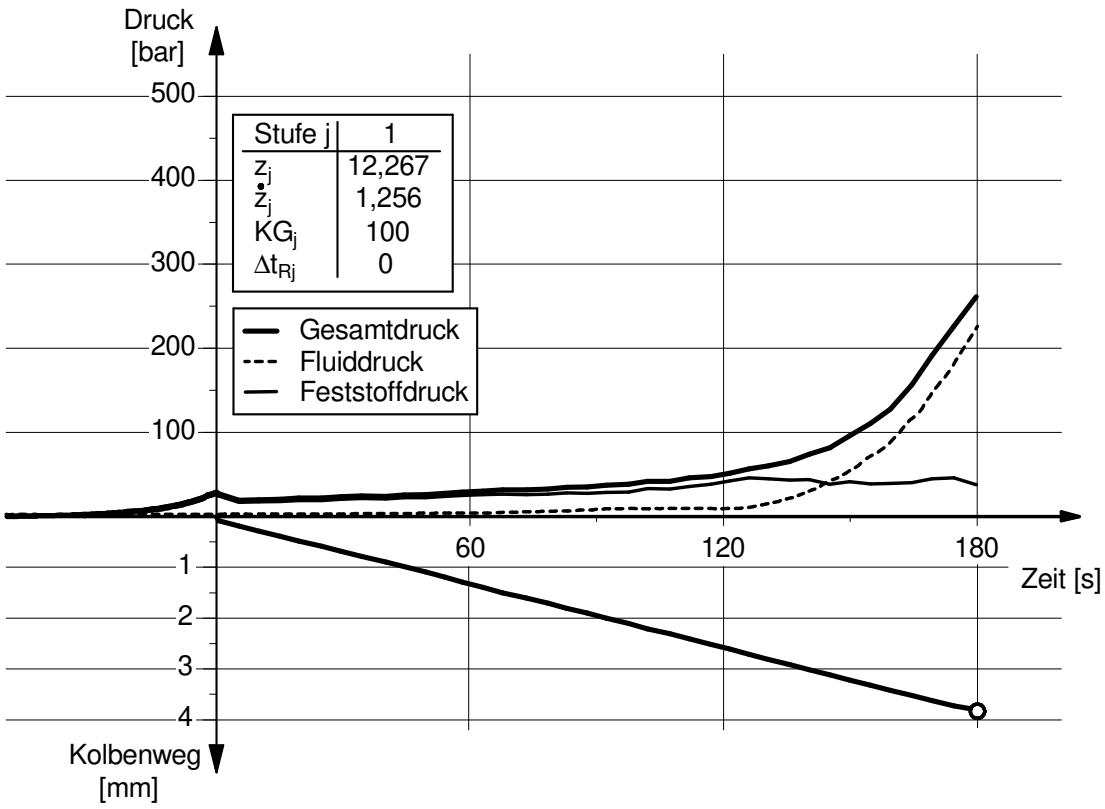


Abb. 5-5: Stufenpreßversuch mit kontinuierlicher Kompression auf z_E = 12,267 mm

Auffällig ist auch hier, daß der Feststoffdruck nach ca. 120 s einen nahezu konstanten Wert erreicht hat, während der Fluiddruck ab diesem Zeitpunkt überproportional ansteigt. Der vom Fluiddruck dominierte Gesamtdruck am Ende des Versuchs ist mit

ca. 260 bar deutlich größer als bei dem optimierten Stufenpreßversuch mit ca. 185 bar. Die Werte für die verrichtete Arbeit und die Expulsatmenge sind mit 129 Nm und 8,4 g mit den des optimierten mehrstufigen Preßversuch fast identisch.

Durch die Wahl geeigneter Kompressions-Parameter in mehrstufigen Kompressionsvorgängen biogener Feststoffe können hinsichtlich der Kompressionsarbeit und Fluidausbeute analoge Werte wie bei kontinuierlicher Kompression erreicht werden. Ein Vorteil der mehrstufigen Kompression im Hinblick auf die technische Schneckenpresse ist in der möglichen Umschichtung des Materials während der druckarmen Relaxationsphasen unter real zusätzlich gegebener Scherbeanspruchung zu sehen. Diese Umschichtungsprozesse ermöglichen es, daß ölreiche Komprimatschichten vom Schneckengrund in Seihernähe gelangen. Ein kontinuierlich steigender Komprimatdruck als Folge einer kontinuierlichen Kompression ohne Relaxationsphasen erschwert die Umschichtungsprozesse. Die Preßversuche mit kontinuierlicher Kompression erfordern zwar nur geringe Kompressionsarbeit, die über die Kompressionsdauer lange niedrigen elastischen Rückstellkräfte (Feststoffdrücke) sind für die Funktion der Schneckenpresse aber kritisch zu bewerten. Der axiale Transport des Komprimats ist nur bei ausreichend hohen elastischen Rückstellkräften und damit Reibung am Seiher gegeben. Wie die in Abb. 3-9 gezeigten Versuche mit kontinuierlicher Kompression unter Variation der Kompressions-Geschwindigkeit zeigen, reagiert das Komprimat sehr sensibel auf geringfügige Änderungen der Geschwindigkeit bei hoher Kompression. Eine kontinuierlich komprimierende Schneckengeometrie müßte also eine der Komprimat-Rheologie angepaßte Kompression ermöglichen. Die mehrstufige Kompression mit Relaxationsphasen gewährleistet dagegen eine deutlich höhere Betriebssicherheit und den Einsatz von Komprimaten mit größeren Varianzen.

5.1.5 Relaxations-Mechanismen

Alle ausgewerteten Relaxationsverläufe (Versuche mit einer Relaxationsdauer von 30 min) des Gesamtdrucks der mehrstufigen Kompressionsversuche konnten mit einem Multi-MAXWELL-Modell unter Verwendung von drei MAXWELL-Körpern und einer parallelen Feder mit einem Korrelations-Koeffizienten von 98,9 % - 99,9 % nach dem in Kap. 2.4.3 vorgestellten Verfahren modelliert werden (vgl. Kap. 4.1.3). Die Auswertungen einstufiger Kompressionsversuche mit Relaxationsphasen von 30 min (vgl. Abb. 5-2 u. Abb. 5-11) erforderten drei bis vier Exponentialgleichungen zur Beschreibung des Relaxationsverhaltens.

Damit läßt sich eine abschließende Betrachtung auf die im Kap. 2.4.3 beschriebenen und mit Abb. 2-22 erläuterten vier Mechanismen durchführen. Drei dieser Mechanis-

men finden sich zwar bereits in der dort zitierten Literatur, wurden aber in den verschiedenen Arbeiten jeweils isoliert im Sinne von allein wirksamen Mechanismen behandelt. Wenn aber eine mathematische Formulierung der Relaxationskurven aus experimentell ermittelten Daten drei bis vier MAXWELL-Körper erfordert, so wird zumindest als Arbeitshypothese nahegelegt, die Mechanismen in ihrem Zusammenhang als Gesamtheit aufzufassen. Das zeitliche Wirksamwerden der Relaxations-Mechanismen war in der Reihenfolge ihrer Numerierung 1 bis 4 postuliert worden. Die auf der Grundlage des Modells aus den experimentellen Verläufen bestimmten diskreten Relaxationszeiten τ_1 bis τ_4 der vier MAXWELL-Körper unterscheiden sich jeweils deutlich (vgl. Tabelle 4-4 u. Tabelle 4-5). Die Relaxationszeit des zweiten MAXWELL-Körpers ist im Vergleich zum ersten in der Größenordnung von einer Zehnerpotenz verlängert; die des dritten MAXWELL-Körpers ist wiederum ca. viermal länger als die des zweiten. Somit kann auch die angenommene Wirkungsfolge der drei ersten Relaxations-Mechanismen als durch experimentelle Ergebnisse begründet angesehen werden.

Das Auftreten der ersten zwei Relaxations-Mechanismen wird auch durch die in Kap. 5.1 bereits diskutierten unterschiedlichen Druckkinetiken von Feststoff und Fluid unter Variation der Kompressions-Parameter belegt. Die Relaxation des Fluiddrucks in den externen Komprimat-Kapillaren (1. Relaxations-Mechanismus) erfolgt deutlich schneller als die Relaxation des Feststoffdrucks (2. und 3. Relaxations-Mechanismus). Der Komprimatdruck nach einer Relaxationsdauer von 30 s in der ersten und zweiten Relaxationsphase und 180 s in der dritten Relaxationsphase wird durch vollständigen Abbau des Fluiddrucks nur noch von der Feststoffmatrix gebildet (vgl. Kap. 4.1.4). Die ermittelten Relaxationszeiten für den schnellsten Mechanismus stimmen mit der Abbauzeit des Fluiddrucks überein und bestätigen damit den Modellansatz. Erst nach einer Relaxationsdauer von 15 h konnte keine signifikante weitere Relaxation des Feststoffdrucks mehr festgestellt werden. Die Relaxationskinetik des Feststoffdrucks zeigt zwei signifikant unterschiedliche Abschnitte: der überwiegende Teil wird in einer kurzen ersten Phase abgebaut, die vollständige Relaxationsdauer bis auf den elastischen Gleichgewichtsdruck erfordert dagegen ein vielfaches des ersten Abschnittes. Der erste Teil der Feststoff-Relaxation wird als Folge des schnellen Ausgleichs und Abbaus (Abfluß über den Seiher) des Flüssigkeitsdrucks ermöglicht und korrespondiert daher mit dem 2. formulierten Relaxations-Mechanismus. Der langsamere zweite Teil der Feststoff-Relaxation könnte mit dem postulierten 3. und/oder 4. Mechanismus erklärt werden.

Nach dem sowohl von MREMA und MCNULTY [65] als auch von SCHWARTZBERG et al. [93] vorgestellten 4. Relaxations-Mechanismus kann eine Permeation der unter Druck stehenden Fluidphase über das Wand/Membran-System (Plasmodesmen, vgl. Kap. 2.2.1) erfolgen. Dieses Phänomen kann durch die Ergebnisse allerdings nicht ab-

schließend verifiziert werden. Nach MREMA und MCNULTY erfolgt das Abpressen von Öl aus einem Rapssaat-Komprimat in der Zylinder/Kolben-Geometrie ohne mechanischen Zellenaufschluß. Der Nachweis wurde anhand von Mikroskopaufnahmen des komprimierten Gewebes geführt, die keine mechanische Zerstörung der Zellen zeigen. Offen bleibt die Frage, inwieweit von der zweidimensionalen Betrachtung eines Gewebeschnittes auf eine vollständig intakte Zelle geschlossen werden kann. Im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Extraktionskinetiken an Komprimaten belegen den zunehmenden Aufschluß der Zellen unter Kompression (vgl. Abb. 5-12 in Kap. 5.2.5).

Der verzögerte Druckabbau durch Abfluß von Fluid über die Partikel-Kapillaren (Interzellularen) aus den durch Kompression geöffneten Speichervolumina wurde als neuer Relaxations-Mechanismus eingeführt. Sowohl die mathematische Formulierung als auch der zunehmende Aufschlußgrad unter Kompression deuten auf einen solchen Mechanismus hin.

5.2 Zusammenhang zwischen Komprimat-Rheologie, Material-Parametern und Saatstruktur

5.2.1 Einfluß des Hüllengehalts

Trotz eines nativen Hüllengehalts von nur ca. 17 % dominieren die Hüllen aufgrund ihrer stabilen Struktur und den elastischen Eigenschaften die Rheologie der nicht schalenreduzierten Komprimate. Die Feststoffdrücke fallen proportional mit der Abnahme des Hüllengehalts, wie die Versuche unter Variation des Hüllengehalts zeigen (vgl. Abb. 4-22, Abb. 4-25, Abb. 4-26 und Abb. 5-13).

Mit der Abb. 5-6 können die elastischen Eigenschaften der Rapshüllen verdeutlicht werden. Dargestellt ist im Vergleich die Druckkinetik von reinen Rapshüllen und Raps mit nativem Hüllengehalt für einen einstufigen Preßversuch. Material- und Kompressions-Parameter sind in Abb. 5-6 angegeben.

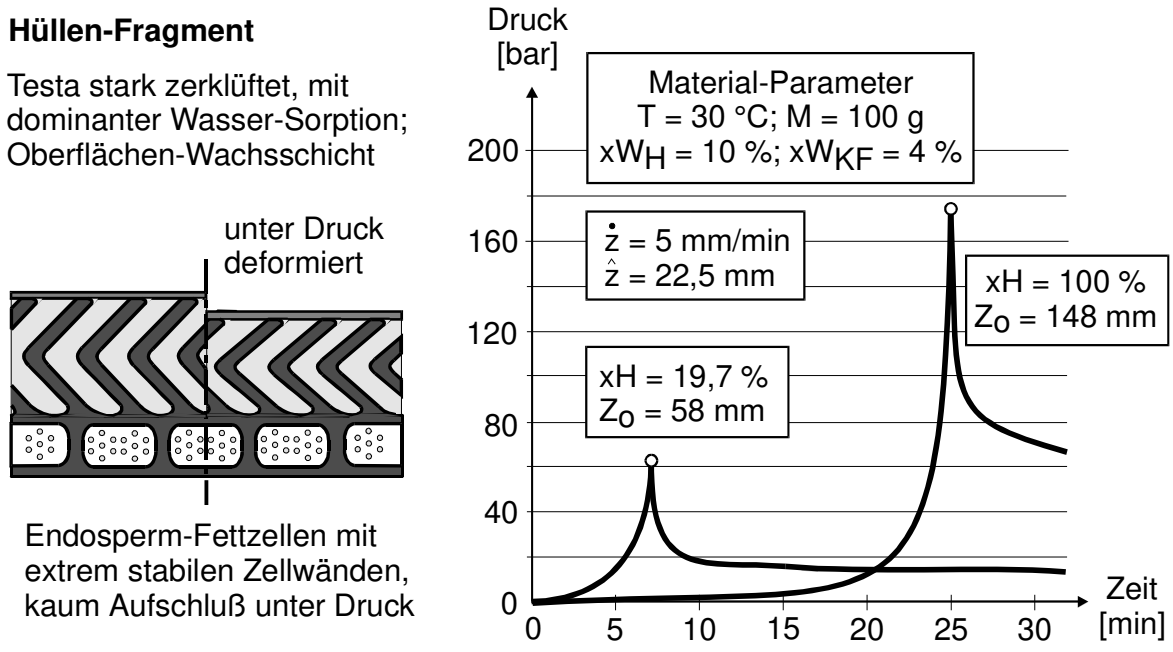


Abb. 5-6: Strukturmodell eines Hüllen-Fragments unter Kompression; Deformationsverhalten reiner Hüllen im Vergleich zu nativer Saat

Bei Kompression von der jeweiligen Schüttungshöhe auf die gleiche Komprimathöhe mit konstanter Kompressions-Geschwindigkeit erreicht das Hüllen-Komprimat nahezu den dreifach höheren Komprimatdruck als das Komprimat mit nativem Hüllengehalt. Die relaxierenden Komprimatdrücke sind für die Hüllen nach gleicher Relaxationsdauer ca. viermal so hoch. Die besondere Stabilität und Elastizität der Hüllen ist auf die Anatomie mit stabilen Palisadenzellen und auf den hohen Anteil des Polymerisat Lignin zurückzuführen (vgl. Kap. 2.2.1) [43]. Auffällig ist die deutlich höhere Schüt-

tungshöhe der reinen Hüllen. Aufgrund der Kugelschalenform der Hüllenfragmente haben die Hüllen trotz des spezifischen höheren Gewichts im Vergleich zu Kernfleisch eine sehr viel geringere Schüttungsdichte. Durch Schalenreduzierung wird die Schüttungsdichte erhöht, womit eine effektivere Füllung der Schneckenpresse und damit Durchsatzerhöhung theoretisch ermöglicht wird.

