

**Trockene Desagglomeration von Nanopartikelflocken in einer
Gegenstrahlmühle mit kombinierter Onlineüberwachung**

Von der Fakultät für Maschinenbau, Verfahrens- und Energietechnik

der Technischen Universität Bergakademie Freiberg
genehmigte

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur

Dr.-Ing.

vorgelegt

von Dipl.-Ing. Sascha Füchsel

geboren am 19.06.1980 in Lutherstadt Eisleben

Gutachter: Prof. i.R. Dr. Ing. habil. Klaus Husemann, Freiberg
Prof. Dr. rer. nat. Alfred Weber, Clausthal-Zellerfeld

Tag der Verleihung: 26.11.2012

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen Mitarbeitern des Instituts für Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik der TU-Bergakademie Freiberg bedanken, die mich während meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter unterstützt haben. Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Klaus Husemann, der mir die Durchführung der Arbeit ermöglicht hat. Weiterhin danke ich ihm für seinen Einsatz als Betreuer und die vielen sehr lebendigen Diskussionen. Herrn Prof. Dr.-Ing. Urs A. Peuker danke ich als meinem Chef für die letzten 3 Jahre meiner Tätigkeit am Institut, in denen ich unter anderem den Hauptteil der praktischen Arbeit weiterführen durfte. Die vielen Diskussionen mit ihm auch auf interdisziplinärer Ebene habe ich für mich als wichtige Erfahrung in meinen Rucksack des Lebens gepackt.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. Alfred Weber danke ich für die Übernahme des Koreferates und seine Diskussionsbereitschaft im Rahmen des auf die Arbeit zurückgehenden AiF-Forschungsprojektes 15385 BR, dessen Resultat einen wesentlichen Teil meiner Dissertationsschrift ausmacht.

Danken möchte ich auch den technischen Mitarbeitern Herrn Dipl.-Techn. Ralf Schünemann, Herrn Thomas Hantusch (FB), Herrn Dipl.-Techn. Steffen Scholz und Herrn Dipl.-Ing. (FH) Thomas Zschoge für die tatkräftige Unterstützung bei konstruktiven und elektrotechnischen Arbeiten an der Mahlanlage.

Herrn Dr.-Ing. Detlef Höhne möchte ich für seine Diskussionsbereitschaft bei speziellen Fragen der Schüttgutmechanik und der sehr hilfreichen Motivation während der Startphase des Forschungsthemas danken. Herrn Dr. rer. nat. Bernd Kubier danke ich für seine Tätigkeit als Vertrauensperson des Instituts und seine stets aufbauenden Worte.

Weiterhin bedanke ich mich bei der Fa. SIBRA Technologie GmbH, die mich in der Endphase zur Anfertigung des Schriftstücks unterstützt hat.

Den Herren Dipl.-Ing. Sebastian Lösch, Markus Wilkens sowie Magnus Tewes und Frau Dipl.-Ing. Elisabeth Schmidt möchte ich für Ihre generelle Unterstützung als Freunde und Kollegen sowie die motivierenden Stunden im geselligen Rahmen danken.

Meinen Eltern und meiner Frau Katja danke ich aus tiefstem Herzen für ihre Geduld und Unterstützung für die Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut und während der Promotion.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Zielstellung	4
2	Stand des Wissens	6
2.1	Charakterisierung instabiler flockiger Agglomerate	6
2.1.1	Haftkräfte	6
2.1.2	Festigkeit von Nanopartikelagglomeraten.....	8
2.2	Trockene Desagglomeration	11
2.2.1	Mechanismen.....	12
2.2.2	Geräte	15
2.3	Charakterisierung der Fließbettgegenstrahlmühle.....	20
2.3.1	Merkmale der Beanspruchungszone	23
2.3.2	Klassierzone	25
2.4	Online-Charakterisierung von und kontinuierliche Teilstromentnahme aus Aerosolströmungen.....	32
2.5	Ausgewählte Online-Partikelgrößenmessmethoden	34
3	Modellsubstanzen	45
4	Versuchsmethode	47
4.1	Anlage.....	47
4.2	Modifizierte Dosiereinheit.....	48
4.3	Adaption des Prozessraums	53
4.4	Adaption der Online-Messstrecke	54
4.5	Versuchsbedingungen	65
5	Experimentelle Ergebnisse	69
5.1	Auswertemethodik	69
5.2	Aerosil®200	70
5.3	Aerosil®90	75
5.4	Aerosil®OX50	84
5.5	Vergleich des Desagglomerationsverhaltens der Modellsubstanzen.....	87
5.6	Prozessstabilität.....	90
6	Modellvorstellungen zum untersuchten Desagglomerationsprozess.....	97
6.1	Vorbetrachtungen	97
6.2	Modellbetrachtungen	105
7	Zusammenfassung	110
8	Verzeichnisse.....	113
8.1	Symbole	113
8.2	Literatur	116
8.3	Abbildungen	124
9	Anhang.....	128

1 Einleitung und Zielstellung

Der Begriff Aerosol wurde schon zu Beginn des 20. Jahrhunderts eingeführt. Nach DIN 66106 handelt es sich dabei um ein disperses System, dessen feste fein verteilte Phase sich in einem gasförmigen Medium im Schwebезustand befindet [DIN1992]. Untersuchungen zum Erzeugen und Messen von Aerosolen gehen diesbezüglich sogar bis in das 19. Jahrhundert zurück [HEI2003].

Durch das Dispergieren von Partikeln in Luft oder Gasen können Aerosole künstlich erzeugt werden und treten so in vielen technischen Prozessen auf. Beispiele für solche Prozesse sind das Sichten feiner Pulver, das Zerstäuben von Pulverlacken zum Beschichten von Oberflächen, die Aerosolherstellung für pharmazeutische Zwecke oder die Partikelmesstechnik [HEI2003], [ZAH1976], [MAS1996], [BLU1996], [BOH1996].

Das trockene Dispergieren von feinkörnigen, kohäsiven Schüttgütern auf Partikelgrößen unter einem Mikrometer stellt diesbezüglich sowohl eine besondere Herausforderung als auch einen besonderen Anreiz dar.

Die Herausforderung liegt im Bewirken von Relativbewegungen zwischen den Partikeln durch die Überwindung der interpartikulären Wechselwirkungen, der Anreiz in der damit verbundenen Möglichkeit, diese Materialien in ihren Partikel- und Anwendungseigenschaften so zu modifizieren, dass sie für neue Produktgestaltungsverfahren (z.B. Beschichtungsverfahren) nutzbar sind. Beispielhaft sei hier die Beeinflussung von Anwendungseigenschaften wie Fließverhalten, Dispergierbarkeit, Benetzbarkeit sowie das elektrische, magnetische, thermische und optische Verhalten von Schüttgütern genannt.

Das mit einem entsprechenden Dispergierv erfahren technisch hergestellte Aerosol hoher Feststoffbeladung kann zum Beispiel genutzt werden, um sowohl lösliche als auch nicht benetzbare Trägermaterialien zu beschichten. Das Verfahren erweitert somit die Möglichkeit der Vereinigung zweier Materialien verschiedener physikalischer und chemischer Eigenschaften und der daraus folgenden gezielten Modifikation von Partikel- und Anwendungseigenschaften.

Es existieren bereits einige trocken arbeitende Verfahren, die über das intensive Mischen der Beschichtungs- und Trägerpartikel eine gleichmäßige Verteilung oder Umhüllung der Trägerpartikel erzielen. Da jedoch insbesondere submikrone Beschichtungspartikel auf diese Weise nicht ausreichend desagglomert werden, verbleiben sie zufällig verteilt als Agglomerate getrennt von den Trägerpartikeln. Die angestrebte Haftung der Beschichtungspartikel auf der Oberfläche der Trägerpartikel wird somit nur in geringem Maße erreicht. Dies beeinträchtigt die Produktreinheit, da neben Trägerpartikeln auch Agglomerate aus reinem Beschichtungsmaterial vorliegen. Außerdem erhöht sich die zur Modifikation der Anwendungseigenschaften notwendige Einsatzmenge des z.T. teuren Beschichtungsmaterials. Eine Auswahl der bisher bekannten Beschichtungsverfahren stellen Hybridizer, Mechanofusion, MAIC (magnically assisted impaction coating), RFBC (rotating fluidized bed coater) und Theta Composer dar [LIN2005]. Der wesentliche Unterschied zwischen ihnen besteht in der Art und Weise, wie sie die dispergierenden Kräfte in den Prozess einbringen. Der Großteil der flüssigkeitsfreien Beschichtungsverfahren ist noch immer in der Entwicklungsphase und selten kommerziell genutzt. Ihre wesentlichen Nachteile liegen einerseits bei den hohen auf das Trägermaterial wirkenden Beanspruchungsintensitäten und der damit einhergehenden Erwärmung sowie andererseits den geringen Durchsätzen aufgrund ihrer oftmals diskontinuierlichen Arbeitsweise.

Das primäre Ziel der Arbeit ist eine Prüfung der Funktionalität einer Sichter mühle (speziell Gegenstrahlmühle) zur trockenen Dispergierung (Desagglomeration) nanoskaliger, kohäsiver Schüttgüter am Beispiel ausgewählter granulometrisch verschiedener Modellsubstanzen aus der Produktklasse Nanopartikelflocken.

Die Untersuchungen gliedern sich in die Erforschung

- a) der Möglichkeit des trockenen Desagglomerierens / Dispergierens von kohäsiven Nanosubstanzen zu einem technisch verwertbaren Aerosol und
- b) der zeitnahen Überprüfung der Prozessstabilität beim Herstellen des Aerosols.

Beide Abschnitte sind für die Prüfung des Verfahrenskonzepts Sichter­mühle für eine Anwendung als Desagglomerator von entscheidender Bedeutung.

Im Abschnitt a) ist zu prüfen, inwiefern submikrone, hochgradig feststoffbeladene Aerosole mit einer Feststoffbeladung bis zu $10 \text{ g}_{\text{Feststoff}}/\text{m}^3_{\text{Gas}}$ erzeugt werden können. Dazu wird im kleintechnischen Maßstab anhand nanoskaliger, kohäsiver Modellsubstanzen (z.B. pyrogene Kieselsäuren wie Aerosil®200) das Dispergierverhalten auf Partikel-/Agglomeratgrößen $< 1 \mu\text{m}$ mit einer auf ein Strahlmahlverfahren basierenden Sichter­mühle untersucht und optimiert. Bezüglich des Abschnitts b) soll erforscht werden, inwiefern eine Stabilisierung und erweiterte Prozessregelung über granulometrische Eigenschaften des Produktaerosols zur Vorbeugung der gegenläufigen Reagglomeration notwendig ist. Zum letzten Punkt ist zu beachten, dass eine Überwachung der Dispersität in Abhängigkeit vom zeitlichen Verhalten bei einem bestimmten Sollwert der Hauptprozessparameter Mahlluftdruck (Luftdurchsatz) und Sichtraddrehzahl für die Produktion eines gleichmäßigen, stabilen Prozessaerosols von entscheidender Bedeutung ist.

Im Nachgang zu den diskutierten Untersuchungen sind für das untersuchte Verfahren mögliche Modellvorstellungen zum wirkenden Desagglomerationsmechanismus abgeleitet.

2 Stand des Wissens

2.1 Charakterisierung instabiler flockiger Agglomerate

Agglomerate aus Nanopartikeln hoher Porosität oder auch Nanopartikelflocken unterliegen je nach Morphologie und den auf die Agglomerate wirkenden Kräften (zusammenhaltend wirkende und beanspruchend wirkende mechanische Kräfte) größenverändernden Vorgängen.

Derartige Systeme morphologisch zu bewerten stellt eine wissenschaftliche Herausforderung dar.

Ein typisches Beispiel für besagte, in Aerosolströmungen als Nanopartikelflocken vorliegende Systeme, stellen pyrogene Kieselsäuren dar. Dieser Typ aus der Produktklasse ist die Modellsubstanz mit der Bezeichnung Aerosil® der Fa. Evonik.

2.1.1 Haftkräfte

Über die Dispergierung oder Agglomeration von Partikeln entscheiden die interpartikulären Wechselwirkungen. Im Einzelnen wirken zwischen Partikeln neben möglichen Sinterbrückenbindungskräften die Van-der-Waals-Kräfte, Kräfte aus Flüssigkeitsbrücken sowie die elektrostatischen Kräfte und Formschluss. Formschluss ist für die betrachtete Substanzklasse nicht von Bedeutung und wird auch nicht näher in die Zusammenhänge einbezogen.

Sinterbrückenbindung

Bei dieser Bindungsart zwischen Primärpartikeln einer Substanz handelt es sich um Festkörperbrücken. Eine Temperaturerhöhung im dispersen System bis zu ca. 2/3 der Schmelztemperatur des Feststoffes führt zum Feststofftransport an den Kontaktpunkten der Partikel und somit zur Ausbildung von Sinterbrücken. Die primäre Kraft der Bindung besteht dann durch ineinander diffundierende Moleküle des Materials [GEG1973]. Die Geschwindigkeit und Intensität des Stofftransportes (hauptsächlich Diffusion) steigt mit zunehmender Temperatur und mit zunehmender Kontaktfläche zwischen den Partikeln.

Bei der Temperaturerzeugung solcher Vorgänge spielen auch Reibung oder andere mechanische Wärme erzeugende Quellen bei entsprechend ablaufenden Prozessen eine Rolle.

Van-der-Waals-Kräfte

Die Van-der-Waals-Kräfte (VdW) existieren aufgrund der elektrischen Dipolmomente von Atomen und Molekülen. Man kann dabei zwischen Dipol-Dipol-, induzierten Dipol- und sogenannten London-VdW-Kräften unterscheiden, die wegen kurzzeitiger, zufälliger Ladungsverschiebungen in den Elektronenwolken von Atomen oder Molekülen auftreten [KRU1967].

Für die Adhäsionskraft zwischen zwei idealen, monodispersen Kugeln der Größe x kann die VdW-Kraft nach Formel 1 berechnet werden. Es ist zu erkennen, dass die Kraft F_{VdW} mit dem Abstand a quadratisch abnimmt. Damit ergibt sich ein nicht unerheblicher Rauigkeitseinfluss, da je nach Größe der Oberflächenrauigkeit im Vergleich zur Partikelgröße die VdW-Kraft unterschiedlich beeinflusst wird. Sie ist aber in jedem Fall kleiner als die für einen ideal glatten Modellkörper bestimmte [KRU1967].

$$F_{VdW} = \frac{k_L \cdot x}{32 \cdot \pi \cdot a^2}$$

Formel 1

In dieser Gleichung ist k_L die *Lifschitz-Van-der-Waals Konstante*. Diese ist stoffabhängig und beträgt z.B. für $\text{SiO}_2 - \text{SiO}_2$ $(8 - 10) \cdot 10^{-20}$ J. Der Abstand für die ideal glatten Modellkörper kann aufgrund der *Born'schen Abstoßung* nicht null werden, deshalb muss mit einem endlichen Abstand $a_{\min} = 0,4$ nm gerechnet werden [REN2001].