Unter den Kompressionsbedingungen in der Zylinder/Kolben-Geometrie ist den Hüllen im Komprimat eine permeabilitätsfördernde Wirkung unabhängig von den anderen Material-Parametern zuzuschreiben, wie die durchgehend niedrigen Fluiddrücke bei hohen Hüllengehalten zeigen (vgl. Abb. 4-22, Abb. 4-25, Abb. 4-26 und Abb. 5-13). In der Linearpresse erfolgt - im Gegensatz zur Schneckenpresse - aufgrund der fehlenden Scherbeanspruchung zwischen Seiher und Schnecke keine tangentiale Ausrichtung der Hüllen im Komprimat. Die Hüllen sind zwischen den Kernfleisch-Partikeln statistisch verteilt und stabilisieren die Komprimat-Kapillaren.

Hinreichend hohe elastische Rückstellkräfte und eine gute Komprimat-Drainage werden durch die Hüllen auch in Kombination mit den die Komprimat-Rheologie negativ beeinflussenden Material-Parametern gewährleistet. Erst eine deutliche Reduzierung des Hüllengehalts unter 3 %, bei einem Wassergehalt von 4 % (Material-Versuche) bzw. 3% (Drainage-Versuche), führt einerseits zu deutlich höheren Komprimat-Fluiddrücken in den Versuchen zur Material-Rheologie (vgl. Abb. 4-22) und andererseits zu einer deutlich geringeren Drainage des Komprimats nach der Vorverdichtung (vgl. Tabelle 4-7). Bei Hüllengehalten > 3 % und niedrigen Wassergehalten verändern sich die jeweiligen Kenngrößen Fluiddruck und Drainage nur noch geringfügig. Das trockene nur wenig plastische Kernfleisch hat auch unter Kompression eine hohe Komprimat-Drainage, die durch einen steigenden Hüllengehalt nur noch in geringem Maße verbessert wird. Bei einem höheren Wassergehalt des Kernfleisches von 5 % und damit einem plastischeren Materialverhalten erhöht sich die permeabilitätsfördernde Wirkung eines steigenden Hüllengehalts, wie die Ergebnisse der Versuche zur Komprimat-Drainage (vgl. Tabelle 4-7) und auch zur Material-Rheologie (vgl. Abb. 4-25) belegen.

5.2.2 Einfluß des Wassergehalts

Im Gegensatz zu den Komprimaten mit nativem Hüllengehalt führen geringfügig unterschiedliche Wassergehalte bei den schalenreduzierten zu deutlichen Veränderungen der Feststoff- und Flüssigkeitsdrücke. Eine Verschlechterung der Drainage bei zuvor mechanisch nicht aufgeschlossenem Schälraps, gekennzeichnet durch einen Anstieg des Fluiddrucks, ist schon bei der Erhöhung des Wassergehalts von 4 auf 5 % festzustellen (vgl. Abb. 4-23). Zurückzuführen ist dies auf eine mit steigendem Wassergehalt zunehmende Plastifizierung der Feststoffmatrix der Kernfleisch-Partikel. Anhand dem in Abb. 5-7 dargestellten Modell-Partikel (vgl. Abb. 2-17) soll der Einfluß des gebundenen Wassers auf die Struktur des Speichergewebes erläutert werden.

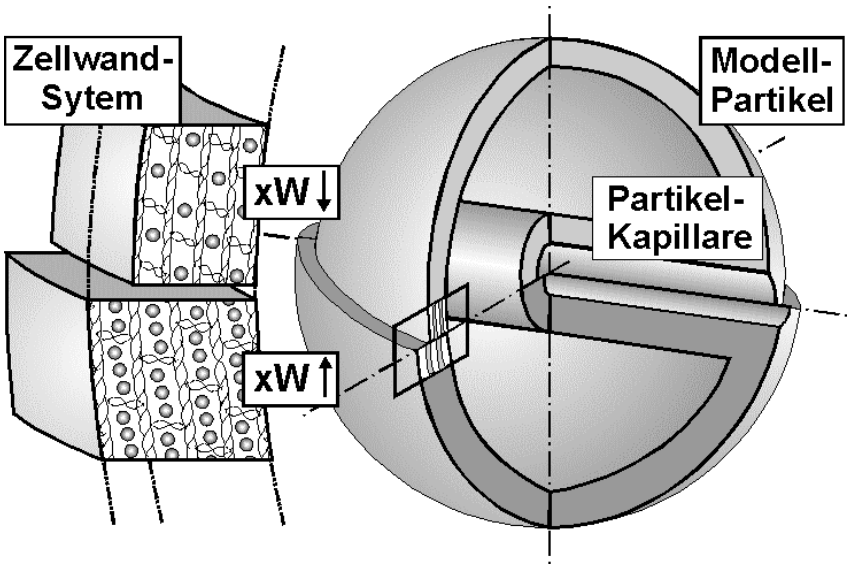


Abb. 5-7: Einfluß des Wassergehalts auf die Struktur der Feststoffmatrix

Ist die trockene Saat in der Lage, zusätzliches Wasser aus der Umgebung aufzunehmen, wird dieses in die hydrokolloidale Pektinmatrix des Zellwandsystems als gebundenes Wasser eingelagert (vgl. Kap. 2.2.1). Die Zellwand quillt und die, insbesondere in der Mittellamelle konzentrierten, hydrophilen gelartigen Pektine werden plastifiziert. Die Mittellamelle als Verbindungselement zweier benachbarter Zellen verliert dadurch ihre Festigkeit und die von PITT [72, 73] (vgl. Kap. 2.3) beschriebene Strukturzerstörung durch plastische Deformation der Mittellamelle wird erleichtert. Dadurch verliert in der Summe das ganze Kernfleisch-Partikel seine Formstabilität, gekennzeichnet durch die experimentell nachgewiesenen niedrigen Feststoffdrücke. Die Komprimat-Kapillaren werden unter Kompression in ihren Abmessungen schneller reduziert; eine niedrige Komprimat-Drainage mit hohen Fluiddrücken ist die Folge. Der erforderliche Ölabfluß zur Volumenreduzierung in der Presse ist behindert. Durch

die gequollene Feststoffmatrix ist auch der Fluid-Transport aus dem Speichergewebe in die Komprimat-Kapillaren behindert, wie Abb. 5-6 veranschaulicht. Die in der Partikel-Kapillare K_P zusammengefaßten Partikelhohlräume - Leitgewebe und Interzellularen - werden im freien Durchmesser reduziert.

Die festgestellte Verbesserung der Komprimat-Drainage mit höherem Wassergehalt bei zuvor flockiertem Material ist ein besonderes Phänomen, das in Kap. 5.2.5 diskutiert wird.

5.2.3 Einfluß der Preßtemperatur

Dem Parameter Preßtemperatur ist aufgrund der experimentellen Ergebnisse keine eindeutige Wirkung auf die Komprimat-Rheologie zuzuschreiben. Eine steigende Preßtemperatur führt nicht zwingend für alle Parameter-Kombination zu niedrigeren Flüssigkeitsdrücken (vgl. Abb. 4-24). Die Ursache liegt in den konkurrierenden temperaturabhängigen Effekten, die in Abb. 5-8 dargestellt sind.

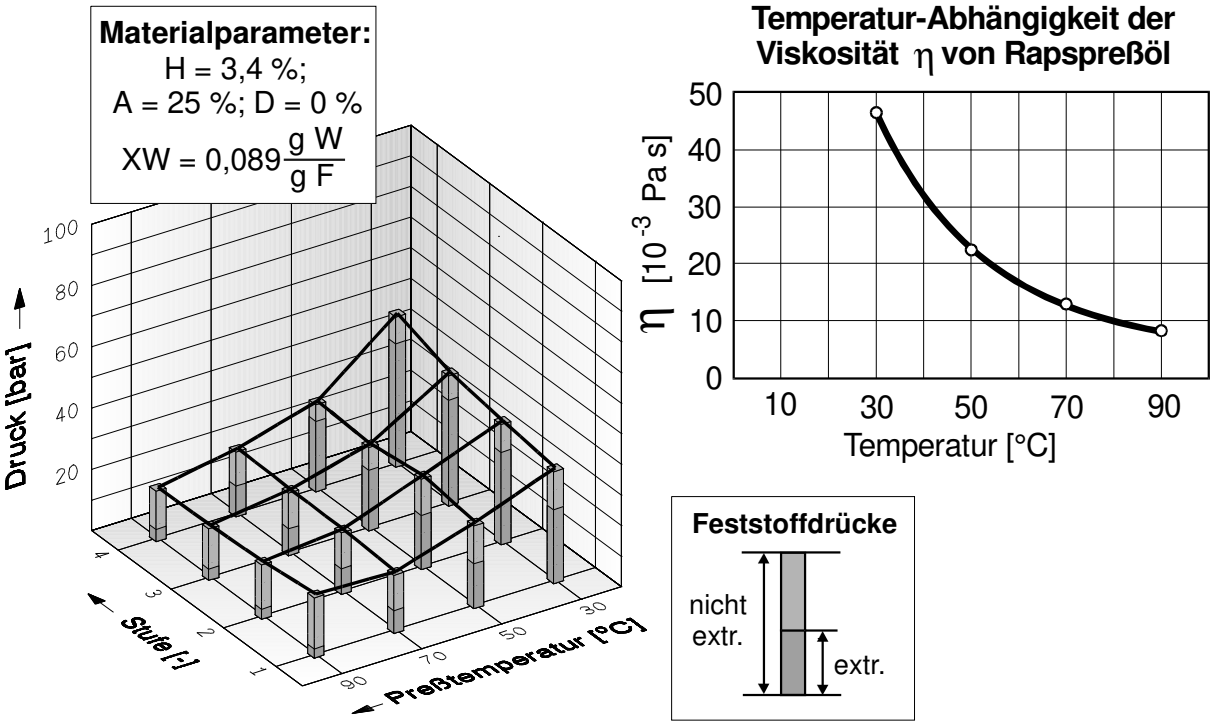


Abb. 5-8: Gegenüberstellung der temperaturabhängigen Einflußgrößen Feststoffdruck und Ölviskosität (vgl. Abb. 4-34 und Abb. 3-1)

Die mit steigender Temperatur sinkende Ölviskosität vermindert den Druckverlust des durch das Komprimat fließenden Fluids. Die Feststoffmatrix zeigt ein thermo-

rheologisches Verhalten. Mit steigender Temperatur nehmen die elastischen Eigenschaften zugunsten der plastischen ab. Die Deformation der Feststoffmatrix wird erleichtert; eine sinkende Komprimat-Drainage ist die Folge. In Kombination mit einem ebenfalls plastifizierend wirkenden erhöhten Wassergehalt wird die Drainage in einem Maße beeinträchtigt, die durch die niedrigere Viskosität des Öls nicht kompensiert werden kann. Wird durch Denaturierung und/oder Flockierung eine gute Komprimat-Drainage gewährleistet, überwiegt der positive Effekt der Viskositätsabnahme trotz reduzierter Feststoffdrücke.

Wie mit Abb. 4-34 bereits gezeigt wurde, fallen die Drücke der extrahierten Feststoffmatrix deutlicher als die der Fluid führenden. Anhand der extrahierten Feststoffmatrix kann das temperaturabhängige Verhalten des reinen Zellwandsystems studiert werden. Die Druckdifferenz zwischen extrahierter und nicht extrahierter Feststoffmatrix kann mit dem stützenden Binnendruck erklärt werden. Unter Kompression stabilisiert die inkompressible, eingeschlossene Flüssigkeit das umschließende Containment. Der zunehmende Aufschluß der Zellen bei fortgeführter Kompression reduziert die stabilisierende Wirkung der intrazellularen Flüssigkeit, so daß der Feststoffdruck nicht proportional zur Kompression ansteigt, sondern auf einem Niveau verbleibt. Die Ausdehnung des Öls mit steigender Temperatur bewirkt in den intakten Zellen einen erhöhten Turgor, der die Feststoffmatrix stützt und dadurch die Erweichung der Feststoffmatrix zum Teil kompensieren kann. Bei der extrahierten Saat fehlt diese Unterstützung; die Abnahme des Feststoffdrucks ist deutlicher ausgeprägt.

5.2.4 Einfluß der hydro-thermischen Denaturierung

Die Veränderungen der Saatstruktur infolge hydrothermischer Konditionierung können aus der Literatur als belegt angesehen werden und wurden in Kap. 2.2.4 bereits dargelegt. Mit dem in Kap. 2.4.2 entwickelten Modell für ein Kernfleisch-Partikel sollen diese Strukturveränderungen dargestellt werden um die veränderten Komprimat-Eigenschaften der denaturierten Saat plausibel zu erklären.

Die Abb. 5-9 zeigt die modellierten Veränderungen der Saatstruktur durch hydrothermische Konditionierung.

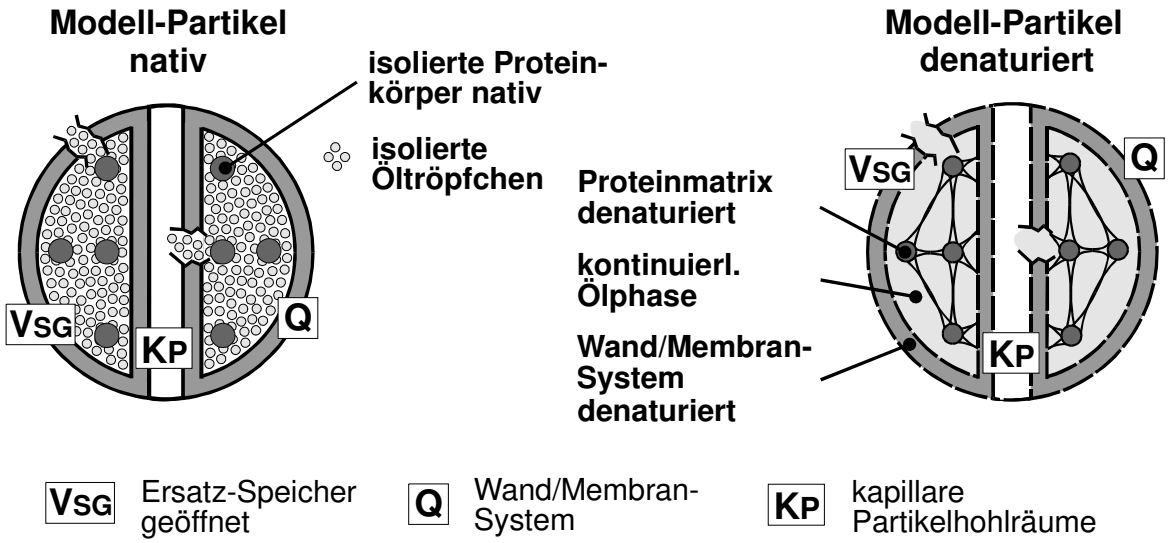


Abb. 5-9: Veränderung der Rapssaatstrukturen durch hydrothermische Konditionierung: Visualisierung am Modellpartikel

Die zwischen den Öltröpfchen eingebetteten nativen globulären Proteinkörper werden durch eine Wärmebehandlung bei ausreichendem Wassergehalt und Behandlungsdauer denaturiert (vgl. Kap. 2.2.4). Die denaturierten Proteinkörper bilden durch Agglomeration eine vernetzte Proteinmatrix, die sich in der Mitte der Zelle anordnet. Die in der Proteinmatrix fixierten Proteinkörper können nicht mehr die nativ vorhandenen Interzellularen und die durch Aufschluß unter Kompression oder Flockierung gebildeten Abflußwege aus dem Zellgewebe verstopfen. Die Partikel-Permeabilität wird dadurch verbessert. Die gebildete Proteinmatrix stabilisiert unter Kompression die Geometrie der Speichervolumina und in der Summe damit die Kernfleisch-Partikel. Die experimentell ermittelten Feststoffdrücke der denaturierten Komprimate liegen im Vergleich zu den nicht denaturierten auf einem etwas höheren Niveau. Die stabilisierte Feststoffmatrix ermöglicht unter Kompression eine größere Porosität, aus der eine verbesserte Komprimat-Drainage resultiert, die durch die niedrigeren Flüssigkeitsdrücke experimentell belegt wurde (vgl. Abb. 4-31-Abb. 5-15).

Die hydrothermische Konditionierung bewirkt auch eine Denaturierung des Wand/Membran-Systems. Die denaturierte Cytoplasma-Membran verliert ihren semipermeablen Charakter und wird auch für die Triglyceridmoleküle durchlässig. Die Permeabilität der Partikel für die innere Phase Öl wird verbessert. Der Turgor kann abgebaut werden; der Widerstand gegen Deformation der Zellen ohne stützenden Binnendruck ist verringert. Aus dem etwas höheren Druckniveau der denaturierten Feststoffmatrix ist jedoch zu schließen, daß der stabilisierende Effekt der denaturierten Proteinmatrix überwiegt. Nachteilig wirkt sich die Denaturierung auf den Phosphorgehalt der abgepreßten Öle aus. Träger des Phosphors sind die Phospholipoide, die als

Bausteine der Zellmembranen fungieren und durch die Denaturierung in das Öl gelangen [129].

Die kleinen Öltröpfchen (Oleosomen) sind von einer dünnen Membran umgeben, die durch die hydrothermische Konditionierung ebenfalls denaturiert wird. Die kleinen Öltröpfchen fließen zu einer quasi-kontinuierlichen Ölphase zusammen [74]. Ob diese kontinuierliche Ölphase einen erleichterten Abfluß ermöglicht, wie in der Literatur beschrieben [122], ist nicht eindeutig zu ermitteln. Die Zerstörung der Membranen ermöglicht den Zugriff der saateigenen noch nicht inaktivierten und zum Teil hitzetoleranten Lipasen auf die nicht mehr geschützten Triglyceride, wodurch der Gehalt an freien Fettsäuren steigt [74]. Die größte Lipasen-Aktivität wird bei einer Temperatur von 37 °C bis 40 °C festgestellt. Die Inaktivierung bei ausreichendem Wassergehalt beginnt ab einem Temperaturbereich von 60 °C bis 70 °C. Bei trockener Saat sind Temperaturen von 140 °C bis 160 °C zur Inaktivierung erforderlich [81].

Die Denaturierung der nativen globulären Proteinkörper erfordert Temperaturen > 80 °C und Wassergehalte > 8 %. Über die Dauer der hydro-thermischen Behandlung kann man den Denaturierungsgrad beeinflussen (vgl. Kap. 3.1.3). Die hydrothermische Konditionierung des Versuchsmaterials dieser Arbeit erfolgte, wie in Kap. 3.1 beschrieben, in verschlossenen Gefäßen nach sorptiver Einstellung des Wassergehalts im Trockenschrank bei konstanter Temperatur. Durch den langsamen Wärmeeintrag durch Konvektion und Strahlung ist die erforderliche Behandlungsdauer zur Einstellung des gewünschten Denaturierungsgrades sehr lang. Diese Methode erlaubt jedoch die exakte Einstellung der geforderten Denaturierungsgrade. Neben der Dauer ist auch die Art des Wassereintrags in die Saat und der Wärmeübergang entscheidend. Die erforderliche Konditionierungsdauer kann durch die direkte Behandlung der Saat mit Dampf, wie sie in der Ölmühlenindustrie Stand der Technik ist, deutlich verkürzt werden (vgl. Kap. 2.2.4) [24, 50]. Der an der Saatoberfläche kondensierende Dampf gibt spontan seine Verdampfungsenthalpie an die Saat ab und sorgt für einen idealen Wärmeübergang. Ob sich die mechanischen Eigenschaften der durch kurze Dampfbehandlung denaturierten Saat von der statisch denaturierten Saat unterscheidet, wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht. Diese Fragestellung sollte aber bei weiteren Untersuchungen aufgegriffen werden.

5.2.5 Einfluß des Aufschlußgrads

Der Aufschlußgrad wird aus dem extrapolierten Diffusionsplot der Extraktionskinetik bestimmt (vgl. Kap. 3.1.3). Er bezeichnet den Anteil an mechanisch geöffneten Zellen. Es muß unterschieden werden zwischen dem zielgerichteten Aufschluß von konditioniertem Material unter definierter Flockenbildung im Walzwerk und dem Aufschluß der Partikel durch Kompression im Komprimat ohne Flockenbildung.

Abb. 5-10 zeigt die modellierten Strukturveränderungen des Modell-Partikels durch Flockieren und im Vergleich die unterschiedliche Komprimat-Struktur von flockiertem und nicht flockiertem Material. Durch die gezielte Einstellung eines Wassergehalts von 7 % und einer Temperatur von 30 °C wird ein Kompromiß zwischen den für den Aufschluß im Walzenspalt erforderlichen elastischen und plastischen Eigenschaften des Schälrapses gefunden. Die elastischen Eigenschaften sind ausreichend, um den Schlupf der Walzenpaare in ein Schergefälle umzuwandeln und die plastischen ermöglichen die Bildung von stabilen Flocken ohne Feinbruch. Das Speichergewebe wird durch die Deformation äußerlich und durch die Scherung innerlich aufgeschlossen. Der Ölabfluß wird unter Kompression erleichtert und durch die Flocken-Geometrie sind die Abflußwege verkürzt. Die mit der Flockierung verbundene Gestaltsänderung führt zu einer Strukturierung und Verdichtung der Feststoffmatrix insbesondere im Randbereich. Im Vergleich zu den leicht verformbaren nativen Kernfleisch-Partikeln mit globulärer Geometrie resultiert aus der anisotropen Textur der vorkomprimierten Feststoffmatrix ein größerer Widerstand gegen eine Geometrieänderung im Komprimat. Die Abflußwege unter Kompression werden länger offen gehalten, wie die sehr gute Drainage der Komprimate aus flockiertem Material zeigt (vgl. Ergebnisse Kap. 4.2.2). Die im Vergleich zu den Flocken gleichmäßig verformbaren (isotropen) nativen Partikel bilden unter Kompression eine dichte Packung mit entsprechend niedriger Drainage aus.

Die Rückstellkräfte der Komprimate aus flockiertem Material sind im Vergleich zum nicht flockierten Material deutlich reduziert. Zum einen sind die Kompressionskräfte durch die Vorkompression im Walzwerk herabgesetzt. Die im Walzwerk geleistete Arbeit zum Aufschluß des zellularen Gewebes muß nicht mehr in der Presse erfolgen. Zum anderen fehlt der Feststoffmatrix durch den sehr hohen Aufschlußgrad von ca. 85 % (vgl. Tabelle 3-4) der stützende Binnendruck.

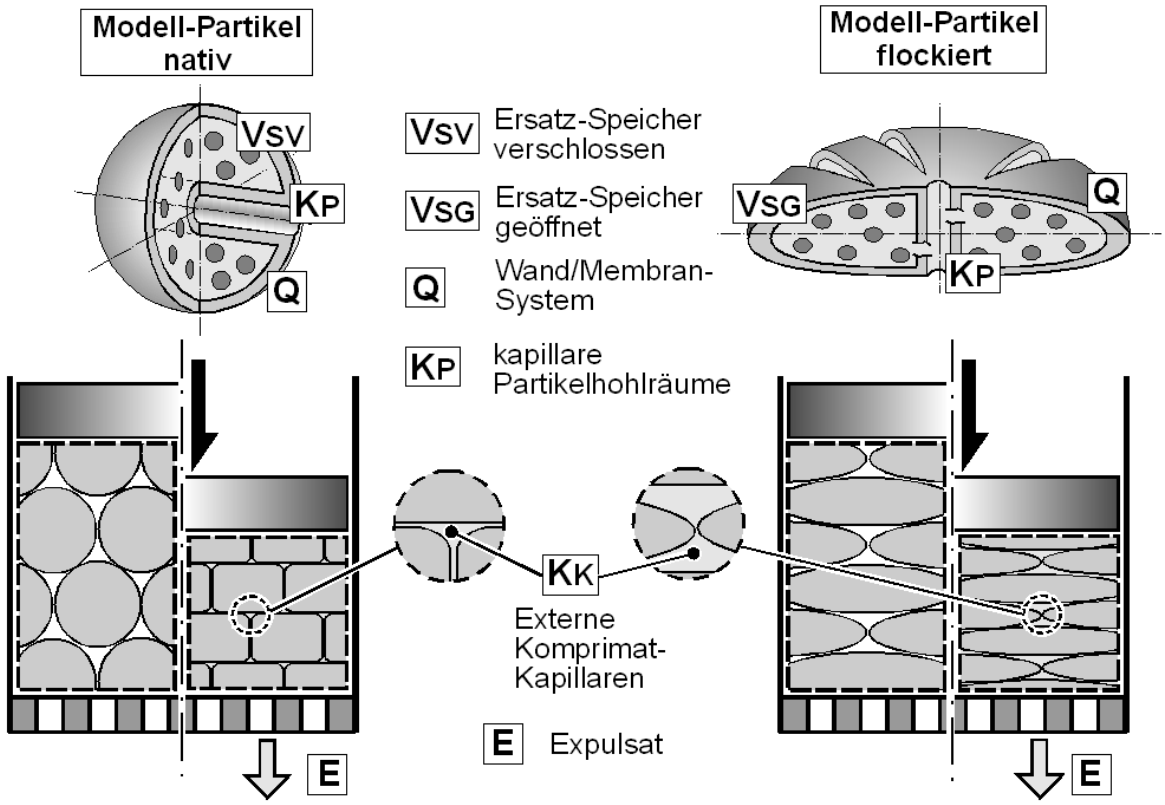


Abb. 5-10: Struktur des Modell-Partikels und des Modell-Komprimats vor und nach Aufschluß durch Flockierung

Die Komprimate aus flockiertem Material zeigen genau die gegensätzliche Wechselwirkung zwischen Wassergehalt und Fluiddruck wie die Komprimate aus nicht flockiertem Material. Ein sinkender Wassergehalt verschlechtert die Komprimat-Drainage bei flockiertem Material trotz höherer Feststoffdrücke (vgl. Abb. 4-29). Durch die abnehmende Plastizität werden die dünnen Flocken spröde und es entsteht unter Kompression Feinbruch analog zur Flockierung mit niedrigem Wassergehalt. Der Feinbruch kann die externen Komprimat-Kapillaren verstopfen.

Zwischen den Komprimatdrücken und dem Aufschlußgrad besteht eine enge Proportionalität, die mit Abb. 5-11 verdeutlicht wird. Abb. 5-11 zeigt die Druckverläufe einstufiger Preßversuche unter Variation des Aufschlußgrads durch Flockierung bei unterschiedlichem Walzenspalt (vgl. Kap. 3.1.3, Tabelle 3-4) mit folgenden Material-Parametern: Hüllengehalt 7,5 %, Wassergehalt 4,8 %, Denaturierungsgrad 0 % und Preßtemperatur 30 °C.

Die maximalen Komprimatdrücke fallen nahezu proportional mit steigendem Aufschlußgrad ab. Die Relaxation wird ebenfalls durch einen höheren Aufschlußgrad zu niedrigeren Gleichgewichtsdrücken hin beeinflußt.