Adhäsion durch Flüssigkeitsbrücken

Abhängig vom Flüssigkeitsanteil an der Partikeloberfläche kann es zur Ausbildung von Flüssigkeitsbrücken kommen (*Sättigungsgrad* $S < 0,3$) [UHL2000]. Diese haben aufgrund der Wirkung des Kapillardruckes in den Brücken und der entstehenden Randkraft am Dreiphasenkontakt eine bindende Wirkung.

Für gleichgroße kugelförmige Partikel mit hydrophiler Oberfläche kann die Kraft aufgrund von Flüssigkeitsbrücken bei direktem Partikelkontakt nach dem Modell in Formel 2 abgeschätzt werden, wobei σ die *Oberflächenspannung* der Flüssigkeit und ψ den *Benetzungswinkel* bezeichnet [REN2001], [KRA2001].

$$F_y = -\pi \cdot x \cdot \sigma \cdot \cos\psi$$

Formel 2

Die Wirkung von Flüssigkeitsbrücken wird im vorliegenden Fall vernachlässigt, da es sich bei der verwendeten Prozessluft um aufbereitete sehr trockene Luft handelt (vgl. Kapitel 4.1) Weiterhin wird das Versuchsmaterial luftdicht gelagert und frisch zugegeben.

Elektrostatische Kräfte

Bei diesen interpartikulären Wechselwirkungen muss einmal zwischen anziehender und abstoßender Wirkung unterschieden werden. Bezüglich der Materialbeschaffenheit können die Materialien sowohl Isolatoren als auch Leiter sein. Für die verwendeten Modellschubstanzen spielen die Eigenschaften von Isolatoren eine Rolle.

Bei möglicher bipolarer oberflächlicher Aufladung, z.B. durch Reibung (triboelektrische Aufladung) an Behälter- oder Rohrleitungswänden oder auch Materialzerkleinerung, resultieren aus den entstehenden Ladungen unterschiedlichen Vorzeichens anziehende Kräfte. Die Oberflächenladungen werden dabei durch den Übertritt von Elektronen infolge unterschiedlicher Elektronenausstrittsarbeit bewirkt und können wegen der isolierenden Eigenschaften nicht zurückfließen.

Werden Partikel unipolar aufgeladen bzw. besitzen das gleiche Ladungsvorzeichen, so resultieren die gleichnamigen Ladungen in einer abstoßenden Kraft.

Zwischen zwei Ladungen der kugelsymmetrischen *Ladungsmengen* q_1 und q_2 , die in einem *Abstand* r voneinander entfernt sind, wirkt damit die *Coulombkraft* F_{el} (vgl. Formel 3).

$$F_{el} = \frac{1}{4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0} \cdot \frac{q_1 \cdot q_2}{r^2} = K_E \cdot \frac{q_1 \cdot q_2}{r^2}$$

Formel 3

Ersetzt man den Abstand r durch $r = [(x_1 + x_2)/2] + a$ und die Ladungsmenge durch $q_i = n \cdot e$, so kann man die elektrostatische Kraft zwischen zwei Partikeln, deren Oberfläche n Elementarladungen anhaften, bestimmen [REN2001].

$$F_{el} = \frac{4 \cdot K_E \cdot n_1 \cdot n_2 \cdot e^2}{(x_1 + x_2 + 2a)^2}$$

Formel 4

Je nach Ladungsvorzeichen der Partikel ergibt sich ein Zusammenhang der resultierenden abstoßenden oder anziehenden Kraft.

2.1.2 Festigkeit von Nanopartikelagglomeraten

Der Inhalt des vorstehenden Abschnitts bezieht sich primär auf die modellhaft beschriebenen Haftkräfte zwischen zwei idealen, kugelförmigen Partikeln. Um zu verstehen, mit welcher Kraft Agglomerate zusammengehalten werden, ist das modellhafte Betrachten der Wechselwirkungen in einem Agglomerat notwendig.

Ausgangspunkt der folgenden Betrachtungen ist das von Rumpf [RUM1970] abgeleitete Modell der inneren Zugfestigkeit von Agglomeraten:

$$\sigma_{z,Ag} = F_{H,PP} \cdot \frac{(1 - \varepsilon_{Ag}) \cdot k_{Ag}}{A_{O,PP}}$$

Formel 5

Mit der Haftkraft zwischen Primärpartikeln $F_{H,PP}$ nach Formel 6

$$F_{H,PP} = F_{VdW} = \frac{k_L \cdot x_{PP}}{32 \cdot \pi \cdot a^2}$$

Formel 6

bezogen auf die Oberfläche der Primärpartikel $A_{O,PP}$ nach Formel 7

$$A_{O,PP} = \pi \cdot x_{PP}^2$$

Formel 7

folgt die Zugfestigkeit infolge der wirkenden VdW-Kraft F_{VdW} zu

$$\sigma_{z,A} = \frac{k_L}{32 \cdot a^2} \cdot \frac{(1 - \varepsilon_A) \cdot k_A}{\pi^2 \cdot x_{PP}}$$

Formel 8

Neben den Parametern zur Haftkraft steht die *Agglomeratporosität* ε_{Ag} . Aussagen zur *Koordinationszahl* k_{Ag} sind schwierig. Näherungsweise wird in der Literatur der Zusammenhang $k_{Ag} = \pi / \varepsilon_{Ag}$ für gleichgroße Kugeln verwendet.

Dieser Ansatz in Formel 8 gilt unter der Voraussetzung, dass das Agglomerat wie eine Packung gleicher Kugeln betrachtet wird.

Für die hier verwendete Modells substanz Aerosil® ergeben sich unter der Voraussetzung, dass die Agglomerate aus Primärpartikeln aufgebaut sind, für die jeweilige mittlere Primärpartikelgröße und für verschiedene Agglomeratporositäten die in Abbildung 1 dargestellten Agglomeratfestigkeiten. Der Wert k_L für SiO_2 - SiO_2 wird mit 10^{-19} J angenommen.

Die Verläufe in Abbildung 1 zeigen, dass erwartungsgemäß mit steigender Agglomeratporosität die Festigkeit im Agglomerat sinkt. Dies resultiert aus der dabei sinkenden Anzahl an Kontaktstellen, da weniger Partikel am Agglomeratverbund beteiligt sind. Bei konstanter Porosität und wachsender Primärpartikelgröße sinkt die Anzahl der Kontaktstellen ebenfalls.

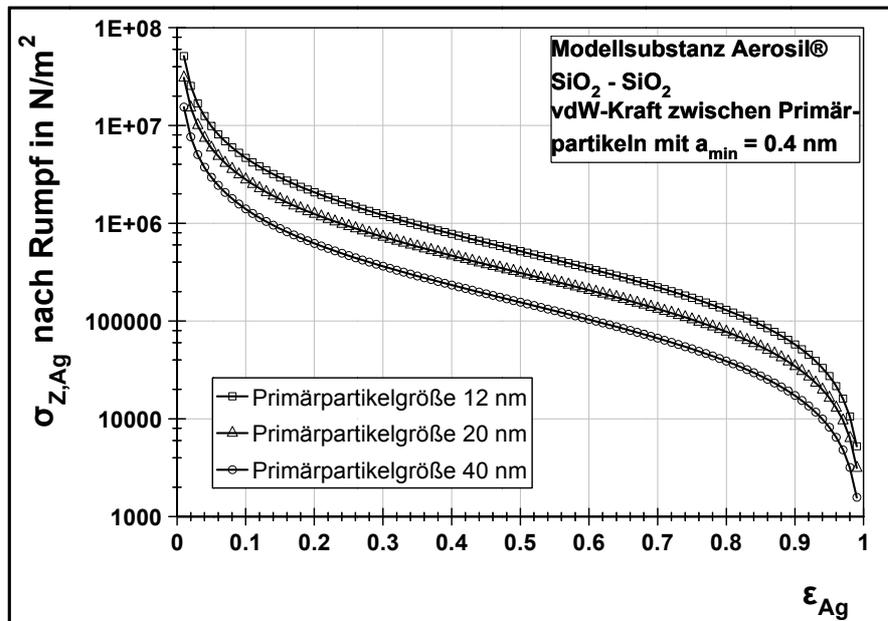


Abbildung 1: Agglomeratfestigkeit nach Rumpf mit der VdW-Kraft [RUM1970]

Die betrachtete Substanzklasse Nanopartikelflocken bildet allerdings Agglomerate aus, wie sie exemplarisch von Aerosil®200 in Abbildung 2 dargestellt sind. Die realen Gebilde aus Aerosil®-Partikeln sind wesentlich komplexer. Die Modellrechnung dient nur dem besseren Verständnis der einfachen Vorstellung für eine Zugfestigkeit im Agglomerat am Beispiel der verwendeten Modellsubstanzen (vgl. Kapitel 3) nach dem Modell von Rumpf.

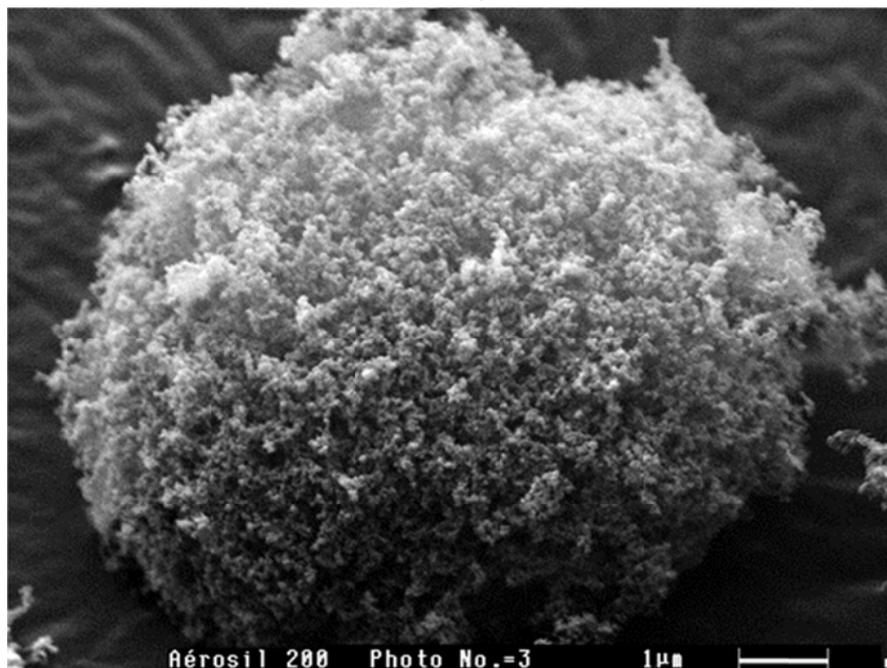


Abbildung 2: REM-Aufnahme eines Nanopartikelagglomerates hoher Porosität am Beispiel pyrogener Kieselsäure vom Typ Aerosil®200 der Fa. Evonik [ICA2010]

Eine weitere Betrachtungsweise zur Beschreibung von Agglomeratstrukturen bietet die fraktale Geometrie. Der Begriff Fraktal wurde 1975 vom französisch-US-amerikanischen Mathematiker Benoît B. Mandelbrot erschaffen [MAN1989]. Unter dem Begriff Fraktal, der aus dem lateinischen Wort „fractus“ für gebrochen abgeleitet ist, werden natürliche oder künstlich erzeugte Gebilde beschrieben, die keine ganzzahlige sondern eine gebrochene Dimension aufweisen.

Die Beschreibung von flockenartigen Agglomeraten aus Nanopartikeln mit Hilfe der Fraktal-Theorie stellt dabei eine Einschätzung für die Zusammenhänge komplexer, stark verzweigter Strukturen in derartigen Agglomeraten dar.

Dies liegt in der Inkonsistenz der einzuführenden fraktalen Dimension bei betrachteten komplexen Strukturen begründet (z.B. [SCH1990]).

Die Werte bei einer dreidimensionalen Betrachtung liegen dabei zwischen 1 und 3. Je näher der Wert für die Dimension für ein Gebilde an der oberen Grenze beim Wert 3 liegt, desto dichter sind die Partikel im Gebilde aneinander gepackt [MAN1989].

Wenn man nun eine Flocke visualisiert, kann unter Berücksichtigung einer Wahrscheinlichkeit für die Existenz von Feststoff im Agglomerat folgender Zusammenhang für die Anzahl an Primärpartikeln N_{PP} abgeleitet werden:

$$N_{PP} \sim \left(\frac{r_{Ag,Tr}}{r_{PP,Tr}} \right)^{D_{Fr}}$$

Formel 9

In Formel 9 steht $r_{Ag,Tr}$ für einen *Trägheitsradius des Agglomerats*. Das heißt, es handelt sich um die Entfernung vom Schwerpunkt des Agglomerats zu einem fiktiven Punkt. Der Radius $r_{PP,Tr}$ steht dementsprechend für den *Trägheitsradius der Primärpartikel*.

Die Herausforderung besteht im Bestimmen des Trägheitsradius. Kammler [KAM2004] gibt z.B. für Aerosil®200 Werte von 18,8 nm für die Primärpartikel und 1150 nm für die Aggregate an. Die fraktale Dimension D_{Fr} bestimmt er für Aerosil®200 mit dem Wert 2.

In der Literatur existieren viele Annahmen und experimentell ermittelte Werte für die fraktale Beschreibung verschiedenster Stoffsysteme. Bezüglich der experimentellen Bestimmung kann z.B. auf die Arbeiten von McMurry [MCM2009] verwiesen werden. Es handelt sich hierbei um eine DMA-APM-Messmethode zur Analyse der Größe, fraktalen Dimension und des dynamischen Formfaktors von Agglomeraten.

Stintz [STI2005] gibt in seiner Arbeit Auskunft über die Charakterisierung instabiler hochporöser Partikel. Mit seinen Ausführungen zur Bestimmung der Agglomeratdichte kann die Annahme zur Beschaffenheit für die Modellschubstanzen aus der Produktklasse bestätigt werden.

Allerdings wäre für eine präzise Berücksichtigung der Agglomeratstruktur auf das Dispergierverhalten eine zur online Messung der Partikel-/Agglomeratgrößen zusätzliche Charakterisierung der sich aus dem agglomeratzerkleinernden Prozess ergebenden Agglomerat- und Aggregatstrukturen notwendig. Ein Prototyp für ein derartiges neues und innovatives System, welches durch Kombination verschiedener Messmethoden eine Aussage zur Partikelmorphologie zulässt (UNPA), existiert im Rahmen eines Verbundprojektes der Fa. Evonik und BASF [STE2010] und wurde auch in jüngster Zeit schon von Shin et al. vorgestellt [SHI2009]. Das beschriebene System ist allerdings nur für Größenordnungen bis in den Bereich der Aggregate sinnvoll einsetzbar. Zur Online-Charakterisierung von komplexen Flocken, wie in Abbildung 2, ist die Methode laut Autoren ungeeignet. Momentan können deshalb anhand der erhaltenen Ergebnisse lediglich Vermutungen zur Kompaktheit der mit den Modellschubstanzen erzeugten submikronen Agglomerate als disperse Phase angestellt werden. Bezüglich des Online-Nachweises der Aggregatstrukturen ist ein derartiges System für eigene Untersuchungen auch bis zum momentanen Zeitpunkt nicht kommerziell verfügbar.