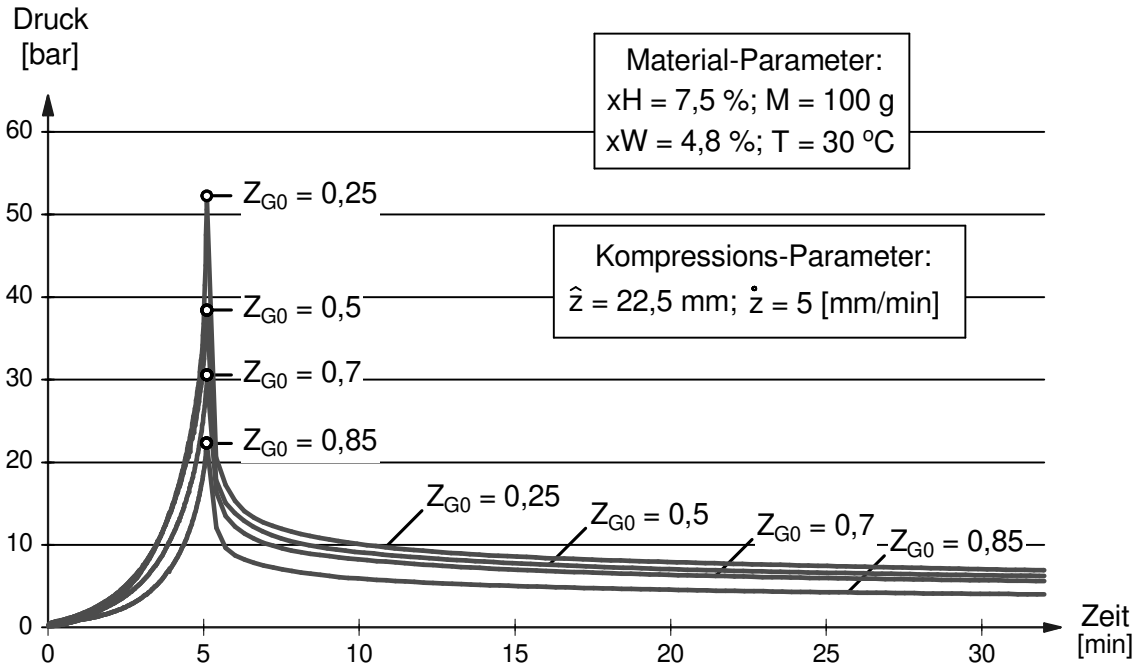


Abb. 5-11: Einstufiger Preßversuch: Druckverläufe in Abhängigkeit vom Aufschlußgrad Z_{G0} [132]

Auch bei der eindimensionalen Kompression in der Linearpresse, ohne die zusätzliche Scherbeanspruchung der Schneckenpresse, wird das Gewebe aufgeschlossen. Abb. 5-12 zeigt die Extraktionskinetiken unterschiedlich stark komprimierter Preßkuchen im Vergleich zu nicht gepreßter Saat. Die Versuche wurden mit schalenreduzierter Rapssaat und folgenden Material-Parametern durchgeführt: Wassergehalt 4,6 %, Hüllengehalt 6,1 %, Denaturierungsgrad 0 % und Preßtemperatur 22 °C. In einstufigen Preßversuchen wurden jeweils 100 g des Materials mit sehr langsamer konstanter Kompressions-Geschwindigkeit (0,5 mm/min) unterschiedlich stark komprimiert. Die Kompressions-Parameter sind in Tabelle 5-1 aufgeführt.

Tabelle 5-1: Kompressionsparameter für einstufige Preßversuche zur Bestimmung des kompressionsabhängigen Aufschlußgrads

Versuch	Proben-masse [g]	Kompressions-Geschwindigkeit [mm/min]	Anfangs-höhe [mm]	End-höhe [mm]	Maximal-druck [bar]	Expulsat [g]
V1	100	0,5	45,0	20,79	506	23,0
V2	100	0,5	45,0	17,68	44	12,7

Die in Abb. 5-12 dargestellten Kinetiken der Komprimate beziehen sich auf das Startlipid mC_A der ungepreßten Saat. Der Sprung auf der Ordinate entspricht der abgepreßten Ölmenge. Bereits durch die Kompression um 24,2 mm auf den geringen Gesamtdruck von 44 bar wird der Aufschlußgrad des Schälrapses von 33 % auf 61 % fast verdoppelt. Die weitere Kompression um 3 mm bis auf den Gesamtdruck von 500 bar erhöht den Aufschlußgrad nur noch auf 74 %. Diese Ergebnisse bestätigen das Arbeitsmodell für die Komprimatzustände (vgl. Kap. 2.4.2: Abb. 2-20). Entscheidend für den Zellenaufschluß ist die anisotrope Deformation bei noch geringem Gesamt- und damit auch Fluiddruck. Der bei fortgeführter Kompression hohe isotrope Fluiddruck in den Komprimat-Kapillaren stabilisiert die Partikel-Geometrie und erschwert den weiteren Aufschluß. Die Ergebnisse von MREMA und MCNULTY [64, 65] wonach in der Zylinder/Kolben-Geometrie die Zellen des Parenchymgewebes unter Kompression nicht aufgeschlossen werden und Öl lediglich durch Permeation über die Plasmodesmen des Wand/Membran-Systems austritt, können nicht bestätigt werden.

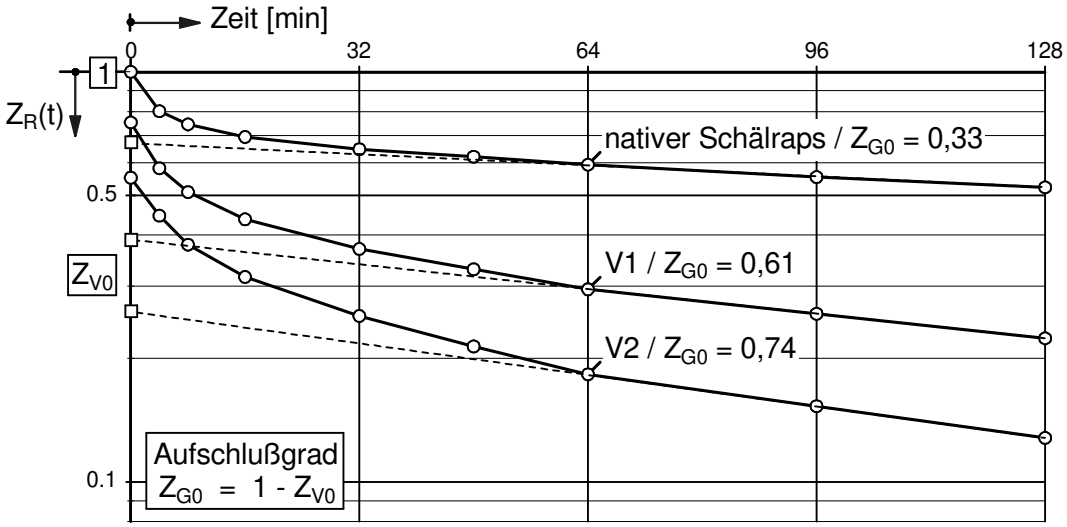


Abb. 5-12: Extraktionskinetik und Aufschlußgrad unterschiedlich stark komprimierter Preßkuchen; Material-Parameter im Text; Kompressions-Parameter in Tabelle 5-1

Die in der Literatur beschriebenen positiven Effekte des Gewebeaufschlusses durch Flockieren können durch die Ergebnisse dieser Arbeit bestätigt werden. Die detaillierten Untersuchungen dieser Arbeit zeigen aber auch, daß der Aufschlußgrad als alleiniges Kriterium für eine hohe Komprimat-Drainage nicht herangezogen werden kann. Nur bei stabilen und optimal aufgeschlossenen Flocken kommt der positive Effekt des erhöhten Aufschlußgrads für die Komprimat-Drainage voll zur Geltung. Es ist daher auf eine entsprechende Konditionierung vor dem Flockieren und dem Pressen zu achten. Die genau im Gegensatz zu den Komprimaten aus nicht flockiertem Material festgestellte Kombination von sehr niedrigen Feststoff- und Fluiddrücken kann nur mit

den ausgeprägt anisotropen permeabilitätsfördernden Eigenschaften der stabilen Flocken erklärt werden.

5.2.6 Wechselwirkungen der Material-Parameter

Im Kap. 4.2 wurde sowohl der Einfluß einzelner als auch die Wechselwirkung zweier variierter Material-Parameter auf die Komprimat-Rheologie dargestellt. Der ursächliche Zusammenhang zwischen den durch Konditionierung einstellbaren Material-Parametern und der Komprimat-Rheologie konnte durch die strukturellen Veränderungen des zellularen Feststoffs plausibel erklärt werden. Abschließend sollen die Wechselwirkungen aller untersuchten Material-Parameter auf die Komprimat-Rheologie dargestellt und im Hinblick auf die Preßeigenschaften schalenreduzierter Rapssaat diskutiert werden.

Die gleichzeitige Betrachtung von drei Einflußgrößen auf die Komprimat-Rheologie ermöglicht nur die Darstellung der Komprimatdrücke einer Kompressionsstufe; dargestellt werden jeweils die Spitzendrücke der vierten Kompressionsstufe. Werden die Anforderungen an das Komprimat bei maximalen Kompression erfüllt, so sind sie auch für geringere Kompressionen gewährleistet. Die konstanten und variierten Material-Parameter sind in den jeweiligen Abbildungen angegeben.

Wechselwirkungen der Parameter Hüllengehalt, Wassergehalt und Preßtemperatur *(Abb. 5-13)*

Die Ergebnisse belegen das weite Spektrum der Komprimat-Eigenschaften, die sich durch Variation der gezeigten Einflußgrößen ergeben. Komprimate mit nativem Hüllengehalt zeigen für alle Kombinationen der Wassergehalte und Preßtemperaturen sehr hohe Feststoffdrücke mit entsprechend guter Komprimat-Drainage. Die Komprimat-Eigenschaften werden durch die Rheologie der Hüllen bestimmt. Die Sensibilität der Komprimate für variierte Preßtemperaturen und Wassergehalte steigt mit abnehmendem Hüllengehalt. Hinreichend hohe Feststoff- und niedrige Flüssigkeitsdrücke sind bei geringen Hüllengehalten nur durch Reduzierung des Wassergehalts erzielbar.

Hinsichtlich ihres Einflusses auf die Komprimat-Eigenschaften sind der Wassergehalt und der Hüllengehalt gegenüber der Preßtemperatur dominant. Die Reduzierung des Hüllengehalts kann durch geringe Wassergehalte insbesondere bei niedrigen Preßtemperaturen teilweise kompensiert werden. Untersuchte Komprimate mit einem Hüllengehalt von 2 % weisen nur noch bei einem Wassergehalt von 3 % ausreichende Verarbeitungseigenschaften auf. Die Kombination von hohen Wassergehalten (5 und 6 %)

und niedrigen Hüllengehalten (3,4 und 2 %) führt in der Linearpresse zu nicht mehr preßbaren Komprimaten. Ein ähnliches Verhalten ist auch für die Schneckenpresse zu prognostizieren. Ohne eine weitere mechanische und/oder hydrothermische Vorbehandlung der schalenreduzierten Saat sind im Vergleich zu nativer Saat deutlich schlechtere Komprimat-Eigenschaften festzustellen.

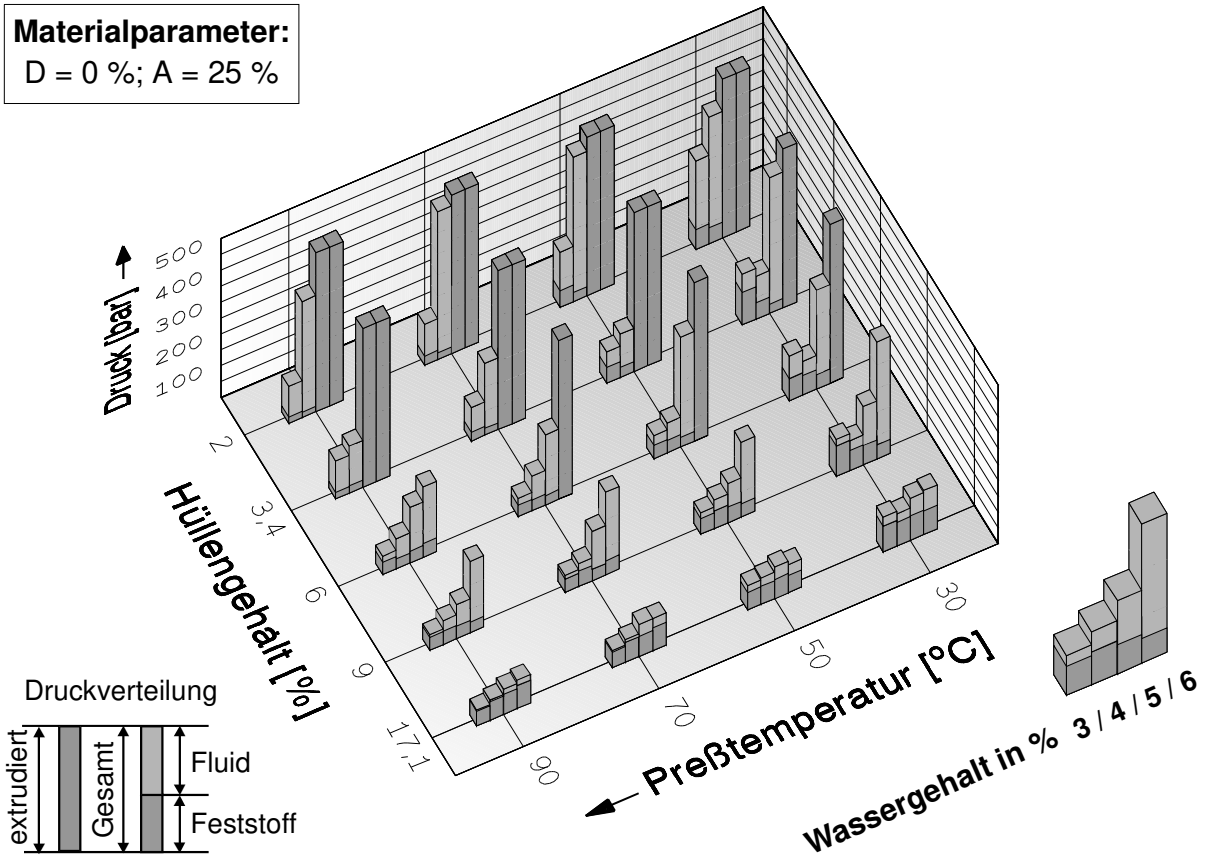


Abb. 5-13: Spitzendrücke der vierten Kompressionsstufe: Wechselwirkungen von Hüllengehalt, Wassergehalt und Preßtemperatur

Wechselwirkung von Denaturierung, Aufschlußgrad und Wassergehalt
(Abb. 5-14)

Die noch ausreichenden Preßeigenschaften der schalenreduzierten Komprimate mit Wassergehalten von 3 und 4 % werden durch eine zusätzliche Flockierung und/oder Denaturierung hinsichtlich der Komprimat-Drainage weiter verbessert, wie die niedrigen Flüssigkeitsdrücke zeigen. Die Feststoffdrücke werden durch die Flockierung bei diesen niedrigen Wassergehalten noch nicht deutlich reduziert. Die Denaturierung stabilisiert die Feststoffmatrix für das flockierte und nicht flockierte Material für alle

Wassergehalte, wie die etwas erhöhten Feststoffdrücke belegen.

Die schlechte Komprimat-Drainage des schalenreduzierten Rapskomprimats bei den Wassergehalten von 5 und 6 % wird durch die Flockierung entscheidend verbessert. Die Verhältnisse werden sogar umgekehrt: die Komprimate aus flockierter schalenreduzierter Saat weisen mit steigendem Wassergehalt die niedrigsten Flüssigkeitsdrücke in Kombination mit den niedrigsten Feststoffdrücken auf.

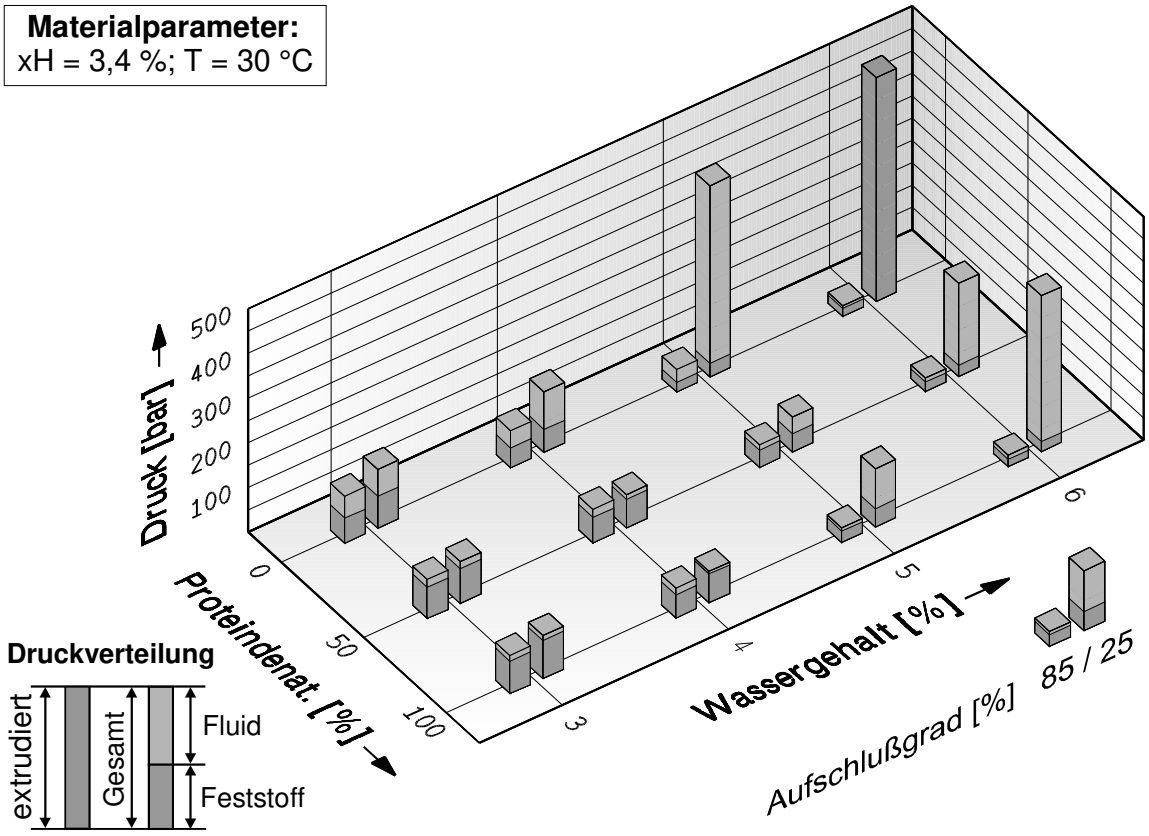


Abb. 5-14: Spitzendrücke der vierten Kompressionsstufe: Wechselwirkung von Denaturierung, Aufschlußgrad und Wassergehalt

Die Denaturierung verbessert ebenfalls die Komprimat-Drainage für alle Wassergehalte. Die Reduzierung der Fluiddrücke durch Denaturierung ist bei weitem nicht so ausgeprägt wie durch die Flockierung der Saat. Die denaturierten Komprimate bei einem Wassergehalt von 5 % und die halb und vollständig denaturierten bei 6 % weisen noch deutlich höhere Flüssigkeits- als Feststoffdrücke auf. Bei diesen Komprimaten kann der positive Effekt der Denaturierung den negativen des hohen Wassergehalts nicht vollständig kompensieren. Die zusätzliche Denaturierung der flockierten Saat bewirkt nur noch geringe Verbesserungen der Komprimat-Eigenschaften: die Flüssigkeits- und Feststoffdrücke bleiben auf dem gleichen Niveau bei der Preßtemperatur von 30 °C.

Wechselwirkung von Denaturierung, Preßtemperatur und Wassergehalt
(Abb. 5-15)

Die zuvor festgestellte Verbesserung der Komprimat-Drainage durch Denaturierung wird für alle Wassergehalte durch eine Erhöhung der Preßtemperatur trotz fallender Feststoffdrücke weiter verstärkt. Die Erhöhung der Preßtemperatur hat dagegen bei der nicht denaturierten Saat keinen signifikanten Einfluß auf die Komprimat-Drainage. Die mit den niedrigen Feststoffdrücken verbundene schlechte Komprimat-Drainage kann durch die herabgesetzte Ölviskosität teilweise kompensiert werden (vgl. Kap. 5.2.3).

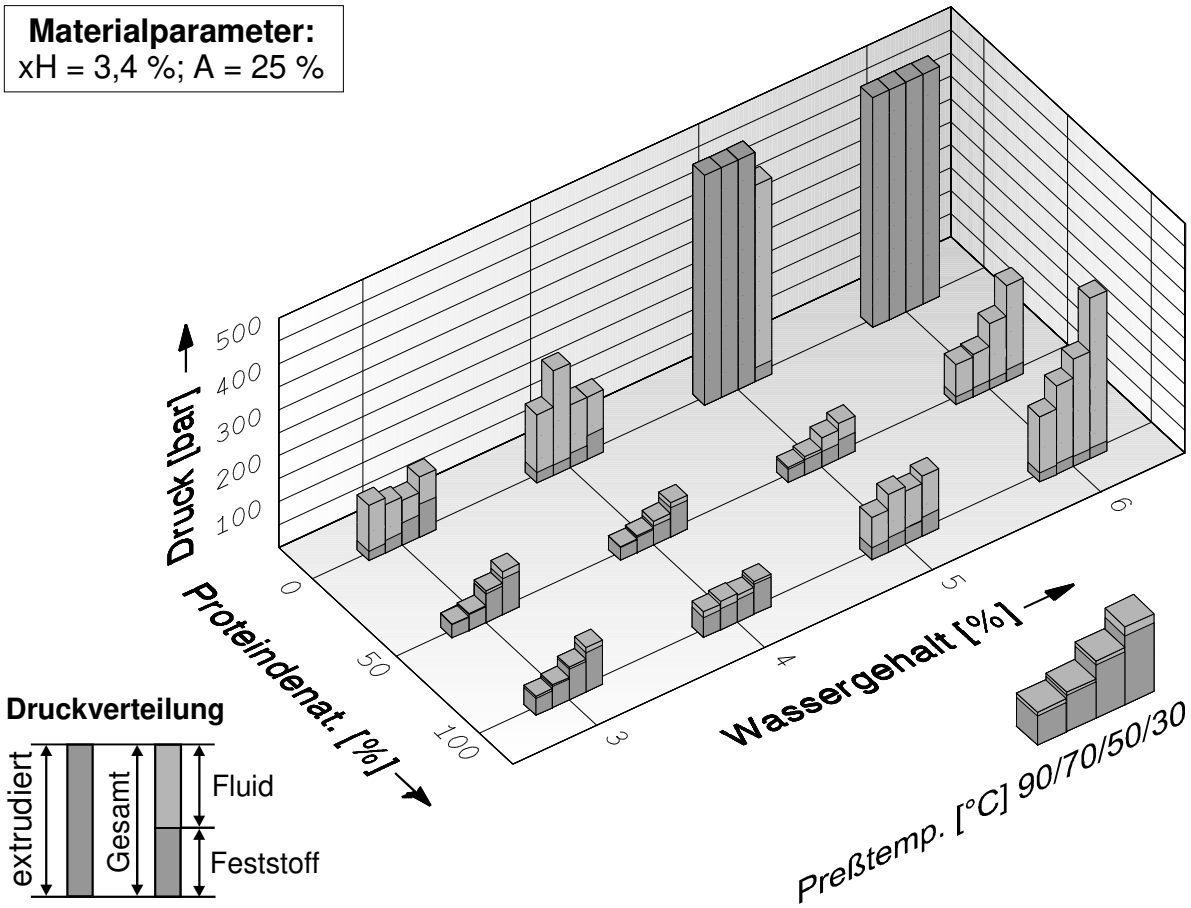


Abb. 5-15: Spitzendrücke der vierten Kompressionsstufe: Wechselwirkung von Denaturierung, Wassergehalt und Preßtemperatur

Der bei Wassergehalten ≤ 4 % festzustellende Rückgang des Feststoffdrucks mit steigender Temperatur (vgl. Abb. 4-24) ist bei den höheren Wassergehalten mit niedrigen Feststoffdrücken nicht mehr signifikant. Die Plastifizierung der Feststoffmatrix infolge erhöhter Wassergehalte dominiert.

Wechselwirkung von Preßtemperatur, Aufschlußgrad und Wassergehalt
(Abb. 5-16)

Die Erhöhung der Preßtemperatur führt zu einer noch weiteren deutlichen Abnahme der bereits durch Flockierung sehr niedrigen Feststoff- und Fluiddrücke. Das Komprimat aus flockierter schalenreduzierter Saat mit einem Wassergehalt von 6 % bei einer Preßtemperatur von 90 °C hat sowohl die niedrigsten Feststoff- als auch Flüssigkeitsdrücke aller untersuchten Parameter-Kombinationen.

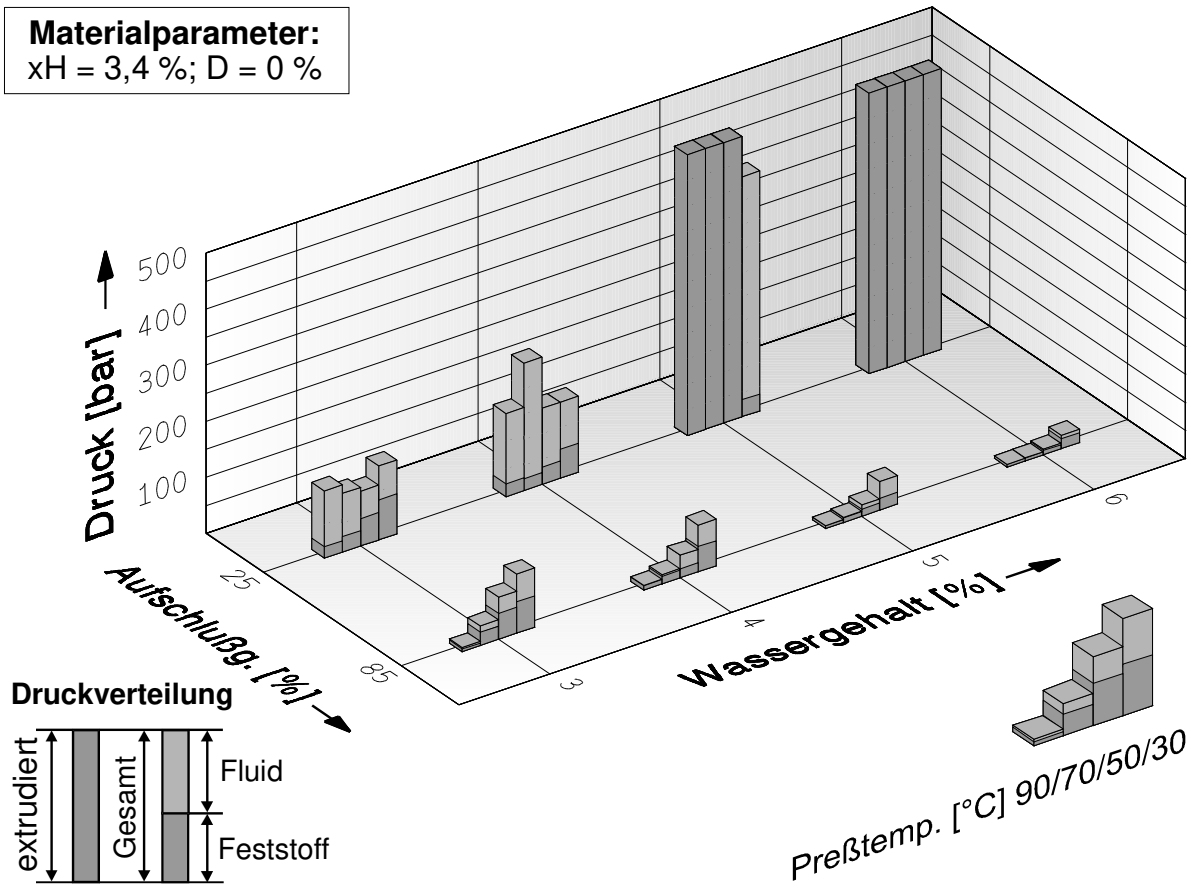


Abb. 5-16: Spitzendrücke der vierten Kompressionsstufe: Wechselwirkung von Aufschlußgrad, Wassergehalt und Preßtemperatur

Wechselwirkung von Denaturierung, Aufschlußgrad und Preßtemperatur
(Abb. 5-17)

Der Rückgang der Feststoffdrücke mit steigender Temperatur ist für die flockierte Saat noch ausgeprägter als für nicht flockierte Saat, wie der direkte Vergleich zeigt. Die nur geringe Verbesserung der Komprimat-Eigenschaften flockierter Saat durch zusätzliche Denaturierung zeigt sich nicht nur für alle untersuchten Wassergehalte (vgl. Abb. 5-14) sondern auch für alle untersuchten Preßtemperaturen.