Fest steht, die fraktale Betrachtungsweise vermag es zum momentanen Zeitpunkt nicht, die Struktur von realen und sich im Prozess dynamisch verändernden Agglomeraten der Produktklasse Nanopartikelagglomerate (vgl. Abbildung 2) in Ihrer gesamten Komplexität zu erfassen.

Eine Einführung dieser Beschreibungsmethode in prozessbeschreibende Modelle würde zu undurchschaubaren und uneffektiv komplexen Modellgleichungen führen.

Das Resultat aus dem bisher existierenden Wissen um die Beschreibung von Nanopartikelagglomeraten ist also ein Rückgang auf die Festigkeit in Agglomeraten unter Berücksichtigung eines zweistufigen Aufbaus der Agglomerate. Die erste Stufe stellen die infolge von Sinterbrückenbindungen aus Primärpartikeln gebildeten Aggregate dar. Die zweite Stufe besteht in der Bildung der Aggregate zu Agglomeraten infolge der wirkenden VdW-Wechselwirkungen zwischen den Aggregaten. Die Lösung ist also eine zweistufige Festigkeitsbetrachtung unter Berücksichtigung von Agglomerationsplateaus.

Bezüglich der Haftkraft einer Sinterbrückenbindung zwischen Primärpartikeln ist mit bis zum 10^4 -fachen der Van-der-Waals-Kraft zu rechnen (Wert entnommen aus [LAN2009]). Mit Vorstehendem und der Voraussetzung, dass zwischen den Aggregaten im Agglomeratverbund primär Van-der-Waals-Kräfte wirken, überwiegt die Aggregatfestigkeit des Agglomerats bedingt durch die Haftkräfte zwischen den Aggregaten. Unter realistischen Bedingungen ist eine Primärpartikelanzahl von 10 bis 20 für einen Aggregatstrang realistisch, um z.B. mit einer Substanz wie Aerosil®200 eine Aggregatgröße zwischen 100 und 200 nm zu bekommen. Selbst wenn man von einer geringen Porosität des Agglomerats aus Aggregatästen von 1 % ausgeht, ergibt sich eine um bis zu drei Größenordnungen höhere Zugfestigkeit im Aggregat. Aus energetischer Sicht ist es deshalb sehr schwierig die vollständige Zerstörung der Aggregate durch Überwinden der Sinterbrückenbindung zu erreichen. Bezüglich eines Desagglomerationsprozesses sind zum Erreichen eines nächsten Desagglomerationsplateaus die im Vorstehenden besprochenen Stufen einzeln zu betrachten. Für das gewählte Beispiel Aerosil® wurde dazu die in Kapitel 5.1 aufgestellte Einteilung für ein plateauhaft voranschreitendes Zerstören der Agglomerate getroffen.

Es sei noch einmal darauf hingewiesen, dass die vorausgesetzten Randbedingungen stark vereinfacht sind. In Anbetracht des plateauhaft voranschreitenden Desagglomerationsprozesses (vgl. Kapitel 2.2) und der komplexen Modellsstoffklasse (vgl. Kapitel 3) ist diese Art der Charakterisierung zweckmäßig. Das Ziel ist das Erreichen eines Plateaus unterhalb von einem Mikrometer. Aus den Vorbetrachtungen resultiert, dass das Erreichen eines Desagglomerationsplateaus im Bereich der Aggregate durchaus möglich ist. Die Wahrscheinlichkeit, in Folge dessen die Sinterbrückenbindungen aufzubrechen, ist dahingehend eher gering. Die praktischen Versuche in Kapitel 5 geben Aufschluss darüber, inwieweit dies mit dem verwendeten Desagglomerationsaggregat möglich ist.

2.2 Trockene Desagglomeration

Das Desagglomerieren ist der erste Prozessschritt des Dispergierprozesses (Dispergieren vom lat. Dispersio = Zerteilung) [DIN1992], das heißt, ein Feinverteilen der dispersen (mindestens einer fein verteilten) in der kontinuierlichen Phase (Dispergiermittel), wobei Energie zugeführt wird. Man unterscheidet diese Phasen mittels Stoffeigenschaften, wie dem Aggregatzustand. Anhand der Dispersität werden drei Bereiche unterschieden, die in Abbildung 3 dargestellt sind.

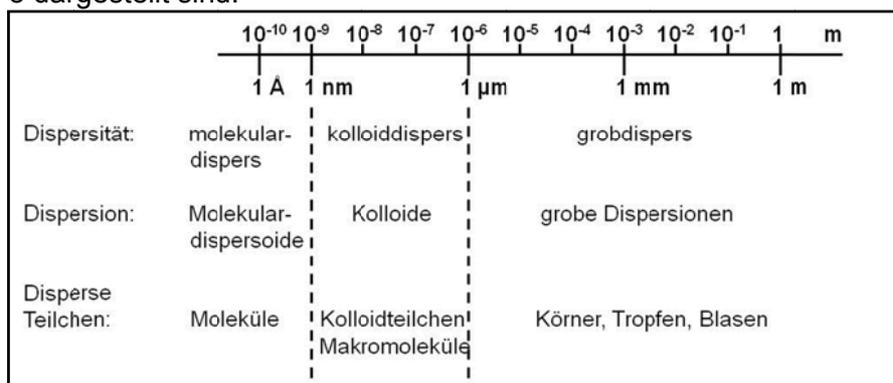


Abbildung 3: Einteilung disperser Systeme

Werden feste Partikel in einem Gas (häufig Luft) dispergiert, spricht man von einer trockenen Dispergierung. Hierbei beinhaltet das Dispergieren nach der Desagglomeration:

- das Verhindern der Reagglomeration
- und das Verteilen der Partikel im Gas (meist Luft).

Damit es beim Dispergieren partikulär vorliegender Stoffe zu einer Desagglomeration von Agglomeraten kommt, müssen die Haftkräfte zwischen den Partikeln überwunden und die so vereinzelt Partikel genügend weit voneinander entfernt werden, damit die Haftkräfte (vgl. Kapitel 2.1.1) nicht wieder zu einer Reagglomeration führen.

Die Desagglomeration entspricht dabei im Detail einer Zerkleinerung von Agglomeraten, welche mittels Beanspruchungsintensität und -häufigkeit beschrieben wird. Bereiche von Intensitäten, welche die Partikelgröße nur geringfügig verändern, nennt man „stabile Plateaus“ [HEF1999], [RAJ1990a], [KAY1997]. Ein erstes Plateau liegt vor, wenn die Beanspruchungsintensitäten die Haftkräfte innerhalb der Agglomerate nicht übertreffen. Steigert man die Beanspruchung, werden zunehmend Agglomerate bis auf die Größe der Aggregate aufgebrochen. Da Aggregate zumeist stärkere Bindemechanismen aufweisen (vgl. Kapitel 2.1.2), wird sich mit steigender Beanspruchungsintensität erneut ein Plateau einstellen. Erst mit dem Überwinden der Haftkräfte zwischen den Primärpartikeln und der damit einhergehenden Vereinzelung selbiger ist ein Zerkleinerungsfortschritt zu erwarten. Wird die Beanspruchung weiterhin erhöht, zerkleinert man die Primärpartikel. Zahradnicek [ZAH1976], [ZAH1977] verweist darauf, dass Beanspruchungsintensitäten, welche sich für eine vollständige Desagglomeration eines Partikel-Systems an den kleinsten Partikeln orientieren, oberhalb der Festigkeitsgrenze der größten Primärpartikel liegen können und so deren Zerkleinerung ermöglichen.

2.2.1 Mechanismen

Um Agglomerate zu zerstören, sind zerkleinernd wirkende physikalische Mechanismen notwendig.

Die Hauptaufgaben eines Dispergierers (Zerkleinern, Verteilen, Stabilisieren) sind innerhalb der Geräte in unterschiedlichen Zonen der Beanspruchung realisiert [NIE1999]. Die Beanspruchungsmechanismen beim Zerkleinern der Agglomerate sind dabei Beschleunigung, Schubspannungen, Rotation, Turbulenz und Stoßvorgänge. Modellvorstellungen zur Beanspruchung von Partikeln gehen von ideal kugelförmigen, starren Partikeln aus, welche elastisches Verformungsverhalten aufweisen. Da beim Dispergieren in der Praxis nicht-kugelförmige Agglomerate beansprucht werden, sind Modifikationen dieser Annahme notwendig. Entweder wird dabei das Agglomerat als Anhäufung vieler kleiner Primärpartikel beschrieben oder als Verbund zweier Kugeln.

Im Folgenden werden die in der Literatur bekannten Mechanismen alleinstehend oder als Kombinationen aus den drei Grundbeanspruchungen Zug, Druck und Schub zur Agglomeratzerkleinerung diskutiert.

In den 70er Jahren haben Sastry et al. [SAS1973] wesentliche Begriffe zur Agglomerat- und/oder Partikelzerkleinerung und den gegenteilig verlaufenden Vorgängen der Partikel-/Agglomeratbildung sowie in Kombination als Umverteilen eingeführt und Modellvorstellungen abgeleitet. So beschreiben sie z.B.

1. einen Abrieb von partikulärem Material von einem größeren Agglomerat
2. einen direkten Bruch von Partikeln oder Agglomeraten
3. einen Zerfall von partikulären Populationen
4. und kombiniertes Zerkleinern und Anlagern → also ein Umverteilen von partikulärem Material.

Der gegenläufige Effekt der Agglomeratbildung aus bereits dispergierten Partikeln, besser als Reagglomeration bezeichnet, ist in jedem Dispergierprozess möglich. Zu diesem die Effizienz eines Dispergierers am stärksten verringern den Vorgang sind, je nach Prozessbedingungen und Spezifikation, entsprechende Einflüsse zu berücksichtigen. Das Reagglomerieren resultiert u.a. daraus, dass während des Dispergierens Partikel oftmals elektrostatisch aufgeladen werden. Die dadurch wirksame Anziehung ist störend und muss möglichst reduziert werden. Zahradnicek [ZAH1976], [ZAH1977] verweist auf Untersuchungen, die beim Durchströmen eines ½“ dicken, 2 m langen Rohres eine Stabilisierung der Partikel-/Agglomeratgrößen zwischen 40 und 50 µm aufweisen. Dabei ist von einer Primärpartikelgröße bei Quarz von 3,4 µm und bei Kalkstein von 5 µm auszugehen. Zur Reduktion der elektrostatischen Aufladung schlägt Zahradnicek [ZAH1976] vor, die Oberflächenleitfähigkeit der Partikel vor der Dispergierung z.B. mittels Adsorptionsschichten von leitfähigen Zusatzstoffen oder auch Wasserdampf zu erhöhen. Diesbezüglich wäre aber auch das gezielte Aufbringen von Ladungen möglich. Ersteres führt dazu, dass entstehende Überschussladungen noch beim Kontakt schnell abfließen können, letzteres zu einer Stabilisierung des erzeugten Aerosols.

Am sinnvollsten für die Stabilisierung wäre eine unipolare Aufladung direkt im Bereich der Beanspruchungszone eines Dispergiergerätes. Dazu sind allerdings einige Randbedingungen, wie eine maximale Feststoffbeladung, zu beachten [UNG2004]. Die Beeinflussung der Oberflächenleitfähigkeit ist aufgrund der möglicherweise erhöhten Haftkräfte allerdings auch problematisch. Zahradnicek [ZAH1976] verweist ebenso darauf, dass eine wirksame Entladung eines Aerosols im Bereich praxisrelevanter Feststoffbeladungen des Gasstromes nur sehr schwer umzusetzen ist. Das Interesse der Arbeit liegt speziell auf dem Desagglomerationsprozess. Ob eine solche Stabilisierung oder den Reagglomerationsprozess behindernde Maßnahme bei der Substanzklasse notwendig ist, zeigen die Untersuchungsergebnisse in Kapitel 5.6.

Als wichtigste Mechanismen zur Agglomeraterstörung führt Leschonski Strömungskräfte durch Scherströmungen (z.B. im Ringspalt) sowie Partikel-Partikel- und Partikel-Wand-Stöße an. Dies entspricht nach der Einteilung von Rumpf den Beanspruchungsarten II und III, welche Prallbeanspruchung an einer Festkörperfläche und mechanische Energieeinleitung durch das umgebende Medium bedeuten [RUM1965].

Strömungskräfte

Bei Strömungskräften resultiert die mögliche Belastung aus der Art der Strömung. Dabei unterscheidet man eine geradlinig und eine schierend wirkende Strömung [RAJ1990b].

Im Folgenden sind die bisher vorstellbaren Beanspruchungskräfte in Strömungen mit den in der Literatur bekannten Modellvorstellungen zusammengestellt.

Die in einer **geradlinigen Anströmung** wirkende Widerstandskraft F_W (vgl. Formel 10), welche Partikel in laminaren Strömungen erfahren, ist proportional der Partikelgröße. In turbulenten Strömungen hingegen ist die Widerstandskraft umgekehrt proportional zur Partikelmasse (x^{-3}). Diese berücksichtigt allerdings keine desagglomerierende Wirkung der Strömung, da nur eine Kugel betrachtet wird. Weiterhin berücksichtigt diese Betrachtungsweise keine Beschleunigung und Fluid sowie Agglomerat gelten als inkompressibel.

$$\bar{F}_W = \frac{\pi}{8} \cdot x_A^2 \cdot \rho_{G,N} \cdot c_W(Re_{x_A}) \cdot \bar{v}_{rel}^2$$

Formel 10

Aus den Überlegungen von Kousaka et al. erhält man diesbezüglich die sog. Dispersionskraft F_D [KOU1993]. Hier wird ein einfaches Zwei-Kugel-Modell vorausgesetzt, wobei sich die beiden beteiligten Partikel von der Größe her unterscheiden müssen, d.h. $x_1 < x_2$. Somit ergibt sich für beide Partikel eine Kräftebilanz aus Widerstands-, Trägheits- und neu eingeführter Dispersionskraft, welche dann zum Modellansatz in Formel 11 führt.

$$F_D = \frac{\frac{\pi}{8} \cdot \rho_{G,N} \cdot x_1^2 \cdot \bar{v}_{rel}^2 \cdot \left(c_W(Re_{x_1}) - c_W(Re_{x_2}) \cdot \frac{x_1}{x_2} \right)}{\frac{x_1^3}{x_2^3} + 1}$$

Formel 11

Um eine Modellbetrachtung für gleichgroße Agglomeratpartner zu ermöglichen, wurde von [NIE1999] ein neues Dispersionskraftmodell für die geradlinige Anströmung hergeleitet. Es handelt sich dabei um eine winkelabhängige Dispersionskraft, die einen weiteren Parameter, den Winkel α der Partikel zueinander, enthält. Niedballa [NIE1999] erklärt aus der Modellierung der Beanspruchungen und Haftkraft eines Modellagglomerates aus zwei Partikeln, dass bei geringer Beanspruchung von einem 10 μm Partikel nur Partikel gleicher Größe abgetrennt werden können. Selbst bei hohen Beanspruchungsintensitäten ist die Haftung von Partikeln $< 0,5 \mu\text{m}$ noch stärker als die Beanspruchung. So reicht bei engen Fraktionen eine geringe Beanspruchung aus, um die vollständige Dispergierung zu erreichen.