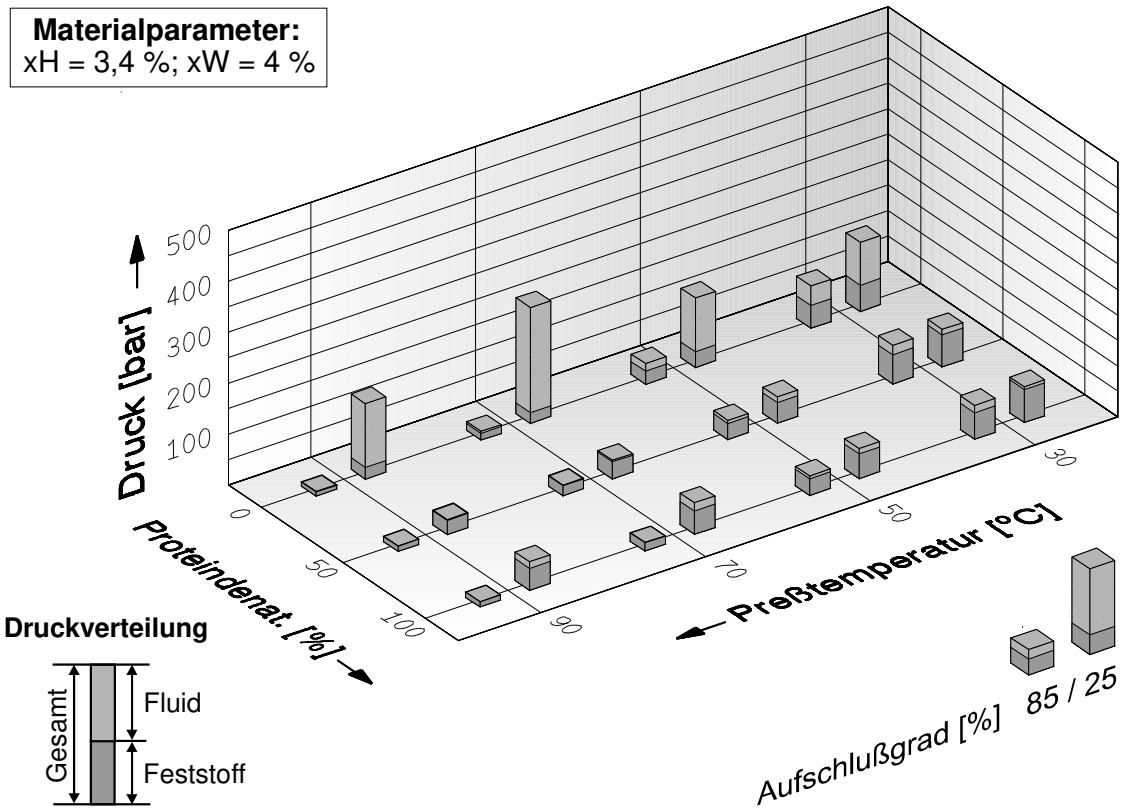


Abb. 5-17: Spitzendrücke der vierten Kompressionsstufe: Einfluß der Wechselwirkung von Denaturierung, Aufschlußgrad und Preßtemperatur

Zwischen den Denaturierungsgraden von 50 und 100 % sind hinsichtlich der Komprimat-Rheologie keine signifikanten Unterschiede festzustellen. Die Ursache kann in der langen Behandlungsdauer von jeweils 4 h bei der Temperatur von 80 bzw. 105 °C liegen. Zur Klärung wären vergleichende Untersuchungen mit kurzzeitig dampfbehandeltem Material (vgl. Kap. 2.2.4) durchzuführen.

5.3 Komprimat-Drainage

Anhand der vorliegenden Ergebnisse zur Komprimat-Rheologie (vgl. Kap. 4.2) und Komprimat-Drainage (vgl. Kap. 4.3) wird überprüft, welche Korrelation zwischen den Größen Komprimat-Fluiddruck und Komprimat-Drainage besteht. Dabei ist grundsätzlich festzustellen, inwieweit durch die gewählte Versuchstechnik bei dem vorliegenden Stoffsystem Raps-Komprimat eine zutreffende Aussage über die Komprimat-Drainage in Abhängigkeit von Material- und Kompressions-Parametern getroffen werden kann.

Auch wenn die ermittelten Permeabilitätswerte versuchsbedingt einer gewissen Streu-

ung unterworfen sind, werden die Interpretationen der Komprimat-Fluiddrücke hinsichtlich der Drainage durch die gemessenen Permeabilitäten tendenziell bestätigt. Für die untersuchten Material-Parameter Preßtemperatur, Hüllengehalt, Aufschlußgrad und Denaturierungsgrad konnte eine gute Übereinstimmung zwischen experimentell bestimmter Komprimat-Drainage und Komprimat-Fluiddruck festgestellt werden. Niedrige Fluiddrücke in den Versuchen zur Material-Rheologie (vgl. Kap. 4.2) werden in den Versuchen mit Drainageölzufuhr bei gleichen Material-Parametern durch höhere Werte für die Drainage bestätigt und umgekehrt. Die erwartete und durch die Fluiddrücke angezeigte verschlechterte Komprimat-Drainage mit steigender Kompression wurde für alle untersuchten Material-Parameter bestätigt. Eine Übertragung der gemessenen Permeabilitätswerte auf das entsprechende Komprimat für die Versuche ohne Drainageölzufuhr ist jedoch aus zwei Gründen nicht zulässig: einerseits besteht eine starke Wechselwirkung zwischen dem Komprimat und dem Drainageölstrom, andererseits mußten die Kompressions-Parameter des Standardversuchs für die Bestimmung der Drainage durch sehr lange Relaxationsphasen verändert werden.

Der Volumenstrom des Drainageöls war versuchsbedingt Schwankungen unterworfen, die zu einer starken Streuung der Ergebnisse führten (vgl. Kap. 4.3). Ein kurzzeitiger Anstieg im Volumenstrom führt zu einem kurzzeitigen Anstieg der Permeabilität, da die interpartikulären Kapillaren des visko-elastischen Komprimats durch das Drainageöl geweitet werden. Dieser Effekt wird durch eine plastifizierte Feststoffmatrix noch unterstützt. Die Versuche mit Drainageölzufuhr zeigen daher im Vergleich zu den Versuchen ohne Drainageölzufuhr ein deutlich weniger vom Wassergehalt abhängiges Verhalten. Durch den Durchfluß des Drainageöls mit hohem Druck können die Abflußwege der durch einen hohen Wassergehalt plastifizierten Feststoffmatrix unter Kompression länger erhalten werden.

Nach der signifikanten kurzzeitigen Verbesserung der Drainage zu Beginn der Relaxationsphasen verschlechtert sie sich wieder im weiteren Verlauf. Das Drainageöl führt insbesondere bei einem Drainageöldruck, der bei schlechter Drainage das Niveau des Kompressionsdrucks erreicht, zu einer weiteren Kompression trotz Kolbenstillstands mit entsprechender Abnahme der Permeabilität.

Die Ergebnisse dieser Experimentgruppe zeigen damit eine deutliche Wechselwirkung zwischen Komprimat-Drainage und Drainageöl-Volumenstrom. Damit werden die Aussagen von REBOUILLAT und SCHWARTZBERG [77] bestätigt, wonach statische Filtrationsexperimente an relaxierenden Preßkuchen zu deutlich anderen Permeabilitäten führen als bei dynamisch beanspruchten Komprimaten. Die Vorhersage von Preßergebnissen auf Basis der in der Literatur dominierenden statischen Versuche wird von den Autoren als sehr kritisch bewertet.

Vergleichswerte zur Drainage von Rapskomprimaten liegen nur von KASCHEL [41]

vor. Die ermittelten Permeabilitätswerte variieren in Abhängigkeit von der Porosität und dem angelegten Fluid-Differenzdruck zwischen 0,8 - 5,1*10^{-13} m^2. Sie liegen damit zum Teil deutlich über den in dieser Arbeit ermittelten Werten, die je nach Material- und Kompressions-Parameter zwischen 4,8*10^{-13} m^2 und 5,23*10^{-17} m^2 liegen. KASCHEL verwendete als Fluid zur Durchströmung gasförmiges Kohlendioxid. Um eine Zweiphasenströmung zu vermeiden, konnte nur extrahiertes Rapsschrot mit einem Wassergehalt von 8,7 % und einem Fettgehalt von 1,0 % drb eingesetzt werden. Die extrahierte Feststoffmatrix mit leeren Zellvolumina hat entsprechend andere Drainage-Eigenschaften als vollfettes Material.

Den Zusammenhang zwischen dem Kompressionsdruck und der Komprimat-Drainage für ein ebenfalls zellular strukturiertes Material stellte HEIJ et al. [52] fest. Er untersuchte in einer Kompressions-Permeabilitäts-Zelle die Drainage von Klärschlämmen für Wasser unter Kompression. Die für Klärschlamm ermittelten Werte von 1*10^{-15} m^2 bis 1*10^{-17} m^2 lagen in dem gleichen Spektrum wie die vorliegenden experimentell bestimmten Permeabilitäten für Rapskomprimate bei jedoch deutlich niedrigeren Komprimatdrücken von nur ca. 1 bis 10 bar.

Theoretische und experimentelle Untersuchungen von KAMPHUIS et al. [40] zeigen am Beispiel von Fettdispersionen eine Verbesserung der Komprimat-Drainage einer visko-elastischen Feststoffmatrix im Gegensatz zu einem starren oder ideal elastischen Feststoffsystem unter Kompression mit hohem Druck. Die untersuchten Fettdispersionen werden als strukturierte Dispersion - d.h. als fluid-gefüllte, visko-elastische Feststoffmatrix - charakterisiert. Die Ergebnisse dieser Arbeit stimmen mit den Ergebnissen der Literatur überein. Während der Relaxationsphasen kann das Komprimat lokale Spannungsspitzen in Seihernähe abbauen; Porosität und damit auch Drainage vergleichmäßigen sich über die Komprimathöhe, woraus eine verbesserte Drainage zu Beginn der nachfolgenden Kompressionsphase folgt, wie die schnellen Anstiege der Permeabilitätswerte am Beginn jeder Relaxationsphase zeigen (vgl. Abb. 4-36). Damit wird die in Kap. 2.4.2 beschriebene Modellvorstellung für das Rapskomprimat (vgl. Abb. 2-20) mit den postulierten Relaxations-Mechanismen (vgl. Kap. 2.4.3) bestätigt.

Die gewählte Versuchsanordnung kann zur tendenziellen experimentellen Ermittlung der Drainage angewendet werden. Bei biogenen kompressiblen Komprimaten besteht jedoch eine versuchstechnisch bedingte Beeinflussung durch den Drainageölstrom. Die Versuche zur Material-Rheologie zeigen eine viel größere Sensibilität als die Drainage-Versuche, da keine versuchsbedingten Störungen durch den die Komprimat-Drainage selbst beeinflussenden Drainageöl-Durchfluß hervorgerufen werden. Die Fluiddruckmessung bei den Versuchen ohne Drainageölzufuhr liefert zwar keinen direkten Permeabilitäts-Meßwert, jedoch ist aus den relativen Änderungen der Fluiddrücke in Abhängigkeit von den Material- und Kompressions-Parametern eine zuverlässi-

ge und von Störeinflüssen freie Aussage hinsichtlich der Komprimat-Drainage möglich.

5.4 Abschließende Bemerkungen

Mit der in dieser Arbeit entwickelten Versuchstechnik ist es gelungen, die für die Funktion einer Seiher-Schneckenpresse erforderlichen Informationen über Rückstellkraft und Drainage biogener Komprimate unter Variation von Kompressions- und Material-Parametern zu ermitteln. Voraussetzung dafür war die Übertragung der Kompressionsverhältnisse der Schneckenpresse auf eine Zylinder/Kolben-Geometrie und die separate meßtechnische Erfassung des Komprimat-Fluiddrucks für alle Kompressions- und Relaxationsphasen. Durch mehrstufige deformationsgesteuerte Linearpreßversuche konnte die Entwicklung der Druckkomponenten (Fluid- und Feststoffdruck) erstmals in Anlehnung an die mehrstufige Kompression in der Schneckenpresse verfolgt werden. Im Gegensatz zu den in der Literatur gezeigten Ergebnissen einstufiger druckgesteuerter Versuche (vgl. Kapitel 2.3.4) konnten hohe Flüssigkeitsdrücke aufgrund einer unzureichenden Komprimat-Drainage als limitierende Größe für den Trennpreßvorgang identifiziert werden.

Aufgrund der komplexen Wechselwirkungen zwischen Saatstruktur, der davon abhängigen Rheologie der Einzel-Partikel, der davon wiederum abhängigen Komprimat-Rheologie und den Kompressions-Parametern war es erforderlich, mit vereinfachten Modellvorstellungen zu arbeiten. Der Einfluß der Material-Parameter auf das Deformationsverhalten der Komprimate konnte jedoch mit den entwickelten Struktur-Modellen für den Fall der Linearpresse plausibel erklärt werden.

Preßergebnisse auf der Schneckenpresse unter Variation der Material-Parameter können durch die auf der Linearpresse gewonnenen Daten über das Verhältnis von Feststoffdruck und Komprimat-Drainage zutreffender interpretiert werden. Die Prüfung auf Gültigkeit bzw. die Weiterentwicklung der vorgestellten Modelle für die Kompression in der Schneckenpresse kann nur durch experimentelle Untersuchungen unter Berücksichtigung der in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse erfolgen.

Das rheologische Verhalten des biogenen Komprimats unter Deformation wird stark von den Strömungsvorgängen bestimmt, die wiederum von den sich unter Kompression verändernden Strukturen der Feststoffmatrix und der Kompressions-Geschwindigkeit abhängen. Dadurch ergibt sich ein ausgeprägt nichtlineares rheologisches Verhalten. Für die Bedingungen der Zylinder/Kolbengeometrie konnte eine Me-

thode zur Optimierung der Kompressions-Parameter durch Analyse der Fluid- und Feststoffdrücke in den Kompressions- und Relaxationsphasen vorgestellt werden (vgl. Kapitel 5.1.4). Durch die im Vergleich zu Linearpresse deutlich komplexere Beanspruchung (vgl. Kapitel 2.1.3 und 2.4.4) in der Schneckenpresse ist eine direkte quantitative Umsetzung dieser Ergebnisse für das Design der Schneckenpresse noch nicht möglich. Erst durch Untersuchungen auf der Schneckenpresse mit bekanntem Materialverhalten unter Variation der Geometrie und der anschließenden Rückübertragung dieser Ergebnisse auf die Linearpresse könnte eine Methode zur Optimierung der Schneckengeometrie auf der Grundlage rheologischer Kenndaten entwickelt werden.