Bei breiten Fraktionen ist die Dispergierung bei geringer Beanspruchung schlecht und verbessert sich erst mit zunehmend wirksamer Beanspruchungsintensität.

Die technische Relevanz derartiger Betrachtungsweisen durch eine geradlinige Anströmung ist gering, weshalb auf eine ausführliche Beschreibung der verschiedenen möglichen Fälle verzichtet wird. Nähere Ausführungen und Diskussionen sind in [NIE1999] und [LAN2009] zu finden.

Technisch relevant ist die Beanspruchung infolge einer sich im Prozess ergebenden **Scherströmung**, z.B. im Ringspalt von Ejektoren. Für die bekannten Modellvorstellungen existieren allerdings auch hier sehr starke Einschränkungen [RUM1962]. Dies betrifft v.a. Punkte wie

- inkompressible Strömung,
- konstante Viskosität,
- Vernachlässigen von Massenkräften gegenüber den Oberflächenkräften.

Diese Randbedingungen begrenzen den Einsatzbereich auf langsame und zähe Strömungen. Für eine Einschätzung der Wirkung von Scherströmungen kann z.B. der Ansatz in Formel 12 verwendet werden.

$$\tau = 2,5 \cdot c \cdot \eta$$

Formel 12

Hier gilt der Einfluss durch wirkende Schubspannungen τ in langsamer zäher Strömung (Stokes-Bereich, kleine Re-Zahlen bei Viskosität η) für eine ideal linear-elastische Kugel. Der Schergradient c kann in Wandnähe (Rohrströmung) bei Wirbeln und turbulenter Strömung Werte bis 10^7 s^{-1} annehmen. Auffällig ist die Unabhängigkeit von der Partikelgröße. Diesbezüglich findet sich in [RAA1962] ein Modellansatz für Kreiszyylinder der Größe x , reibungsfreier Strömung (Gas mit Normdichte $\rho_{G,N}$) und große Re-Zahlen (vgl. Formel 13).

$$\tau = 0,125 \cdot c^2 \cdot \rho_{G,N} \cdot x^2$$

Formel 13

Infolge des wirkenden Schergradienten können Agglomerate um Ihren Mittelpunkt rotieren. Ein Beschreibungsansatz zur **Rotation** kann hierbei in verschiedenen Forschungsarbeiten in der Literatur in Form einer wirkenden Zentrifugalkraft beschrieben werden [ZAH1976], [NAG1976], [EIC1993], [RUM1962]. Diese ist dabei abhängig von der Poisson-Zahl oder dem Kehrwert der Querkontraktionszahl für Agglomerate (0,3), der Feststoffdichte, der Agglomeratgröße und dem Schergradienten.

Nach diesem Ansatz unter vereinfachten Bedingungen und Berücksichtigung der wirkenden Zugfestigkeit im Agglomerat ergeben sich für die Desagglomeration von Agglomeraten um $1 \mu\text{m}$ Schergradienten von ca. 10^7 s^{-1} [LAN2009]. Unter Berücksichtigung turbulenter Verhältnisse ergeben sich allerdings weitaus höhere Schergradienten.

Aus der Erweiterung des Ansatzes durch Niedballa [NIE1999] für ungleiche Anordnungen folgt, dass je kleiner der Größenunterschied zwischen den beteiligten Partikeln, desto besser die Desagglomerationswirkung infolge von Rotation in einer Scherströmung.

Aus der **Turbulenz** resultieren prozentscheidende Transport-, Zerkleinerungs- und Stoßvorgänge für die Dispergierung [NIE1999].

Zu unterscheiden sind die Turbulenz von Rohrströmungen, der turbulente Wandstrahl und der Freistrah [LAN2009] als mögliche Erscheinungsformen. Für die Berechnung der wirkenden Turbulenzintensität aus der Überlagerung von Wirbeln für die ansatzweise Beschreibung derartiger instationärer, statistischer 3D-Strömungen existieren in der Literatur vom Wirkungsbereich abhängige Modelle. Einen Überblick über wesentliche Zusammenhänge und resultierende Turbulenzintensitäten geben die Arbeiten von Niedballa [NID1999] und in neuerer Zeit von Langer [LAN2009].

Im Zusammenhang mit dem Erreichen von Plateaus im submikronen Bereich muss aus der Arbeit von Nagel und Kürten [NAG1976] festgehalten werden, dass das Dispergieren mittels eines turbulenten Scherfeldes für Partikel im Bereich um 1 µm technisch schwer zu realisierende Energiedichten um 10^5 kW/m^3 erfordert. Ohne zusätzliche Präparation können Agglomerate im Größenbereich um 1 µm im Luftstrom nicht oder nur sehr begrenzt auf ihre Primärpartikelgröße aufgebrochen werden. Kousaka et al. [KOU1993] wiesen theoretisch und experimentell nach, dass Polystyrol-Latex-Partikel (PSL) bereits bei 2 µm nur schwer durch Strömungskräfte zu dispergieren sind. In Gasströmen dispergierte, agglomerierte Partikel unterliegen einer Vielzahl von Beanspruchungen durch Strömungskräfte. Diese resultieren aus Geschwindigkeitsgradienten, Verwirbelungen, starker Beschleunigung, Abbremsung, Partikelstößen, Prallbeanspruchung an Prallelementen und Beanspruchung zwischen Mahlkörpern [POL1991], [DUN1998]. Trockendispergiereinheiten nutzen die daraus resultierenden Kräfte zum Aufbrechen der Agglomerate. Zahradnicek [ZAH1976], [ZAH1977] stellt dazu fest, dass zur gleichen Dispergierwirkung bei Partikeln von 4 µm und 2 µm eine sechsfach höhere Strahlgeschwindigkeit bei den kleineren Partikeln aufgebracht werden muss.

Desagglomeration infolge Partikel-Wand- und Partikel-Partikel-Stoß

Der Einsatz einer Prallplatte ermöglichte bei den Untersuchungen von Zahradnicek [ZAH1976], [ZAH1977] über die Wirkung der reinen Strömungskräfte hinaus die Dispergierung über einen winkelabhängigen Stoß zu sehr intensiven Beanspruchungen. In einem Winkelbereich von 30° bis maximal 75° sind Partikelgrößen bis 2 µm nachweisbar. Zahradnicek [ZAH1976] konnte eine Materialkonstante bestimmen, welche als Produkt aus Strömungsgeschwindigkeit (unter Einsatz einer Prallplatte) und Partikelgröße (Streulichtmessung) den gleichen Agglomerationszustand ergab (z.B. Kalkstein: $450 \text{ µm} \cdot \text{m/s}$; Quarz $325 \text{ µm} \cdot \text{m/s}$).

Experimentelle Studien aus Japan [MAS1996], [YAM1987] zeigten, dass mechanische Dispergiergeräte dahingehend einen Vorteil haben, wenn bei ihnen Leistungseintrag und Luftstrom unabhängig voneinander eingestellt sowie die Konzentration dispergierter Partikel kontrolliert werden kann. Weiterhin ergaben diese Studien, dass die Dispersität der Partikel im Wesentlichen von Ausgangspartikelgröße (Agglomeratgröße) und Morphologie abhängt. Die theoretische Begründung dieser Resultate ergab ein Dispersionsmodell, welches die Wirkung dispergierender Kräfte vor allem auf eine beschleunigte Fluidbewegung zurückführt. Ein guter Dispergierer müsste demnach vor allem auf die effektive Beschleunigung der Partikel ausgerichtet sein.

Darüber hinaus müssen für eine ausreichende Desagglomeration infolge einer Beanspruchung möglichst viele Stöße zwischen den Agglomeraten, den Agglomeraten auf eine Wand sowie genügend hohe Partikelkonzentrationen und eine turbulente Strömung für einen entsprechenden Impulsaustausch in der Beanspruchungszone vorliegen [NIE1999].

2.2.2 Geräte

Das Trennen miteinander agglomerierter Partikel stellt eine besondere Herausforderung an die Möglichkeiten der Technik. In diesem Zuge wurden zahlreiche Lösungen konzipiert und teilweise in kommerziellen und nicht-kommerziellen Applikationen umgesetzt. Die Umsetzung der existierenden Konzepte zu anwendbaren Geräten geht dabei auf die bekannten Beanspruchungsmechanismen und Kombinationen daraus zurück (vgl. Kapitel 2.2.1). Auf Grund der Vielfalt wird im Folgenden auf eine Auswahl an technisch interessanten Systemen für die einzelnen möglichen Beanspruchungsmechanismen eingegangen.

Agglomeratzerkleinerung durch Strömungskräfte

Strömungsdispergierer

Bei Strömungsdispergierern werden die Agglomerate beim Durchströmen einer engen Ringspaltdüse oder eines gebogenen Rohres sowie durch das Anströmen einer Feststoffprobe mittels Hochgeschwindigkeitsstrahlen dispergiert [ZAH1976].

Die notwendigen Drücke zum Erzeugen der hohen Strömungsgeschwindigkeiten liegen in der Größenordnung von 1 MPa.

Beispielsweise wird im Düsendispersierer der Feststoff beim Durchgang einer Ringspaltdüse infolge des wirkenden Schergradienten beansprucht und beschleunigt. Eine Erhöhung der Luftgeschwindigkeit bewirkt hier eine Verbesserung der Dispergierung [NIE1999], [PYA2001].

Bei Anwendung des Durchströmens eines gebogenen Rohres führt die Partikelkollision mit der Rohrwand zum Verschleiß selbiger.

Schönert [SCH1996] beschreibt, dass Agglomerate aus Partikeln unterhalb von 10 µm Größe beim Durchgang des Aerosols durch eine Schlitzdüse mit 200 m/s Strömungsgeschwindigkeit vollständig dispergiert werden.

Bei der Trost-Strahlmühle wird das Pulver aus einem Vorratsbehälter mittels Luftstrahl dispergiert [KAY1997]. In einer sich anschließenden runden Kammer wird das Material auf eine Kreisbahn gezwungen und so mittels Zentrifugalkräften auf dem Weg zum mittigen Austrag klassiert. Zurückbleibendes Grobgut rezirkuliert und wird erneut mittels Luftstrahl beansprucht.

Kaye [KAY1997] beschreibt weiterhin das „Horiba powder feed system“, welches ein Pulver aus einem Trichter fallend in einen Gasstrom dispergiert. Das entstehende Aerosol wird einerseits durch einen zweiten Gasstrom, welcher Schallgeschwindigkeit hat, mit hohen Schergradienten und Rotationskräften beansprucht, andererseits wird in einer zweiten Zone die Luft mittels Druckabfalls in den verbleibenden Agglomeraten expandiert und die Partikelensembles aufgelöst.

Kousaka [KOU1993] hält fest, dass ein erhöhter Druck und eine hohe Fluidichte im Ejektor eine Dispergierung unter 1 µm ermöglichen. Er merkt aber auch weiter an, dass allein trockene Agglomerate auf diese Weise noch nicht dispergiert werden, da Flüssigkeitsbrücken Haftkräfte bewirken, deren Größenordnung über der von VdW-Kräften liegt. Eine gute Dispergierung wurde ebenfalls durch das Beschichten von 100 µm großen Glaskugeln mit den im Aerosol zu dispergierenden Partikeln erreicht. Die Beschleunigung und der Größenunterschied der Partikel tragen dabei zur Zerstörung der Agglomerate bei.

Aerodisperser

Als Spezialfall ist der Aerodisperser ein für trockene, pharmazeutische Produkte vorgestelltes System, bei dem das Pulver in einem pulsierenden Gasstrom durch dessen Aufprall auf ein ruhendes Haufwerk in einen kontinuierlichen Transportgasstrom dispergiert wird [NIE1999], [KAY1997], [BOH1996]. Die Mechanismen für einen Dispergiereffekt sind:

- Kollision der Partikel,
- Fluidisierung infolge Aufprall des Gasstromes auf das Haufwerk,
- Desagglomeration sowie Spülung der Oberfläche kleiner Partikel.

Das Aerosol strömt im Transportgasstrom über einen verstellbaren Ringspalt und wird dabei in Ergänzung zu den genannten Mechanismen mit den sich im Ringspalt einstellenden hohen Geschwindigkeitsgradienten beansprucht. Durch den aufprallenden pulsierenden Gasstrom wird die Verteilung der Partikel im Fluid und die Dosierung erreicht.

Mittels Flugzeitmessung wurden Partikelgrößenverteilungen zwischen 0,3 bis 10 µm ermittelt, wobei sich eine starke Abhängigkeit des Dispergierens vom Druckabfall im Ringspalt (7,35 kPa) zeigte. Es wurde ermittelt, dass unter Verwendung superkritischer Fluide geringere Scherkräfte nötig sind, um die Primärpartikelverteilung und deutlich besser freifließende Pulver zu erzeugen.

Wirbelschicht

Zur Herstellung eines Aerosols ist auch die Anwendung von Wirbelschichten bekannt.

Bei einer Fluidisierung im Wirbelbett werden die Agglomerate durch gegenseitige Stöße beansprucht [KAY1997], [ZAH1976]. Die Zugabe gröberer Fraktionen (z.B. 100 bis 400 µm Metallkugeln) und die Vordosierung in eine getrennte Dosiereinheit unterstützen diesen Vorgang.

Diese z.B. aus groben 100 µm Partikeln bestehenden Schichten werden mit dem zu dispergierenden Material beaufschlagt und zerkleinern diese durch Partikelstoß infolge ihrer Bewegung im Wirbelbett.

Nach Angaben von Zahradnec [ZAH1976] erreicht man mit dieser Methode bei einem Medianwert der Partikelgrößenverteilung $> 4,5 \mu\text{m}$ Plateaus bis in den Bereich der Primärpartikel.

Im nachgeschalteten Zyklon wird das dispergierte Feingut, welches vom Gasstrom aus der Wirbelschicht ausgetragen wird, klassiert.

Mechanische Agglomeratzerkleinerung

Auf mechanischen Kräften basierende Dispergiersysteme haben beispielsweise den Bürstendosierer oder eine Stiftmühle zur Grundlage. Bei beiden erfolgt die Dispergierung des Feststoffs aus der kinetischen Energie ihrer rotierenden Teile. Die Luft wird nur in begrenztem Maße für den Transport und die Beherrschung des Re-Agglomerationsprozesses notwendig. Sind Energieeintrag und Verdünnung derart voneinander entkoppelt, werden maximale Partikelkonzentrationen einstellbar.

Bürstendispergierer

Beim Bürstendispergierer (vgl. Abbildung 4) erfolgt die Förderung des zu dispergierenden Feststoffs mittels einer zylindrischen, rotierenden Bürste [ZAH1976], [RUD1991], [LES1995], [NIE1999]. Es können drei Zonen der Dispergierung unterschieden werden. Zuerst kommen die Partikel in der Bürstenkammer mit der Luft in Kontakt. Die Spitzen der Borsten erfassen dabei die agglomerierten Partikel, führen sie entlang der Wandung bis zu einem Abstreifer und schleudern sie danach in einen Ausgangskanal. Der Einsatz von Abstreifern führt dabei zur Abnutzung der Borsten. Die Zerkleinerung der Agglomerate wird weniger durch die Zentrifugalbewegung der Bürste als den Schlag beim Passieren des Abstreifers bewirkt. Weil die Geschwindigkeitsdifferenz zwischen Partikeln und der Luft in der Bürstenkammer hoch ist und durch die Geometrie der Bürstenkammer eine Scherströmung angenommen werden kann, wird vorausgesetzt, dass der entscheidende Schritt der Dispergierung dort stattfindet. Nur der äußerste Bereich der Borsten (ca. 30 µm bei maximalen 7 kg/h) wird zum Partikeltransport herangezogen.

Eine Alternative zur Partikelzufuhr mittels Kolbenvorschub wird mit einem flexiblen, vertikalen Schlauch als Vorlagebehälter angegeben. Dessen Wände können durch regelmäßige Stöße bewegt werden und so eine Brückenbildung kohäsiven Materials im Inneren verhindern [KAY1997]. Das Pulver fällt somit der Schwerkraft folgend auf den Bürstendispergierer.

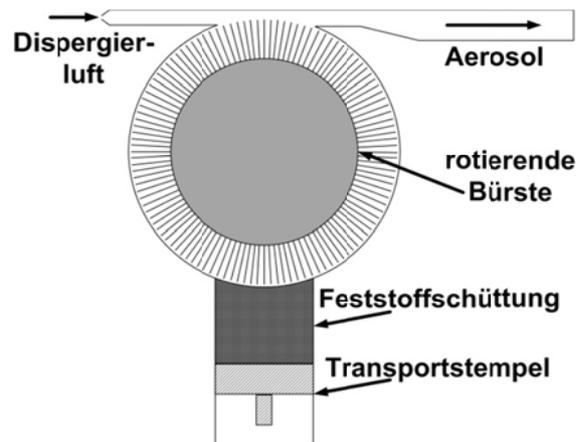


Abbildung 4: Prinzipskizze Bürstendispergierer

Auf diese Weise erzeugt der Bürstendispergierer eine Vordispergierung. Eine weitergehende Dispergierung des Feststoffs kann mittels Verdünnung und Partikelbeschleunigung in Injektoren oder Stiftmühlen erreicht werden. Beispielsweise schließen sich im Bürstendispergierer RGB 1000 (Fa. Palas GmbH) Rohrströmung sowie Freistrahlan an, in denen Partikel beschleunigt werden, Turbulenz unterliegen sowie miteinander oder mit der Wand durch Stöße beansprucht werden [NIE1999].

Als Vorläufer des Bürstendispergierers kann man den von [ZAH1976] beschriebenen modifizierten Kolbendosierer sehen.

Dabei rotiert ein Schaber über dem vom Kolben zugeführten Feststoff und trennt bei jedem Umlauf eine in ihrer Dicke vom Kolbenvorschub abhängige Feststoffsicht ab ($n = 120 \text{ min}^{-1}$). Eine Desagglomeration der Agglomerate erreichte dieses Gerät nicht. Der beschriebene Kolbendosierer wiederum ähnelt dem „Wright dust feeder“ [KAY1997], welcher die gleiche Anordnung Schaber-Kolben mit zusätzlicher Düse-Prallplatte hat. Problematisch dabei ist, dass große Agglomerate zur Verstopfung der Düse führen. Beim „Wright dust feeder“ rotiert der scheibenförmige Schaber um eine Achse parallel zur Symmetrieachse des Kolbens.

Stiftmühlendispergierer

Beim Stiftmühlendispergierer [LES1995], [BLU1996], [KAY1997] rotieren zwei Rotoren mit konzentrischen Stiften gegenläufig ineinander ($u > 100 \text{ m/s}$). Die Aufgabe erfolgt zentral, wobei die Partikel (Agglomerate) mit der Luft radial nach außen transportiert werden. Durch eine erste Beanspruchung bei den Stiften und später mittels Scherkräften zwischen engen Spalten werden die Partikel dispergiert. Zu beachten ist, dass die Scherkräfte, also die Stoßkräfte zwischen den Partikeln, wesentlich kleiner sind als die Stoßkräfte an den Stiften [HUS1979]. Vor allem der Aufprall der Partikel an der Vorderseite der Stifte führt zum Zerkleinern. Dem entgegen kommt es in Zonen geringer Strömungsgeschwindigkeit (z.B. Rückseite der Stifte und Wandungen) zu Ablagerungen.

Durch Energiedissipation aufgrund plastischer Verformung kann die Effektivität der Zerkleinerung verschlechtert werden, da so nur eine unzureichende Energiemenge zur Überwindung der Haftkräfte zur Verfügung steht.

Die mittels Stiftmühlendispergierer erreichte Zerkleinerungswirkung ist vergleichbar der in Injektoren bei gleichzeitig deutlich geringerem Luft- und Energieverbrauch.

Turbomolekulare Pumpe nach Blum

Zur Erforschung von kosmischem Staub entwickelte Blum [BLU1996] einen Dispergierer, welcher mittels Hochgeschwindigkeitskollisionen zwischen einem Rotor-Stator-System einer modifizierten turbomolekularen Pumpe Agglomerate zerstört.

Mischerdispergierer

Der Mischerdispergierer von Masuda [MAS1996] besteht aus einem schaufelradförmigen Flügelrad, welches am Boden eines zylindrischen Behälters rotiert. Dabei wird über die Rad-Drehzahl ein Unterdruck im Behälter erzeugt, welcher Ausgangsmaterial und Trägergas durch ein coaxial über dem Flügelrad sitzendes Rohr ansaugt. Der Feststoff wird dem System über einen Scheibendosierer zugeführt. Nach der Dispergierung tritt das Aerosol tangential am oberen Behälterende aus.

Gotoh [GOT1994a, b] beschreibt, dass in einer vorangegangenen Untersuchung dieser Dispergierertyp im Vergleich zum Wirbelschichtdispergierer und engem Rohr (narrow tube disperser) am besten geeignet ist, um die Partikelkonzentration im Aerosol zu kontrollieren. Dies resultiert beim „Mischer“ aus den unabhängig voneinander einstellbaren Parametern Leistungseintrag und Strömungsgeschwindigkeit.

Ultraschalldispergierer

Beim Ultraschalldispergierer wird Luft in eine Kammer gepumpt. Am Boden des Behälters befindet sich ein Ultraschallgenerator, der das dort befindliche Material durch Druckwellen beansprucht, stufenweise kontinuierlich dispergiert und durch den berücksichtigten Auslassstutzen aus dem Prozessraum transportiert (z.B. in [LAN2009]).

Kombi-Dispergiersystem

In einigen Dispergierern wird neben den Strömungskräften eine Dispergierung mittels mechanischer Kräfte realisiert [LES1995].

Pralldispergierer Düse-Prallplatte

Dies ist ein Dispergierverfahren, welches mittels Düse das beschleunigte Aerosol zur intensiveren Dispergierung auf eine um einen bestimmten Winkel geneigte Platte schießt. Die Aerosolpartikel unterliegen somit einer kombinierten Beanspruchung aus Scherkräften (Partikel-Partikel-Stoß) und Stoßkräften infolge der Prallwirkung auf die Platte.

Bei den Untersuchungen von Zahradnicek [ZAH1976] wurden Kalkstein- und Quarzpartikel beschleunigt und auf eine in verschiedenen Anstellwinkeln zum Strahl einstellbare Prallplatte gelenkt. Die Variation im Anstellwinkel beeinflusst die Beanspruchungsintensität.

Dabei trug eine senkrechte Platte eher zur Trägheitsabscheidung der Agglomerate bei, als diese aufzubrechen. Im Winkelbereich 30-70° konnte kein Einfluss des Anstellwinkels nachgewiesen werden. Zahradnicek [ZAH1976] vermutet, dass sich in diesem Bereich der Zuwachs an Beanspruchungsintensität und der Impulsverlust der Partikel beim Prall aufheben. Anstellwinkel < 30° reduzieren mit der resultierenden Beanspruchungsintensität den Dispergiereffekt. Er zeigt weiterhin, dass das Material der Prallplatte keinen Einfluss auf das Dispergieren hat. Allerdings werden für die Anwendung in der Partikelgrößenanalyse weiche Materialien empfohlen, um die Zerkleinerung von Primärpartikeln zu vermeiden. Harte Werkstoffe wiesen ein besseres Verschleißverhalten auf. Steigende Strahlgeschwindigkeiten und der Einsatz einer um 30° geneigten Prallplatte steigerten die Dispergierwirkung deutlich. Diesbezüglich konnten z.B. Quarzfraktionen zwischen 0,5 bis 5 µm Größe bei 200 m/s und Kalksteinfraktionen zwischen 0,6 bis 6 µm Partikelgröße bei 150 m/s jeweils mit Prallplatte vollständig desagglomeriert werden.

Eine allein auf Strömungskräften beruhende Dispergierung reichte mit fallender Partikelgröße nicht aus, um die Agglomerate auf Partikelgrößen kleiner 5 µm zu zerstören. Wiederum brachte die Kombination der Prallplatte bei größeren Primärpartikeln neben den daraus gebildeten Agglomeraten eine zerkleinernde Wirkung der Primärpartikel. Nur im Partikelgrößenbereich kleiner 4 µm führte eine Steigerung der Strömungsgeschwindigkeit bei gleichzeitiger Verwendung der Prallplatte zu einer besseren Dispergierung der Partikel. Die Partikelgrößenverteilungen hatten bereits ein Heffelsches-Plateau erreicht. Zahradnicek [ZAH1976] zeigt außerdem bei Quarz oberhalb der Partikelkonzentration 10^5 Partikel/cm³ eine Verschlechterung der Dispergierung infolge stattfindender Reagglomerationsvorgänge.

RODOS

Beim Dispergiersystem RODOS der Fa. Sympatec fällt der Feststoff auf eine Nut eines rotierenden Drehtellers. Ein Abstreifer mit einer Verdichtung gewährleistet eine definierte Materialdosierung in der Nut, die von der zum Zerkleinern/Verteilen bestimmten Bürste aufgenommen wird. Im sich anschließenden Ejektor wird mit der Wirkung des sich ausbildenden Schergradienten im Ringspalt und einer Prallflächenkaskade die Desagglomeration verstärkt. Die Wirkung der Prallflächen ist vom Anstellwinkel zur Strömung abhängig. Der optimale Anstellwinkel dieses Systems liegt nach Leschonski [LES1995] bei 60° und nicht, wie von Zahradnicek [ZAH1976] angegeben, bei 30°.

Es ist dokumentiert, dass mit diesem System Partikel auf Größen kleiner 1 µm dispergiert werden können.

Integrierte oder externe Dispergierer für Sichter

Niedballa [NIE1999] gibt eine Übersicht der den Sichtern vorgeschalteten oder in ihnen integrierten Dispergiereinheiten.

Das Stiftmühlen-Dispergier-Prinzip findet z.B. im FKS-Sichter (Eigenbau des *Forschungsinstituts für Aufbereitung* der Akademie der Wissenschaften der DDR in Freiberg) [HUS1989] Anwendung. Dispergierung wird durch Prallbeanspruchung der Agglomerate an Stiften hervorgerufen. Zu beachten ist, dass feststehende und bewegte Stifte die gleiche Dispergierwirkung beim Durchströmen des Aerosols an den Parallelementen haben.

Der Turbo-Sichter der Fa. Nisshin beispielsweise hat eine zweistufige Dispergiereinheit, in der eine Zerstäuberdüse den Feststoff erst dispergiert und so als Aerosol in den Sichter fördert. Dort erfolgt durch Beanspruchung in einem engen Spalt mittels Zerstreufügeln und Zerstreuscheibe eine weitere Zerkleinerung der Feststoffagglomerate. Es wurden Partikelgrößenverteilungen mit $x < 2$ µm erzielt.

Durch enge Spalten in Rotor-Stator-Anordnungen (höherer Widerstand) wird in den Sichtern selbst eine Dispergierung des Aufgabematerials erreicht [BLU1996].

Strahlmühlen

Gegenüber allen bisher bekannten und im Vorstehenden diskutierten Methoden zur trockenen Dispergierung sehr feiner und kohäsiver Schüttgüter ist die Frage zu klären, inwieweit komplexe Agglomeratstrukturen mit niedrigem Feststoffanteil mit Strahlmühlen bis in den submikronen Bereich aufgebrochen werden können.

In der Literatur sind bisher keine Erfahrungen für einen Einsatz von Strahlmühlen als Desagglomerator zur Erzeugung submikroner Aerosole zu finden.

Mit diesen Zerkleinerungswerkzeugen kann (vgl. auch Abbildung 37) rein theoretisch ausreichend Leistung für eine erfolgreiche Desagglomeration von Materialien aus der Produktklasse Nanopartikelflocken umgesetzt werden.

Es lassen sich vier Bauformen unterscheiden:

- Spiralstrahl-
- Fließbett-Gegenstrahl-
- Gegenstrahl- und
- Ovalrohr-Strahlmühlen [KAI1980].

In der Industrie werden hauptsächlich die ersten beiden Typen eingesetzt. Für die Untersuchung der desagglomerierenden Wirkung von Strahlmühlen wird die Fließbettgegenstrahlmühle verwendet und im folgenden Kapitel näher charakterisiert.

2.3 Charakterisierung der Fließbettgegenstrahlmühle

Aufbau und Funktionsweise

Bei der verwendeten Fließbettgegenstrahlmühle handelt es sich um einen einfachen, geschlossenen Mühle-Sichter-Kreislauf.

Für die klassische Anwendung als Fließbettgegenstrahlmühle vom Typ AFG100 der Fa. Alpine (vgl. Abbildung 5), also einer Primärpartikelzerkleinerung und Klassierung, wird das Aufgabematerial über Dosierschnecke, Ejektor oder Injektor in den Prozessraum dosiert und in den Bereich der Beanspruchungszone bzw. zum Brennpunkt transportiert [NIE1982].