Sowohl die Versuche unter Variation der Kompressions- als auch der Material-Parameter zeigen hinsichtlich der Material-Rheologie ein so weites Spektrum, daß eine allgemeingültige Modellierung des Kompressionsverhaltens der Rapssaat, insbesondere von schalenreduzierter Rapssaat nicht möglich ist. Hier ist besonders auf die Unterschiede in den Druckkinetiken bei Erstkompression und den nachfolgenden Kompressionsstufen hinzuweisen. Bereits geringe Änderungen der Kompressions-Geschwindigkeit, der Relaxationsdauer bzw. der Stufenzahl führen zu stark veränderten Fluiddrücken und damit aufgrund ihrer Dominanz zu stark veränderten Komprimatdrücken. Analog verhält es sich für variable Material-Parameter und konstante Kompressions-Parameter. Bereits geringe Variationen einzelner Material-Parameter (z.B. Wassergehalt oder Aufschlußgrad) können zu einer völlig anderen Komprimat-Rheologie führen, obwohl das gleiche Ausgangsmaterial Rapssaat vorliegt.

Werden sowohl Kompressions- wie Material-Parameter gleichzeitig verändert, ist eine Vorhersage des rheologischen Verhaltens zusätzlich erschwert. Alle diese Aussagen gelten schon für die vereinfachten geometrischen Verhältnisse der Linearpresse. Das Fließen des Komprimats mit zusätzlicher Scherbeanspruchung in der Schneckenpresse wird eine zuverlässige Vorhersage der Komprimat-Rheologie erschweren. In der Zylinder/Kolben-Geometrie sind die Fließeigenschaften der Komprimate nicht ermittelbar. Eine einheitliche logische Visualisierung des Komprimatverhaltens in Abhängigkeit von den Kompressions- und Material-Parametern mit mechanischen Analogiemodellen ist daher nicht möglich. Für eingeschränkte Teilbereiche können mechanische Analogiemodelle eine nützliches Werkzeug zur Visualisierung und auch Quantifizierung sein. Die postulierten Relaxations-Mechanismen konnten mit dem Multi-MAXWELL-Modell sinnvoll hinsichtlich ihrer Wirkung auf das Komprimatverhalten verdeutlicht werden. Eine abschließende Bewertung der Relaxations-Mechanismen für das Komprimatverhalten kann anhand der vorliegenden Ergebnisse dieser Arbeit noch nicht getroffen werden.

Mathematische Modelle, entwickelt für das Kompressionsverhalten in der Linearpresse, haben keine Gültigkeit für die Schneckenpresse (vgl. Kap.2.1.1). Wichtiger als die

komplizierte mathematische Beschreibung ist die Klärung der physikalisch und physikalisch-chemischen Phänomene, die das Materialverhalten grundsätzlich bestimmen. Die Komprimat-Rheologie kann nur im Zusammenwirken von Material-Parametern und den durch Abfolge von Kompressions- und Relaxationsphasen gekennzeichneten Kompressions-Parametern beurteilt werden.

Durch die umfangreichen Untersuchungen konnte die an dem beispielhaft untersuchten Rohstoff “schalenreduzierte Rapssaat” festgemachte Fragestellung - unter welchen Bedingungen ist dieser bisher nicht industriell verarbeitete Rohstoff preßbar - für den Fall der Linearpresse beantwortet werden. Die durch Schalenreduzierung verschlechterte Komprimat-Drainage kann durch einen gezielten Gewebeaufschluß im Flockierwalzwerk auch für sehr niedrige Hüllengehalte mehr als kompensiert werden. Komprimate aus flockiertem Schälraps mit einem Wassergehalt von 6 % haben bei einer Kaltpressung die besten Drainage-Eigenschaften. Ob die sehr niedrigen elastischen Rückstellkräfte für die Funktion einer Seiherschneckenpresse ausreichend sind, ist durch entsprechende Versuche zu klären. Reibungswärme und Leistungsaufnahme der Pressen wären für ein solches Komprimat minimiert. Niedrige Preßtemperaturen und die Entfernung der Rapshüllen als Träger unerwünschter Inhaltsstoffe verbessern die Ölqualität deutlich. Die hydrothermische Konditionierung mit Heißpressung von flockierter schalenreduzierter Saat ist im Hinblick auf eine Verbesserung der Komprimat-Eigenschaften nicht notwendig und würde durch die thermische Beanspruchung zu minderen Ölqualitäten führen.

6 Literaturverzeichnis

[1] Appelquist, L.-A. und R. Ohlson: Rapeseed, Cultivation, Composition, Processing and Utilization. Elsevier Publishing Company, Amsterdam 1972

[2] Anjou, K.: Manufacture of Rapeseed Oil and Meal. In: Rapeseed - Cultivation, Composition, Processing and Utilization. Elsevier Publishing Company, Amsterdam 1972

[3] Argyris J., I. S. Doltsinis und V. D. da Silva: Constitutive modelling and computation of non-linear viscoelastic solids. Part 1: Rheological models and numerical integration techniques. Computer Methods in applied Mechanics and Engineering 88(1991), 135-163

[4] Austmeyer, K. E.: Verfahrenstechnische Grundlagen der mechanischen Schnitzelentwässerung. Zuckerindustrie 112(1987)9, 771-778

[5] Banks, P. J.: Theory of constant rate expression and subsequent relaxation. In: Drying 85. Hrsg.: *R. Toei und A. S. Mujumdar*. Hemisphere, Canberra City 1983, 102-108

[6] Bargale, P. C., J. Irudayaraj und B. Marquis: Studies on Rheological Behaviour of Canola and Wheat.
Journal of Agricultural Engineering Research 61(1995)4, 267-274

[7] Beloborodov, V. V.: Die Grundprozesse der Erzeugung pflanzlicher Öle. Moskau 1966, Piscevaja Promyslennost

[8] Beyer, W.: Feucht-Wärmebehandlung von Rapssaat zur Desaktivierung saattypischer Enzyme. Fett/Lipid 99(1997)2, 46-51

[9] Brauer, H.: Grundlagen der Einphasen- und Mehrphasenströmung. Verlag Sauerländer1971, Aarau und Frankfurt am Main

[10] Bredeson, D. K.: Mechanical Pressing. J. AOCS 54(1977)6, 489-490

[11] Brueske G. N.: Oil/Meal Separation Processes. In: Proceedings of the world conference on oilseed technology and utilization.
Hrsg.: *T. H. Applewhite* (1993), 126 -135

[12] Buhr N.: Mechanical Pressing. In: Edible Fats and Oils Processing: Basic Principles and Modern Practices.
Hrsg.: *D. R. Erickson*, Champaign, Illinois 1990, 43-48

[13] Cronewitz, T.: Eigenschaften der Gerüstsubstanz der Schnitzel bei der mechanischen Entwässerung und daraus resultierende Möglichkeiten zur Weiterentwicklung von Schnitzelpressen. Zuckerindustrie 114(1989)1, 31-38

[14] Davison, E.; F. J. Middendorf und W. K. Bilanski: Mechanical properties of rapeseed. Canadian Agricultural Engineering 17(1975)1, 50-54

[15] Davison, E.; A. G. Meiering und F. J. Middendorf: A theoretical stress model of rapeseed. Canadian Agricultural Engineering 21(1979)1, 45-46

[16] Deublein, D.: Zerkleinerungsmaschinen für die Ölsaatenaufbereitung. Fat Science Technology 90(1988)12, 554-560

[17] Dunning, J. W.: History and Latest Development in Expeller and Screw Press Operations on Cottenseed. J. AOCS 30(1953), 486-492

[18] Eggers, R., H. Boeck und W. Stein: Messung von Druck- und Temperaturprofilen beim Abpressen von Ölsaaten in Seiherschneckenpressen. Fette Seifen Anstrichmittel 87(1985)5, 494-499

[19] Erikson, I. et al.: Chemical Composition in Varieties of Rapeseed and Turnip Rapeseed, Including Several Samples of Hull and Dehulled Seed. J. Sci. Food Agric. 66(1994), 233-240

[20] Faborode, M. O. und J. F. Favier: Identification and Significance of the Oil-point in Seed-oil Expression. J. agric. Engng Res. (1996)65, 335-345

[21] Finney, E. E., C. W. Hall und G. E. Mase: Theory of linear viscoelasticity applied to the potato. J. agric. Engng Res. 9(1964) 4, 307-312

[22] Fleischer, G., V. D Skirda und A. Werner: NMR-investigation of restricted self-diffusion of oil in rape seeds. European Biophysics Journal (1990)19, 25-30

[23] Floyd, L. H., J. K. Mensah, H. J. Barre und K. Majidzadeh: Viscoelastic Behavior of Soybeans Due to Temperature and Moisture Content. Transactions of the ASAE 22(1979)5, 1219-1224

[24] Fornal, J. et al.: Denaturation changes in protein structure during the hydrothermal treatment of rapeseed. In: Interaction in Protein Systems. Hrsg.: *Schwenke D. und B. Raab,* 1989, 295-298

[25] Fornal, J. et al.: Changes in cotyledon cell microstructure during rapeseed processing before extraction. Polish Journal of Food and Nutrition Sciences 5/46(1996)3, 25-36

[26] Gassner, G.: Mikroskopische Untersuchung pflanzlicher Lebensmittel. VEB Gustav Fischer Verlag, Jena 1973

[27] Gillberg, L. und B. Törnel: Preparation of Rapeseed Protein Isolates Dissolution and Precipitation Behavior of Rapeseed Proteins. Journal of Food Science 41(1976), 1063-1069

[28] Goldowskij A. M.: Unsere physikalisch-chemische Theorie der Pflanzenöl-Gewinnungsprozesse, ihre experimentelle Beweisführung und ihre Anwendung in der Praxis. Fettchemische Umschau 43(1936), 21 und 43, 28

[29] Grau, P., G. Berg, und E.-J. Gießmann: Rheologische Untersuchungen fester Stoffe mit Dehnungsratenwechselversuchen.
Technische Mechanik 4(1983)3, 54-58

[30] Greenkorn, R. A.: Flow phenomena in pourous media.
Marcel Dekker Inc., New York 1983

[31 Hafner, l. und P. Hoff: Genetik. Schroedel Verlag, Hannover 1982

[32] Hills, J. und J. Murphy: Characterization of lipases from the lipid bodies and microsomal membranes of erucic acid-free oilseed-rape (Brassica napsus). Biochem. J. (1988)249, 687-693

[33] Hofsten, A..: The Ultrastructure of Seed of Some Brassica Species- New Sources of Seed Protein. Svensk Botanisk Tidskrift (1974)68, 153-163

[34] Hollo J.: Trends in der Aufarbeitung von Ölsamen.
Fat Sci. Technol. 89(1987)1, 2-7

[35] Homann, Th., M. Knuth und W. Stein: Das VPEX-Verfahren - ein vereinfachtes Ölgewinnungsverfahren.
Fette Seifen Anstrichmittel 83(1981), Sonderheft, 570-573

[36] Homann, Th., M. Knuth, K.-D. Miksche und W. Stein: Die mechanische Fest-Flüssig-Trennung mittels Seiherschneckenpressen in der Speiseölindustrie. Fette Seifen Anstrichmittel 80(1978)4, 146-149

[37] Horrighs, W.: Kolbenpreß-Schleuse zum Ein- und Austrag feindisperser Feststoffe in oder aus druckführenden Räumen.
Fortschrittsberichte der VDI Zeitschriften; Reihe 6, Nr.159, 1984

[38] Iwata, M. und T. Murase: Stress relaxation of expressed material. Proc. 6th World Filtration Congress 6a (1993), Nagoya, 388-391

[39] Jensen, S. K., Y.-G. Liu und B. O. Eggum: The influence of variations in seed size and hull content on composition and digestibility of rapeseed. In: Proc. Ninth International Rapeseed Congress 4.-7. July 1995 in Cambride, Vol. 1, 188-190

[40] Kamphuis, H. et al.: The Relation between Permeability of Strucured Dispersions and the Viscoelastic Properties of Dispersed Phase.
Journal of Colloid and Interface Science 98(1984)2, 459-466

[41] Kaschel, G.: Die Schneckenmaschine mit Gassperre als Ein- und Austragssystem für die Hochdruckextraktion von pflanzlichen Naturstoffen. Dissertation, Verlag Shaker, Aachen 1993

[42] Khan, L. M. und M. A. Hanna: Expression of Soybean Oil. Transactions of the ASAE 27(1984)1, 190-194

[43] Kleinig, H. und P. Sitte: Zellbiologie. Gustav Fischer Verlag, Stuttgart 1992, 367-379

[44] Kock, M.: Practical Experience with a Process for Enzyme Deactivation of Soybean Flakes before Extraction and its Influence on the Oil Quality (Part 1). Second A.S.A. Symposium on Soybean Processing, 1981, 7-14

[45] Knuth, M., K.-D. Mischke und W. Stein: Speiseölgewinnung aus pflanzlichen Rohstoffen durch Abpressen. Seifen-Öle-Fette-Wachse 103(1977)14, 385-388

[46] Knuth, M. und Th. Homann, Fried. Krupp GmbH: Verfahren und Vorrichtung zur Ölgewinnung aus gereinigten Ölfrüchten und Ölsaaten, Deutsches Patentamt, Offenlegungsschrift 29 15 538 vom 23.10.1980

[47] Koo, E. C.: Expression of Vegetable Oils. Industrial and Engineering Chemistry 34(1942)3, 342-345

[48] Körmendy, I.: Verfahrenstechnische Grundlagen des Entsaftens durch Pressen, Fruchtsaft-Industrie (jetzt Confructa) 10(1965), 246-262

[49] Körmendy, I.: Contribution to the three-dimensional pressing theory and its one dimensional application. Acta Alimentaria 3(1974)1, 93-110

[50] Kozlowska, H. et al.: Rapeseed Hulls Fat Characteristics. Fat Science Technology 90(1988)6, 216-219

[51] Kozlowska, H. et al.: Steaming Whole Rapeseeds to Improve Protein and Oil Quality. In: Proceedings of the world conference on oilseed technology and utilization, Unit 10. Hrsg. *Applewhite, T. H.*, 1993, 458-460

[52] La Heij, E. J. et al.: Fundamental Aspects of Sludge Filtration and Expression. Wat. Res. 30 (1996), 697-703

[53] Lanoisellé J.-L. und J.-M. Bouvier: Le pressage hydraulique des oléagineux. Revue Francaise des Corps Gras 41(1994)3/4, 61-72

[54] Lehninger, A. L.: Grundkurs Biochemie. Walter de Gruyter Verlag, Berlin 1984

[55] Linke, L.: Struktureller Aufbau von Obst und Gemüse und Faktoren, die das Deformationsverhalten und die Textur bestimmen. In: Rheologie der Lebensmittel. Hrsg.: *Weipert, Tscheuschner, Windhab*. Behr´s Verlag, Hamburg 1993, 389-429