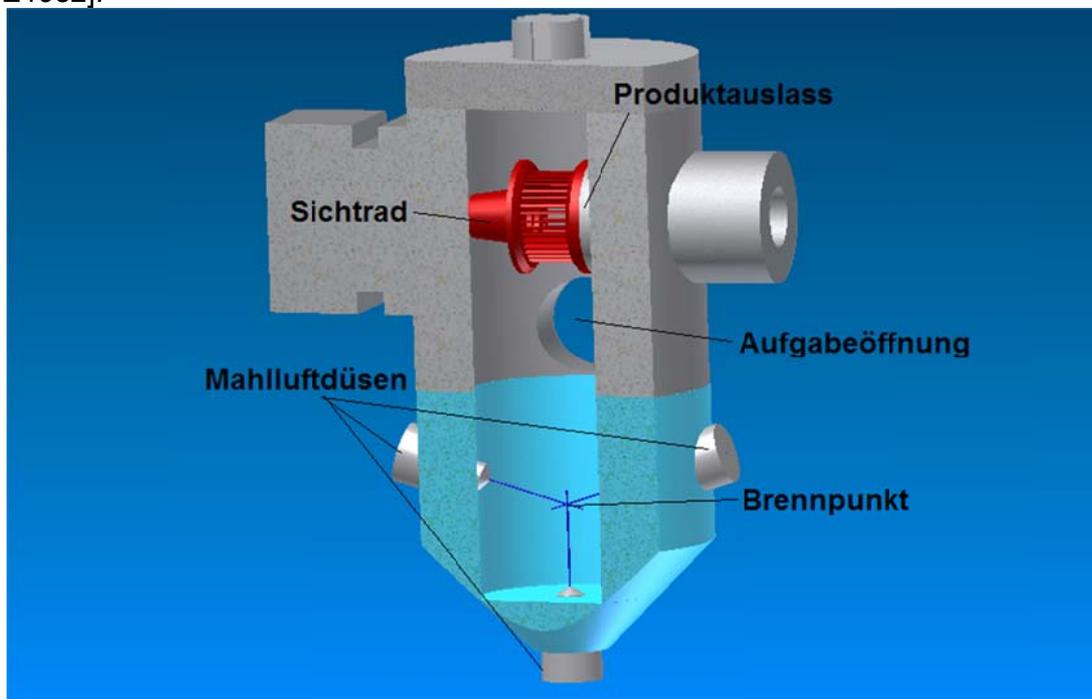


Abbildung 5: Modell Fließbettgegenstrahlmühle 100 AFG

Wesentlich für das Prinzip der Strahlmahlung ist der Einsaugeffekt („entrainment“ siehe [NAT2007]) der Materialpartikel in die aufeinander gerichteten Freistrahlen.

Dieser ergibt sich aus dem Geschwindigkeitsgradienten zwischen ruhendem und schnell bewegtem Fluid der expandierenden Gasstrahlen, so dass die Fluidteilchen aus der Umgebung angesaugt werden. Die Partikel werden daraufhin beschleunigt.

Bei genügender Trägheit der Primärpartikel kommt es zur Prallbeanspruchung im Brennpunkt (vgl. Abbildung 5) durch Partikel-Partikel-Stöße [HÖF1985], [MUS1970], [GIE1973]. Das Schüttgut unterliegt weiterhin infolge der expandierenden Gasstrahlen Scherbeanspruchungen in der Beanspruchungszone.

Strahlmühlen sind so konstruiert, dass der über die Mahlgasdüsen eingebrachte Gasstrom zur direkten Klassierung des Austragsgutes in einem integrierten Klassiersystem genutzt wird. Das beanspruchte Material wird dazu in einer aufwärtsgerichteten Fontänenströmung zur Klassierzone, einem schnell rotierenden Sichtradboden (Gegenstromklassierung), transportiert [KAI1980]. Über den Prozessluftvolumenstrom (Schleppkraft) in Konkurrenz mit der Sichtradbodenumfangsgeschwindigkeit (Fliehkraft) ergeben sich dabei der Trennschnitt und die eigentliche Produktfeinheit. Das Grobgut wird abgewiesen und an der Innenwand des Mahlraums zurück in die Beanspruchungszone befördert. Das Feingut wird durch den Feingutauslass aus der Sichtertradmühle transportiert und über die Gas-Feststofftrenneinheit (Zyklon → Filter) von der kontinuierlichen Phase getrennt.

Maßgebliche Prozessparameter

Die klassische Zerkleinerung von Primärpartikeln in Strahlmühlen wird im Wesentlichen von der Strahlgeschwindigkeit und der Klassiereffekt vom Gasdurchsatz sowie der Sichtradbodenrotation beeinflusst [HÖF1985], [PAH1993]. Die maximale *Strahlgeschwindigkeit* $v_{Dü,max}$, das heißt die *Austrittsgeschwindigkeit an der Düse*, hängt von Düsenform, Temperatur und Verhältnis aus Kammer- und Vordruck (p_K/p_0) ab und ist somit maßgeblich für die Partikelendgeschwindigkeit.

$$v_{Dü,max} = \sqrt{2 \cdot \frac{\kappa}{\kappa - 1} \cdot R_s \cdot T_0 \cdot \left[1 - \left(\frac{p_K}{p_0} \right)^{\frac{\kappa - 1}{\kappa}} \right]}$$

Formel 14

Der *Gasdurchsatz* hängt zusätzlich noch von Vordruck sowie Anzahl und Durchmesser der Düsen ab.

Der maximale Massedurchsatz an Prozessgas \dot{m}_{max} durch eine Düse am engsten Querschnitt, im Folgenden als kritischer Punkt bezeichnet, ergibt sich aus:

$$\dot{m}_{max} = A_{Dü} \cdot \rho_{krit} \cdot v_{Dü,max}$$

Formel 15

Mit der Normdichte ρ_n folgt für den maximalen Normvolumenstrom:

$$\dot{V}_{N,max} = \left(\frac{2 \cdot C_v}{C_v + C_p} \right)^{C_v/R} \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot C_p}{C_v + C_p}} \cdot A_{Dü} \cdot \frac{p_0}{\rho_n} \sqrt{\frac{M}{R \cdot T_0}}$$

Formel 16

und näherungsweise für N Düsen (bei Normzustand: 20°C, 1 bar):

$$\dot{V}_{N,max} = 198 \cdot N \cdot \frac{A_{Dü}}{m^2} \cdot \frac{p_0}{bar} \cdot \frac{m^3}{s}$$

Formel 17

Die Düsenformen unterscheiden sich nach der Lage ihres engsten Querschnitts. Bei Lavaldüsen befindet er sich im Inneren und bei Zylinderdüsen an der Gasaustrittsöffnung. Somit kommt es innerhalb von Lavaldüsen zur Expansion und Beschleunigung des Gasstrahls.

Wird in ihnen ein von der Düsenkontur abhängiger Grenzwert für p_K/p_0 nicht unterschritten, wird die Strömung nach der Kehle auf Überschallgeschwindigkeit (bis Mach-Zahlen von 2,5) beschleunigt. Bleibt man bei der Verwendung von Zylinderdüsen unter einem Druckverhältnis p_K/p_0 von 0,528 (für Luft), sind auch in diesem Fall Expansion und Überschallgeschwindigkeiten des Gasstrahls nach dem Düsenaustritt (im Freistrah) möglich. Der Vordruck sollte also nicht kleiner als 2 bar sein.

Nach Pahl [PAH1993] arbeitet man bei 90 % aller Produkte der chemischen Industrie in Strahlmühlen mit einem Vordruck $p_0 = 5$ bar. Nimmt man einen Gegendruck $p_K = 1,5$ bar ($p_K/p_0 = 0,3$) und eine Ausgangstemperatur von 293 K an, so ergeben sich für die beiden Düsenvarianten folgende Strahlgeschwindigkeiten:

- Lavaldüse: $v_{Dü,max} = 414$ m/s
- Zylinderdüse: $v_{Dü,max} = 408$ m/s.

Auf Grund des sehr geringen Geschwindigkeitsunterschiedes (6 m/s) ist die aufwendige Fabrikation einer Lavaldüse nicht erforderlich. Bei Vordrücken ab 8 bar ist demgegenüber die Lavaldüse die effektivere Variante. Sie findet wegen der höheren Strahlgeschwindigkeiten v.a. bei harten Materialien Verwendung.

Für Luft ($\kappa = 1,4$; $R_s = 287$ J/kg*K; $p_K = 1$ bar) als Zerkleinerungsgas werden über Düsenvordruck p_0 in Abhängigkeit von der Gastemperatur nach Formel 14 Strahlgeschwindigkeiten von 300 bis 500 m/s erreicht [NIE2002], [PAH1993]. Die Anwendung der Zusammenhänge setzt voraus, dass die zu beanspruchenden Partikel in den Strahlenkern gelangen und am Ende des Beschleunigungsvorganges Material- gleich Gasgeschwindigkeit ist. Dabei ist die Strahl- bzw. Prallgeschwindigkeit für eine Beanspruchung eine Funktion der Strahlbeladung und nimmt exponentiell mit steigender Beladung ab. Unter der Voraussetzung, nur die kinetische Energie des beschleunigten Feststoffs nutzen zu können, lässt sich ein maximaler Zerkleinerungswirkungsgrad bei einer Beladung von 1kg Feststoff pro 1kg Gas erreichen [NIE2002].

Von Benz, Herold und Ulfik [BEN1996] wurde der Einfluss der Betriebsparameter auf die Leistung der Fließbettgegenstrahlmühle 100 AFG näher untersucht. Dabei wurden Materialien mit unterschiedlicher Mahlbarkeit auf die Zerkleinerung sowie Desagglomeration getestet. Die Experimente zeigen, dass sich die „spin-number“ (v_{SR}/u), welche das Verhältnis von Umfangsgeschwindigkeit v_{SR} und radialer Gasgeschwindigkeit u der Klassiervorrichtung darstellt, am einflussreichsten auf die Leistung der Fließbettgegenstrahlmühle auswirkt. Das heißt, die Veränderung der Geschwindigkeit des Sichtrades hat einen bedeutend größeren Einfluss auf die Feinheit des Produktes als die Veränderung des Vordruckes. Diese Untersuchung zeigt nicht nur, dass der für die Gasbeschleunigung verantwortliche Druckunterschied wenig Einfluss auf das Dispergierergebnis hat. Es ist auch eine wichtige Erkenntnis für die wirtschaftliche Verwendung einer Fließbettgegenstrahlmühle. Die Betriebskosten werden hauptsächlich durch das Erzeugen hoher Drücke geprägt.

Tasirin und Geldart haben in ihrer Arbeit [TAS1999] den Einfluss der Gasstrahlengeschwindigkeit, der Entfernung zwischen den Düsen und der Geometrie des Aufbaus untersucht. Ein Ergebnis ihrer experimentellen Untersuchungen ist, dass die Zerkleinerungsrate der Mühle proportional zur Geschwindigkeit der Partikel beziehungsweise der Gasstrahlen ist. Obwohl alle Forscher auf diesem Gebiet der Meinung sind, dass die Zerkleinerungsrate mit der Geschwindigkeit anwächst, gibt es keine einheitliche Aussage über die Form der Beziehung der Parameter zueinander. Einige Entwickler sind in ihren Recherchen zu der Schlussfolgerung gekommen, dass die Beziehung der Partikelzerkleinerungsrate R_a (in kg/s) zur Geschwindigkeit der partikelbeladenen Gasstrahlen v mittels einer Potenzfunktion darzustellen ist.

$$R_a \propto v^b$$

Formel 18

Der Wert des Exponenten b kann dabei zwischen 1 und 5 liegen, je nach Material und Systembesonderheiten.

Ein weiteres Ergebnis der Untersuchungen von Tasirin und Geldart [TAS1999] zeigt, dass die Anordnung der Düsen einen Einfluss auf den spezifischen Energieverbrauch hat.

Die Entfernung der Düsen muss deshalb so gewählt werden, dass die Beschleunigung der Partikel gerade ausreicht, um zur Zerkleinerung mit der gewünschten Feinheit zu führen.

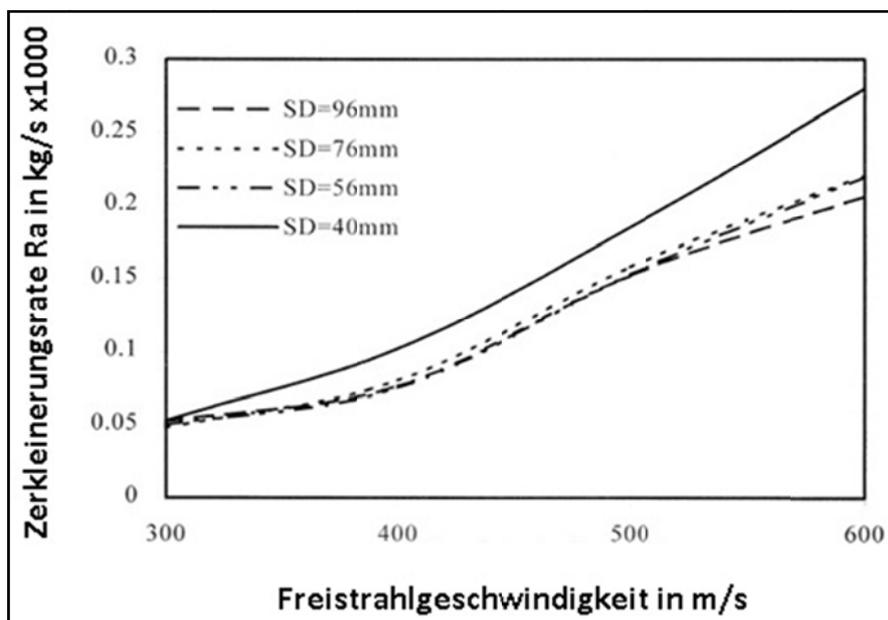


Abbildung 6: Zerkleinerungsgrad in Abhängigkeit von der Strahlgeschwindigkeit für unterschiedliche Düsenentfernungen (SD) [TAS1999]

Abbildung 6 stellt die Zerkleinerung in Abhängigkeit von der Gasstrahlgeschwindigkeit für verschiedene Düsenabstände SD dar. Es ist ersichtlich, dass mit abnehmendem Düsenabstand die Zerkleinerungsrate ansteigt. Dabei ist zu beachten, dass mit zunehmender Entfernung mehr interpartikuläre Zusammenstöße der Partikel im Freistrah auf ihrem Weg zum Brennpunkt stattfinden, aber diese nur zum Abplatzen der Partikelecken führen. Kürzere Entfernungen hingegen erzielen ein besseres Zerkleinerungsergebnis.

2.3.1 Merkmale der Beanspruchungszone

a. Komponenten des Mahlvorgangs

Die Theorie des Zerkleinerns in einer Fließbettgegenstrahlmühle spricht bis heute von einer Prallmahlung, welche sich gedanklich in zwei Vorgänge zerlegen lässt, die Teilchenbeschleunigung und den Teilchenprall [RUM1959].

Die *Teilchenbeschleunigung* im Gleichdruckstrahl wird als Freistrah durch Impulsaustausch ausgebildet, der auf seinem Weg infolge des Einsaugeffekts („Entrainment“) Teilchen aus dem ihn umgebenden Raum aufnimmt und beschleunigen soll.

In der Fließbettgegenstrahlmühle werden die Gutteilchen bei genügender Trägheit der Partikel durch Partikel-Partikel-Stöße (*Teilchenprall*) beansprucht. Ähnlich wie bei der kinetischen Gastheorie lässt sich für die Bewegung von Gutteilchen in Prallmühlen eine mittlere freie Weglänge definieren [LES1970]. Als Größe für eine Abschätzung erzielbarer Feinheiten kann das Verhältnis von mittlerer freier Weglänge λ zum Bremsweg s der Teilchen herangezogen werden.

Die mittlere freie Weglänge λ bzw. der Teilchenbremsweg s in Abhängigkeit vom mittleren Teilchendurchmesser x wird in Abbildung 7 gezeigt. Hier ergibt sich für $s > \lambda$ der schraffiert eingezeichnete Bereich.