[56] Mahajan, A. und S. Dua: Comparison of processing treatments on the composition and functional properties of rapeseed preparations. Die Nahrung 38(1994)6, 578-587

[57] Maschinenfabrik Reinartz GmbH & Co KG, 4040 Neuss, DE: Schneckenpresse, Deutsches Patentamt, Gebrauchsmuster G 92 07 096.5 vom 08.10.1992

[58] Matissek, R., F.-M. Schnepel und G. Steiner: Lebensmittelanalytik. Springer-Verlag, Berlin 1992

[59] Mensah, J. K. et al.: Mechanical Properties related to soybean seedcoat cracking during drying. Transactions of the ASAE 27(1984)2, 550-555

[60] Meskat, W.: Der Fließ- und Entlaugungsvorgang einer Alkalicellulosefaser-Suspension in einer Schneckenpresse. Chem. Ing. Techn. 34(1962)11, 742-748

[61] Mills, J. T. und J. Chong: Ultrastructure and Mineral Distribution in Heat-Damaged Rapeseed. Canadian Journal of Plant Science (1977)57, 21-34

[62] Mohsenin, N. N. und J. P. Mittal: Use of rheological terms and correlation of compatible measurements in food texture research. J. Texture Studies 8(1977), 395-408

[63] Mohsenin, N. N.: Physical Properties of Plant and Animal Materials. Gordon and Breach Science Publishers, London 1986, 174-187

[64] Mrema, G. C. und P. B. McNulty: Microstructure of Rapeseed and Cashew as related to Mechanical Oil Expression. Irish Journal of Food Science and Technology (1984)8, 59-66

[65] Mrema, G. C. und P. B. McNulty: Mathematical Model of Mechanical Oil Expression, J. agric. Engng Res. 31(1985)5, 361-370

[66] Murakami, E. G., M. H. Kim und M. R. Okos: Viscoelastic Properties of Extrudates, Grains, and Seeds. In: Viscoelastic Properties of Foods, Chapter 4, 103-155. Hrsg.: *Rao, M. A. und J. E. Steffe*. Elsevier Science Publishers LTD, Essex 1992

[67] Niewiadomski H.: Rapeseed - Chemistry and Technology. Elsevier, Amsterdam-Oxford-New-York-Tokyo. Pwn-Polish Scientific Puplishers (1990)

[68] Ohlson, R.: Modern processing of rapeseed. J. AOCS 69(1992)3, 195-198

[69] Ollivon, M. und R. Perron: Propriétés physiques des corps gras. Manuel des Corps Gras, Chapitre V, 1992, 433-442

[70] Peleg, M.: Consideration of a General Rheological Model for the Mechanical Behavior of the Viscoelastic Solid Food Materials. Journal of Texture Studies 7(1976), 243-255

[71] Peleg, M.: Contact and Fracture Elements as Components of the Rheological Memory of Solid Foods. Journal of Texture Studies 8(1977), 39-48

[72] Pitt, R. E.: Models for the Rheology and Statistical Strength of Uniformly Stressed Vegetative Tissue. Transaction of the ASAE 25(1982)6, 1776-1784

[73] Pitt, R. E.: Viscoelastic Properties of Fruits and Vegetable. In: Viscoelastic Properties of Foods, Chapter 2, 49-76. Hrsg.: *Rao, M. A. und J. E. Steffe*. Elsevier Science Publishers LTD, Essex, 1992

[74] Ponne, C. T. et al.: Influence of Microwave and Steam Heating on Lipase Activity and Microstructure of Rapeseed (Brassica napus). J. Agric. Food Chem. 44(1996), 2818-2824

[75] Poon, N. H.; R. G Fulcher and I. Altosaar: Rapeseed microchemistry. In: Analytical Chemistry of Rapeseed and its Products. Winnipeg, Manitoba 1980, 143-152

[76] Rastelli, C., C. Peri, L. Piazzi, L. Bernardi: Olive Paste Expression Behaviour. Italian Journal of Food Science 6(1994)2, 207-215

[77] Rebouillat, S. und H. G. Schwartzberg: Dynamic and Static Filtration Resistances During Mechanical Expressions Involving Foods. Proc. In: Food Engineering and Process applications, Vol.2: Unit operations, 281-291. Hrsg.: *M. Le Maguer und P. Jelen*. Elsevier Applied Science Publishers, 1992

[78] Rebouillat, S., H. G. Schwartzberg und D. Leclerc: The expression of biological and foods materials under constant rate of strain. Proc. 6th World Filtration Congress 6a (1993), Nagoya, 382-387

[79] Reiner, M.: Rheologie in elementarer Darstellung. 2. Auflage VEB Fachbuchverlag Leibzig ,1969

[80] Riemenschneider, H.: Entfeuchten durch Pressen. Dissertation; Stuttgart 1983

[81] Salunkhe D. K. und B. B. Desai. Postharvest Biotechnology of Oilseeds. Chapter 5: Rapeseed and Mustard,71-92. CRC Press Inc., Boca Raton, Florida 1986

[82] Scheidegger, A. E.: The physics of flow through porous media. University of Toronto Press, 3. Auflage 1972

[83] Schneider, F. H.: Schälung von Rapssaat durch definierte Verformung, Teil I: Untersuchungen zur Saatanatomie. Fette Seifen Anstrichmittel 81(1979)1, 11-16

[84] Schneider, F. H.: Schälung von Rapssaat durch definierte Verformung, Teil II; Untersuchungen zum Schälverhalten. Fette Seifen Anstrichmittel 81(1979)2, 53-59

[85] Schneider, F. H. und U. Rütte: Zur Bindung des Resthexans in Raps-Extraktionsschroten. Fette Seifen Anstrichmittel 86(1984)9, 331-339

[86] Schneider, F. H. und D. Khoo: Trennpressen - Versuch einer Bestandsaufnahme experimenteller Arbeiten. Fette Seifen Anstrichmittel 88(1986)9, 329-340

[87] Schneider, F. H. und U. Rütte: Flüssigkeitsbindung in Ölsaaten I: Bindungsrelevante Strukturelemente. Fat Sci. Technol. 91(1989)9, 337-346

[88] Schneider, F. H. und U. Rütte: Flüssigkeitsbindung in Ölsaaten II: Bindungs-Mechanismen. Fat Sci. Technol. 92(1990)9, 347-354

[89] Schneider, F. H. und U. Rütte: Resthexan in Raps-Schroten I: Zur Entstehung einer intrazellularen Miszella. Fat Sci. Technol. 93(1991)9, 319

[90] Schneider, F. H. und M. Raß: Trennpressen geschälter Rapssaat - Zielsetzung und verfahrenstechnische Probleme. Fett/Lipid 99(1997)3, 91-98

[91] Schormüller J.: Lehrbuch der Lebensmittelchemie. Springer Verlag, Berlin 1974

[92] Schulze, D. und J. Schwedes: Fließverhalten von Schüttgütern. In: Rheologie der Lebensmittel. Hrsg.: *Weipert, Tscheuschner, Windhab*. Behr´s Verlag, Hamburg 1993, 257-300

[93] Schwartzberg, H. G., J. R. Rosenau und G. Richardson: The removal of water by expression. AICHE Symposium Series 73(1977)163, 177-189

[94] Schwartzberg, H. G.: Expression-related properties. In: Physical Properties of Foods. Hrsg.: *M. Peleg*. Avi Publishing Company, Inc., Westport/Connecticut 1983, 423-471

[95] Segerlind, L. J., B. A. Snobar und D. R. Heldman: Compression and relaxation properties of carrots. Journal of Texture Studies 7(1977), 451-456

[96] Shirato, M., T. Murase, H. Kato und S. Fukaya: Fundamental Analysis for Expression under Constant Pressure.
Filtration & Separation 7(1970)5/6, 277-282

[97] Shirato, M., T. Murase, M. Negawa und T. Senda: Fundamental Studies of Expression under Variable Pressure. J. chem. Eng. Japan. 3(1974)1, 105-112

[98] Shirato, M., T. Murase, A. Tokunaga und O. Yamada: Calculations of consolidation period in expression operations.
J. chem. Eng. Japan. 7(1974)3, 229-231

[99] Shirato, M., T. Murase und T. Aragaki: Slurry deliquoring by expression.
Dechema Monogr. 74(1974)9, 1432-1451

[100] Shirato, M., T. Murase, M. Iwata und N. Hayashi: Deliquoring by Expression. Drying Technology 4(1986)3, 363-386

[101] Singer, M.: Theorie und Praxis des Röstprozesses von Ölsaaten.
Seifen-Öle-Fette-Wachse 101(1975)13, 357-358

[102] Singer, M.: Theorie und Praxis der Zerkleinerung von Ölsaaten.
Seifen-Öle-Fette-Wachse 106(1980)6, 153-156

[103] Singer, M.: Theorie und Praxis der Ölgewinnung durch Pressung.
Seifen-Öle-Fette-Wachse 107(1981)19, 585-587

[104] Singh, M. S., A. Farsaie, L. E. Stewart und L. W. Douglass: Development of Mathematical Models to Predict Sunflower Oil Expression.
Transactions of the ASAE 27(1984)4, 1190-1194

[105] Singh, J. und B. P. N. Singh: Development of a mathematical model for oil expression from a thin bed of rapeseeds under uniaxial compression.
J. Fd. Sci. Technol. 28(1991)1, 1-7

[106] Singh, S. und M. Kulshreshtha: Mathematical Modelling of Juice Expression from Carrots under Uniaxial Compression.
Journal of Food Engineering 27(1996), 323-336

[107] Sivala, K., V. Vasudeva Rao, S. Sarangi, R. K. Mukherjee und N. G. Bohle: Mathematical modelling of rice brain oil expression.
J. of Fd. Proc. Eng. 14(1991), 51-68

[108] Skrabák, M.: Mechanik des Vorganges beim Pressen nasser, poröser und zusammendrückbarer Medien. Verfahrenstechnik 7(1973)1, 14-22

[109] Smith, C. G.: Oil Seeds. In: Food Microscopy, Chaiptre 2, 35-74. Hrsg.: *J. G. Vaughan*. Academic Press, 1979

[110] Somerton, W. H., I. M. Söylemezoglu und R. C. Dudley: Effect of Stress on Permeability of Coal.
Int. J. Rock Mech. Min. Sci.& Geomech. Abstr. 12(1975), 129-145

[111] Sosulski, F. und R. Zadernowski: Fractionation of Rapeseed Meal into Flour and Hull Components. J. AOCS 58(1981)2, 96-98

[112] Stanley, D. W. et al.: Microstructure of Rapeseed.
Can. Inst. Food Sci. Technol. J. 9(1976)2, 54-60

[113] Stryer, L.: Biochemie. Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg 1991

[114] Sukumaran, C. R. und B. P. N. Singh: Rapeseed oil-cake characteristics with respect to cake density and residual oil.
Journal of The Oil Technologists Association of India 18(1986)1, 16-19

[115] Sukumaran, C. R. und B. P. N. Singh: Oil Expression Characteristics of rapeseed Under Uniaxial Bulk Compression.
Journal of Food Science and Technology 24(1987)1, 11-16

[116] Sukumaran, C. R. und B. P. N. Singh: Compression of a bed of rapeseeds: The oil point. J. agric. Engng. Res. 42(1989), 77-84

[117] Terzaghi, K. und R. B. Peck: Die Bodenmechanik in der Baupraxis.
John Wiley & Sons, New York 1948

[118] Tindale, L. H. und S. R. Hill-Haas; Current equipment for mechanical oil extraction. J. AOCS 53(1976)6, 265-270

[119] Torikata, Y. und T. Yano.: Consolidation of soybean proteine coagulate.
Agricultural and Biological Chemistry 51(1987), 2983-2988

[120] Trägardh, C. und J. O. Arwidsson: Consolidation theories applied to the expression of sugar-beet pulp. In: Engineering and Food Vol.2. Ed. B. M. McKenna. Elsevier Applied Science Publ., London 1984, 641-650

[121] Tscheuschner, H.-D.: Grundlegende rheologische Eigenschaften. In: Rheologie der Lebensmittel. Hrsg.: Weipert, Tschneuschner, Windhab.
Behr´s Verlag, Hamburg 1993

[122] Vadke, V.S. und F.W. Sosulski: Mechanics of oil expression from Canola.
J. AOCS 65(1988)7, 1169-1176

[123] Waananen, K. M., und M. R. Okos: Stress-relaxation properties of Yellow-dent corn kernels under uniaxial loading.
Transactions of the ASAE 35(1992)4, 1249-1258

[124] Ward, J. A.: Processing High Oil Content Seeds in Continous Screw Presses. J. AOCS 53(1976)6, 261-264

[125] Ward, J.A.: Pre-Pressing of Oil from Rapeseed and Sunflower.
J. AOCS 61(1984)8, 1358-1361

[126] Yiu, S. H. et al.: The Microscopic Structure and Chemistry of Rapeseed and its Products. Food Microstructure (1982)1, 135-143

[127] Yiu, S. H. et al.: The Effects of Commercial Processing on the Structure and Microchemical Organization of Rapeseed.
Food Microstructure (1983)2, 165-173

[128] Zaiats, I., E. Vorobjov und K. Rakowsky: Modellierung der Abpressung von Rübenschnitzeln. Zuckerindustrie 118(1993)6, 437-444

[129] Zajíc, J. et al.: Über den Einfluß der Klimatisierung auf den Gehalt an Phosopholipiden im gepreßten Rapssamenöl.
Fette, Seifen, Anstrichmittel 88(1986)2, 67-69

[130] Zajíc, J., E. Volhejn und A. Jirousek: Abhängigkeit der Radialdrücke in der Schneckenpresse von den technologischen Bedingungen beim Rapssamenpressen. Fette Seifen Anstrichmittel 88(1986)6, 231-238

[131] Ziolkowska, I. und D. Ziolkowski: Fluid flow inside packed beds.
Chemical Engineering and Processing 23(1988), 137-164

Veröffentlichungen des Verfassers, die Teile dieser Arbeit enthalten:

[132] Raß, M. und Schneider, F. H.: Trennpressen geschälter Rapssaat - Rheologische Eigenschaften des linear gepreßten Feststoffbettes.
Fett/Lipid 99(1997)5, 174-185

[133] Raß, M.: Einstellung der Verarbeitungseigenschaften von Rapssaat für das Trennpressen. In: Dezentrale Ölsatenverarbeitung, warum und wie?
KTBL-Arbeitspapier 167, KTBL, Darmstadt. Landwirtschaftsverlag GmbH, Münster 1999, 46-58