Da die Teilchengeschwindigkeit in einem Gleichdruckstrahl von der Beladung δ abhängt, d.h. je höher die Beladung, desto niedriger die Geschwindigkeit und umgekehrt, ist die gestrichelt eingezeichnete Linie zwischen den Punkten $\delta = 1 \text{ kg/m}^3$, $v_{s,0} = 300 \text{ m/s}$ und $\delta = 2 \text{ kg/m}^3$, $v_{s,0} = 100 \text{ m/s}$ als die Grenze des Erreichbaren anzusehen.

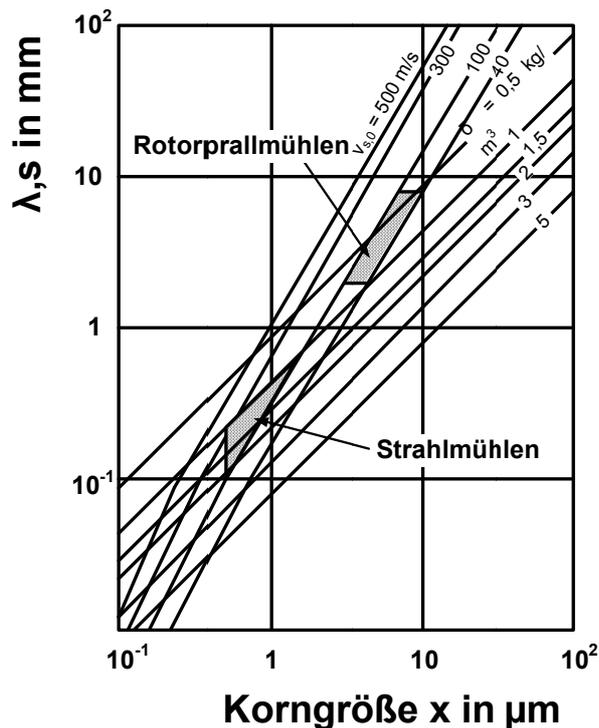


Abbildung 7: Mittlere freie Weglänge und Bremsweg in Abhängigkeit vom Teilchendurchmesser nach Rumpf [RUM1959] aus [NIE2002]

b. Düsenströmung

Ein wichtiger Bestandteil zur Charakterisierung einer Fließbettgegenstrahlmühle sind die im Prozess vorherrschenden Strömungsverhältnisse. Dazu muss geklärt werden, ob die Strömung laminar oder turbulent ist. Bei der Betrachtung der Düsenströmung geschieht dies über die Berechnung der Austrittsgeschwindigkeit (vgl. Formel 14).

Mit der nun bekannten Strahlgeschwindigkeit lässt sich die Reynolds-Zahl (Trägheitskraft zu Reibungskraft) nach Formel 19 berechnen [OER2006].

$$Re = \frac{d_0 \cdot v_{Dü,max}}{\vartheta_F}$$

Formel 19

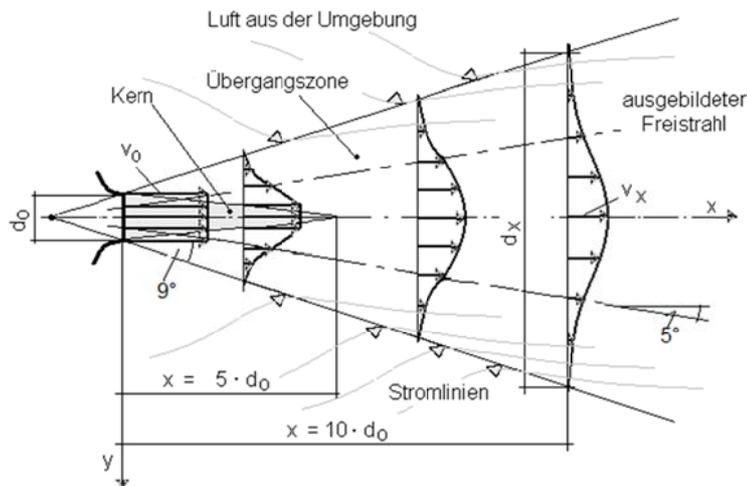


Abbildung 8: Prinzipskizze Turbulenter Freistrah

Ein Freistrahler wird als voll turbulent angenommen, wenn gilt: $Re \geq 15000$ [NAT2007]. Die für diesen Fall berechnete Reynolds-Zahl ist $Re = 34000$, somit liegt ein voll turbulenter Freistrahler vor. Dieser kann in drei Bereiche unterteilt werden, wie in Abbildung 8 schematisch dargestellt.

Ein wichtiger Abschnitt des Freistrahlers ist der Bereich unmittelbar nach dem Austritt aus einer Zylinderdüse. Das Geschwindigkeitsprofil ist dort durch eine nahezu konstante Geschwindigkeit gekennzeichnet. In der Zone zwischen dem Strahl und dem ursprünglich ruhenden Fluid im Mahlraum stellt sich ein sehr hoher Geschwindigkeitsgradient ein [GAU1970]. Deshalb wird diese Zone als Scherbereich bezeichnet. Unter dieser freien Scherströmung versteht man allgemein Strömungen, die eine Hauptströmungsrichtung aufweisen und bei denen der Impulsaustausch vorwiegend senkrecht zu dieser erfolgt. In der Scherschicht des Strahlrandes wird durch die molekulare und turbulente Viskosität das Fluid aus der Umgebung des Strahles in Richtung der Strahlgeschwindigkeit beschleunigt. Dieses Einsaugen von Luft und gegebenenfalls von Teilchen wird, wie schon angedeutet, „*entrainment*“ genannt [NIE2002]. Dadurch steigt der Gesamtvolumenstrom entlang der Strömungsrichtung im Strahl an. Die Energie zur Beschleunigung des ursprünglich ruhenden Fluids der Umgebung wird der Strömung im Kernbereich entzogen (vgl. Abbildung 8).

Der Kernbereich ist charakterisiert durch den allmählich enger werdenden Kern, in dem das Geschwindigkeitsprofil konstant bleibt. Dabei entspricht die maximale Geschwindigkeit der Strahlgeschwindigkeit in der Düsenöffnung [NAT2007]. Die Länge dieses Bereichs beträgt das Fünffache des Düsendurchmessers d_0 .

In der Übergangzone wandelt sich das Geschwindigkeitsprofil langsam in die Form um, die im Ähnlichkeitsbereich herrscht. Dieser Bereich befindet sich etwa $10 \cdot d_0$ nach der Düse [NAT2007]. Die radiale Geschwindigkeitsverteilung im Ähnlichkeitsbereich wird als *ähnlich* bezeichnet, weil sie in allen Querschnittsebenen senkrecht zur Hauptströmungsrichtung durch die gleiche Funktion beschrieben werden kann [NAT2007]. In diesem Bereich wird der Freistrahler als voll ausgebildet betrachtet.

Da das Aufgabegut bei Freistrahler meist nur mit geringer Geschwindigkeit dem mit Schall- oder Überschallgeschwindigkeit aus Düsen austretenden Gas zugegeben wird, muss bei der Dimensionierung der Düsen berücksichtigt werden, dass die Beschleunigung des radial zugeführten Feststoffes in der Randzone des Strahles wesentlich geringer ist als im Strahlenkern. Hinzu kommt, dass die axiale Strömungsgeschwindigkeit bei Freistrahler mit wachsender Strahlenlänge durch turbulente Strahlenvermischung und Impulsaustausch mit der Umgebung schnell abgebaut wird und somit für die Gutbeschleunigung verloren geht.

Dort, wo die Feststoffteilchen infolge geringer Aufgabegeschwindigkeit und ungünstiger Ausbildung des Freistrahles nur in die Randzone gelangen, kann die kinetische Energie der Gasströmung nur zu einem geringen Teil für die Teilchenbeschleunigung und somit für die Zerkleinerung ausgenutzt werden [HÖF1985].

2.3.2 Klassierzone

Im Anschluss an die Beanspruchungszone wird das beanspruchte Material in einer aufwärtsgerichteten Fontänenströmung (Modellvorstellung) zum oberen Bereich des Mahlraums rotierenden Abweiserad transportiert (vgl. Abbildung 5). Zu den am Abweiserad ablaufenden Prozessen (speziell Klassiereffekt) wurden in der Vergangenheit zahlreiche experimentelle und theoretische Forschungen durchgeführt. Mit den teilweise komplexen Betrachtungen und Modellgleichungen wurde versucht, den Prozess detaillierter zu analysieren. Eine vollständige theoretische Erfassung der Zusammenhänge ist selbst bei den umfassendsten Modellgleichungen nicht gelungen. Vereinfacht ist der Klassiereffekt folgendermaßen zu verstehen. Es handelt sich bei der Klassierung am Abweiserad um eine Gegenstromklassierung am Einzelpartikel. Die sich infolge des rotierenden Sichtrades ergebende Fliehkraft radial in den Prozessraum wirkt dabei entgegen der radial durch den Sichtradkorb aus dem Prozessraum hinaus wirkenden Schleppkraft des Transportfluids [RUM1967].

Diese einfache Betrachtungsweise lässt zum Beispiel auch die Formulierung vereinfachter Zusammenhänge zu, mit denen man in der Lage ist, einen Trennschnitt für den Klassierprozess zu berechnen (vgl. Kapitel 6.1).

Um zum Beispiel eine Charakteristik anhand der Trennfunktion vorauszuberechnen, muss auf komplexe Ansätze, wie im Folgenden angedeutet, zurückgegriffen werden.

Prozesscharakteristik mit Differentialgleichungen

Für die komplexe Modellierung von Klassierprozessen gibt es zwei verschiedene Betrachtungsweisen.

Ein erster Weg ist die Betrachtung der Partikelbewegung als stochastischen Prozess. Dieser beschreibt die Verteilungsdichteänderung von Zufallsvariablen. Es ist die Wahrscheinlichkeit für die Lage eines Partikels zu einem Zeitpunkt in der Zukunft bestimmbar, unter der Voraussetzung, dass die Startposition zu einem beliebigen Startzeitpunkt bekannt ist. Voraussetzung hierfür ist, dass ein Prozess ohne Nachwirkungen vorliegt, das heißt, dass diese Positionswahrscheinlichkeit des Partikels nicht von der Position vor dem gewählten Startzeitpunkt abhängt. Derartige Prozesse werden als Markov-Prozesse bezeichnet und mittels der 2. Kolmogoroff'schen Differentialgleichung, wie in Formel 20 dargestellt, beschrieben [GNE1962].

$$\frac{\partial f}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial y} [a(\tau, y)f] + \frac{1}{2} \frac{\partial^2}{\partial y^2} [b(\tau, y)f] \quad \text{wobei } f=f(t, z; \tau, y)$$

Formel 20

Dabei steht f für die Verteilungsdichte der immer verteilten und mehrdimensionalen Zufallsvariablen. Physikalisch gleicht diese einer spezifischen Konzentration.

Die stochastischen Koeffizienten a und b geben in physikalischer Bedeutung ein quantitatives Maß für die mittlere Geschwindigkeit a und mittlere kinetische Energie des untersuchten Systems b an. Der erste Term auf der rechten Seite in Formel 20 beschreibt den Transport der Partikel durch Konvektion und der Zweite den durch Diffusion. Konvektion und Diffusion bewirken die lokale zeitliche Änderung der spezifischen Partikelkonzentration im betrachteten Volumenelement.

Die allgemeine Prozessgleichung der Verfahrenstechnik (vgl. Formel 21, Transportbilanz) hat als zweite Möglichkeit die gleiche inhaltliche Aussage wie Formel 20 (z.B. zusammenfassend beschrieben in [SCH1977]):

$-\frac{\partial \Gamma}{\partial t} =$	$div(\Gamma \vec{v})$	$-div(\delta grad \Gamma)$	$+ \omega \beta \Delta \Gamma$	$-G$
lokale Änderung	Konvektion	Diffusion	Übergang	Quelle

Formel 21

Diese beruht auf der das Erhaltungsprinzip ausdrückenden Kontinuitätsgleichung, welche auf die Summen der Stromdichten von Konvektions- und Diffusionsstrom (Leitungsstrom), einen Ausdruck für den Übergangstrom sowie einer Quelle oder Senke angewendet wird.

Für eine modellhafte Beschreibung in der mechanischen Verfahrenstechnik ist die Formulierung von Gleichungen (vgl. Formel 21) für die Komponentenströme von Bedeutung. Damit ergibt sich eine (im Gegenteil zu Formel 21) aus physikalischen Zusammenhängen abgeleitete Beziehung unter Vernachlässigung des Übergangsgliedes, wie in Formel 22 dargestellt.

$$-\frac{\partial c_i}{\partial t} = div(c_i \vec{v}_i) - div(D_i grad c_i) - G_i$$

Formel 22

Die Konzentration c_i entspricht dabei der Partikelkonzentration im betrachteten Volumenelement.

Die lokale zeitliche Änderung dieser Konzentration ergibt sich dabei auch aus Konvektion und Diffusion in Summe. Weiterhin kann diese aber auch noch von einem Quellterm abhängen. Der Quellterm ist z.B. bei Zerkleinerungsprozessen von besonderer Bedeutung, was die Anwendung von Formel 21 favorisiert.

Bei dieser ist im Gegensatz zur eindimensionalen in Formel 22 eine dreidimensionale Betrachtungsweise möglich. Für Klassier- oder allg. Trennmodelle steht dazu die eindimensionale Betrachtung im Vordergrund.

Beide aufgezeigten Möglichkeiten mit Differentialgleichungen bilden die Grundlage verschiedener Modellansätze zur modellhaften Beschreibung der Gegenstromklassierung in der Literatur. Im Folgenden werden, nach kurzer Erläuterung zur Charakterisierung einer Trennung, einige wesentliche Modelle der Gegenstromklassierung aufgezeigt.

Charakterisierung einer Trennung anhand der Trennfunktion

Bei Trennprozessen fest/fest liegt im Allgemeinen ein Aufgabegut vor, in dem die einzelnen Körner zwischen einem unteren Kornmerkmalwert ξ_u und einem oberen Wert ξ_o auf sämtliche Merkmalwerte ξ verteilt sind. Für die betrachtete Gegenstromklassierung ist das Trennmerkmal auf die Partikelgröße x festgelegt. Die Korndichte als Merkmal wäre dann z. B. bei der Dichtesortierung zu nennen.

Das verfahrenstechnische Ziel einer solchen Trennung ist es, alle Partikel der Größe x kleiner der Trennkorngröße x_T in das Feingut F und alle mit $x > x_T$ im Grobgut G auszutragen.

Die Trenncharakteristik ergibt sich dabei aus der Trennfunktion wie in Formel 23 aufgezeigt.

$$T(x) = R_{mG} \cdot \frac{q_{3,G}(x)}{q_{3,A}(x)}$$

Formel 23

Der Zusammenhang in Formel 23 geht auf folgende Bilanz in Formel 24 zurück.

$$\dot{m}_A \cdot q_{3,A}(x) = \dot{m}_G \cdot q_{3,G}(x) + \dot{m}_F \cdot q_{3,F}(x)$$

Formel 24

Daraus folgt für jede Klasse i der Zusammenhang in Formel 25.

$$1 = R_{mG} \cdot \frac{\mu_{3,G,i}}{\mu_{3,A,i}} + R_{mF} \cdot \frac{\mu_{3,F,i}}{\mu_{3,A,i}}$$

Formel 25

R_{mG} steht in der Beziehung für die Masseausbringung vom Grobgut G und R_{mF} vom Feingut F.

Damit folgt für eine Partikelgrößenklasse i , bezogen auf das Grobgut, die Berechnungsvorschrift des T_i -Wertes für eine Partikelgrößenklasse der Trennfunktion mit dem Zusammenhang in Formel 26.

$$T_i = R_{mG} \cdot \frac{\mu_{3,G,i}}{\mu_{3,A,i}}$$

Formel 26

Der darin enthaltene Masseanteil μ_3 ergibt sich aus dem Kürzen der Beziehung um die Partikelgrößenklassenbreite aus der Verteilungsdichte q_3 . Der für eine bestimmte Partikelgrößenklasse i zu bestimmende Wert T_i , bezogen auf das Grobgut, ergibt somit den Masseanteil, der aus dem aufgegebenen Material in der Partikelgrößenklasse i im Grobgut ausgebracht wurde.

Zur Bewertung des Trennerfolges können z.B. bestimmte Trennschärfe-Kennwerte herangezogen werden, die aus Kenngrößen der Trennfunktion gebildet werden.

Eine solche Kennzahl wäre z.B. die Kornstreuung κ , welche aus dem Verhältnis der beiden Korngrößen x_{75} zu x_{25} , oder auch in umgekehrter Form, gebildet wird.

Der Kennwert x_{75} ist dabei die Korngröße, bei der 75 % des Aufgabegutes als Grobgut ausgebracht wurden und bei x_{25} dementsprechend 25 %. Der Trennschnitt x_T entspricht dem Wert der Partikelgröße aus der Trennfunktion bei 50 %.

Alles weitere zur Kennzeichnung von betrieblichen und analytischen Trennungen disperser Güter sowie dessen Darstellung ist in der DIN-Norm [DIN 66142, Blatt 1-3] oder entsprechenden Folgenormen umfangreich zusammengestellt.

Die Kenntnis um den Inhalt der Trennfunktion ist eine wichtige Voraussetzung zum Verständnis der folgenden Modelle.

Trennmodelle der Gegenstromklassierung

Molerus leitete als erstes ein Trennmodell (siehe Formel 27) mittels der Grundlagen zum Markov-Prozess aus Formel 20 her [MOL1967], [MOL1969].

$$T(x) = \frac{1}{1 + \left(\frac{x_T}{x}\right)^2 \cdot \exp\left[s \left(1 - \left(\frac{x_T}{x}\right)^2\right)\right]} \quad \text{mit } s = \frac{uL}{2D}$$

Formel 27

Mit diesem Trennmodell wird der Bewegungsvorgang der Partikel mittels Partikelbahnen beschrieben. Diese werden durch den mittleren Strömungswiderstand und deterministische Kräfte (z.B. Feldkräfte) bestimmt und sind stochastischen Schwankungen unterworfen.

Das Verhältnis von geordneter zu ungeordneter Bewegung (Bodenstein-Zahl = Konvektion/Diffusion) wird durch den Sichtparameter s beschrieben. Darin steht D für den Dispersionskoeffizienten und L für die Länge des Prozessraumes.

Rumpf [RUM1974] entwickelte das Modell von Molerus weiter. Das sich ergebende Modell für die Trennfunktion in Formel 28 betrachtet dabei nur die Partikelbewegung im stationären Zustand.

$$T(x) = \frac{1 - \exp\left(-\frac{u}{D}Z_1\right) \cdot c_G(v_m) \exp\left(\frac{u}{D}Z_2\right) - c_F(v_m) \exp\left(-\frac{u}{D}Z_1\right)}{\exp\left(\frac{u}{D}Z_2\right) - \exp\left(-\frac{u}{D}Z_1\right)} \cdot \frac{u}{A(v_m)}, \quad \text{mit } v_m = v_m(x)$$

Formel 28

Der Diffusionskoeffizient D ist dabei auch als konstant angenommen. Die Randkonzentrationen $c_G(v_m)$ und $c_F(v_m)$ sind nicht bekannt und müssen erst aus den Austragsbedingungen bestimmt werden.

Senden [SEN1977], [SEN1979] leitete ein weiteres Trennmodell (vgl. Formel 29) auf Basis des Markov-Prozesses (Formel 20) ab. Für eine effektivere Beschreibung der Partikelbewegung an der Grenze des Sichttraumes führt Senden den Austragskoeffizienten k für das Feingut und l für das Grobgut ein. Die Werte für beide Koeffizienten liegen zwischen 0 und 1 und geben den Anteil der jeweiligen Produktfraktion an, mit welchem diese ausgebracht wird. Die Austragsgeschwindigkeiten beider Produktströme sind dabei linear-proportional der Luft- bzw. Sinkgeschwindigkeit gesetzt.

Hiermit ergibt sich folgende Gleichung:

$$T(x) = \frac{\frac{v_m}{u} \left(1 - \frac{v_m}{u}\right) \cdot k \cdot l \cdot \frac{v_m}{u} + k \cdot l \cdot \frac{v_m}{u} \cdot \exp\left[s \left(1 - \frac{v_m}{u}\right)\right]}{\frac{v_m}{u} \left(1 - \frac{v_m}{u}\right) \cdot k \cdot l \cdot \frac{v_m}{u} + \left[k \cdot l \cdot \frac{v_m}{u} + k \left(1 - \frac{v_m}{u}\right) \right] \exp\left[2s \left(1 - \frac{v_m}{u}\right)\right]}$$

Formel 29

mit $v_m = v_m(x)$.

Im Folgenden sind exemplarisch Modelle auf Basis der Prozessbilanzgleichung zusammengefasst.

Schubert [SCH1977] leitet daraufhin ein verallgemeinertes Modell der Gegenstromklassierung ab.

Die bilanzierte Partikelkonzentration ist dabei das Produkt der volumenbezogenen Masse des Teilchens m_v und dem Masseanteil μ_i der Partikelgrößenklasse i im betrachteten Volumenelement. Aus der Formel 21 ergibt sich dabei folgende gekoppelte Differentialgleichung für N Partikelgrößenklassen:

$$-\frac{\partial(m_v\mu_i)}{\partial t} = \text{div}(m_v\mu_i\vec{v}_i) - \text{div}[D_i \text{grad}(m_v\mu_i)] - G_i$$

Formel 30

Mit folgenden Annahmen:

- Eindimensionale Betrachtung
- Stationärer Prozess
- Keine Partikelwechselwirkungen
- Keine Quellen und Senken
- Voneinander unabhängige Transportvorgänge der einzelnen Partikelgrößenklassen
- Unabhängigkeit des Wirbeldiffusionskoeffizienten von der Partikelgrößenklasse

lässt sich der Zusammenhang entkoppeln zu:

$$0 = \frac{d(m_v\mu_i v_i)}{dy} - \frac{d}{dy} \left[D \frac{d}{dy} (m_v\mu_i) \right]$$

Formel 31

Mit Integration von Formel 31 ergibt sich ein Zusammenhang zur Bestimmung der Masseströme der einzelnen Partikelgrößenklassen durch das betrachtete Volumenelement nach Formel 32.

$$q_i = m_v\mu_i v_i - D \frac{d}{dy} (m_v\mu_i)$$

Formel 32

Der Zusammenhang in Formel 32 ist mit entsprechenden Randbedingungen lösbar.

Dazu werden die Masseströme von Grob- und Feingut proportional der Fluidgeschwindigkeit angenommen. Weiterhin werden Austragskoeffizienten k_{ji} und k_{2i} eingeführt, wobei der Index 1 die Größen für das Feingut und Index 2 die Größen für das Grobgut beschreibt.

Mit den sich ergebenden Zusammenhängen für die Masseströme aus Formel 32 wird die Modellgleichung in Formel 33 für die Berechnung einer Trennfunktion aufgestellt.

$$T = \frac{1}{1 + \frac{-1 + \left(\frac{1 - v_m/u}{k_{ji}} + 1 \right) \exp\left(\frac{u - v_m H_1}{D_t}\right)}{1 + \left(\frac{1 - v_m/u}{k_{2i}} - 1 \right) \exp\left(\frac{u - v_m H_2}{D_t}\right)}}$$

Formel 33

Das Husemann-Modell [HUS1990] liegt ebenfalls der Formel 32 zugrunde und stellt eine Weiterentwicklung des Modells von Schubert dar. Der Unterschied zwischen den Modellen ist, dass Husemann den Fein- und Grobgutstrom getrennt betrachtet. Der Feingutstrom ist, wie bei dem Modell von Schubert, proportional zur Fluidgeschwindigkeit. Der Grobgutstrom hingegen wird proportional der stationären Sinkgeschwindigkeit im Zentrifugalfeld angenommen. Erweiternd werden mit diesem Modell auch geometrische Parameter zum Sichtradbkorb (vgl. z.B. Abbildung 58 in Kapitel 6.1) berücksichtigt und wie folgt in Formel 34 dargestellt.

Das Modell beinhaltet vier experimentell zu bestimmende Parameter. Wesentlich dabei ist der Massendurchsatz an Feststoff, der in relativer Form als Standarddurchsatz Berücksichtigung findet.

Das heißt, dass theoretisch begründete Modell bedarf immer einer Art Kalibration mit den Anpassungsparametern, liefert dann aber sehr gute Werte für die Trenncharakteristik des betreffenden Klassierprozesses.

Eine fundamentale Prüfung aller Modelle, auch im Vergleich, wurde an dieser Stelle nicht durchgeführt. Der Leser muss auf folgende theoretische Überlegungen zurückgreifen.

$$T_i = \frac{1}{1 + \frac{-1 + \left(\frac{u \cdot \dot{m}_0}{k_1 \cdot v_{m,i} \cdot \dot{m}_A} - \frac{\dot{m}_0}{k_1 \cdot \dot{m}_A} + 1 \right) \cdot \exp\left(\frac{(u - v_{m,i}) \cdot y_1 \cdot (y_1 - y_{SR})}{(u + v_{SR}) \cdot y_S \cdot (B_S + A_S)} \right)}{\frac{F_S}{F} + \left(1 - \frac{v_{m,i}}{u} - \frac{F_S}{F} \right) \cdot \exp\left(\frac{(v_{m,i} - u) \cdot (y_{SR} - y_2)}{(u + v_{SR}) \cdot y_2} \right)}}$$

Formel 34

Beide Varianten der Anwendung mit Differentialgleichungen (vgl. Formel 20 und Formel 22) bieten mit gleicher inhaltlicher Aussage die Möglichkeit Modellvorstellungen in Gleichungsform zu fassen. Der wesentliche Unterschied zwischen den Modellen betrifft die festgelegten Anfangs- und Randbedingungen.

Hervorzuheben ist dabei besonders die Möglichkeit der getrennten Betrachtung von Feingut- und Grobgutstrom in einigen Modellen. Die Verbindung zwischen Grobgutstrom und Sinkgeschwindigkeit ist mit dem hauptsächlichlichen Einfluss des Grobgutaustrages infolge der Zentrifugalkraft des schnell rotierenden Sichtrades logisch gegenüber dem Einfluss der Schleppkraft des Transportfluids auf diesen Austrag. Mit der Einführung von Proportionalitätsfaktoren ergibt sich eine gewisse Flexibilität in der praktischen Anwendung. Die Überlegungen lassen zu, die Modelle von Senden und Husemann deshalb gegenüber den übrigen existierenden Modellen hervorzuheben und als für die praktische Anwendung als besonders geeignet zu werten. Weiterhin erübrigt sich der Dispersionskoeffizient D, dessen praktische Bestimmung sich als schwer erweist. Dieser Punkt unterstreicht die praktische Anwendbarkeit der Modelle von Husemann und Senden.

Mit vier Anpassungsparametern im Trennmodell von Husemann [HUS1990] gegenüber dem Modell von Senden [SEN1977], [SEN1979] mit zwei Anpassungsparametern sind die Vorversuche mit mehr Aufwand verbunden. Jedoch sind im Modell von Husemann die geometrischen Parameter des Sichtrades und der Sichtgutdurchsatz berücksichtigt. Das hat für die praktische Anwendung eine enorme Bedeutung, weshalb für die weiterführende Betrachtung zur Durchdringung des Sichtprozesses auf das Modell von Husemann zurückzugreifen ist.

Bei den bisher diskutierten Modellen werden stets die Partikelwechselwirkungen vernachlässigt. Mit dem daraus resultierenden Effekt der Agglomeration während des Klassierprozesses am Abweiserad sind entsprechende Erweiterungen in den Modellen vorzusehen.

Die Agglomeration wird dazu von Husemann und May [HUS1998] in einem separaten Term als Agglomerationsanteil A_i im Modell nach Husemann [HUS1990] berücksichtigt. Dieser bildet sich aus dem Verhältnis des Agglomeratmassenstroms in das Grobgut $a_{i,G}$ und des Gesamtgrobgutmassenstroms $p_{i,G}$ in Formel 35.

$$AT_i = \frac{a_{i,G}}{p_{i,G}}$$

Formel 35

Durch Erweiterung eines vorhandenen Modells (vgl. Formel 34) mit dem Agglomerationsanteil gelang es Husemann und May [HUS1998] die Agglomerationseffekte von der Bilanz her zu berücksichtigen (vgl. Formel 36)

$$T_i^* = \frac{T_i}{(1 - AT_i)}$$

Formel 36

Mit einem separaten Term zur Berücksichtigung des Agglomeratanteils ist quasi jedes Modell zur Berechnung des T_i -Wertes modifizierbar.

Die Einführung des Agglomeratanteils zur Korrektur des T_i -Wertes bedarf einer mathematischen Beschreibung.

Nach den bisherigen Erkenntnissen von Husemann und May [HUS1998] wird der Agglomerationsanteil A_i mit folgender Funktion ausgedrückt:

$$AT_i = \begin{cases} \exp\left[-\frac{x_i^a}{\hat{x}_0^a - x_i^a}\right] & \text{für } x_u \leq x_i < \hat{x}_0 \\ 0 & \text{für } x_i \geq \hat{x}_0 \end{cases}$$

Formel 37

wobei $\hat{x}_0 = x_0 + b$ und $x_u = \hat{x}_0 \cdot \sqrt{\frac{\ln(1-T_i)}{\ln(1-T_i-1)}}$ ist.

Diese Erweiterung des Modells von Husemann [HUS1990] mit dem Modell für den Agglomeratanteil nach Formel 37 liefert in den bisher von ihnen untersuchten Fällen gute Ergebnisse. Jedoch müssen bei einer Änderung der Klassierbedingungen die rein empirischen Parameter a und b in Formel 37 experimentell immer wieder neu bestimmt werden.

In weiteren Überlegungen zum Prozess am Abweiseradsichter beschreibt Husemann z. B. noch die Stoßwirkung zwischen Partikel und schnell rotierendem Sichtrad [HUS2003]. Dieser Modellansatz postuliert eine direkte Analogie zwischen Turbulenz und den Stoßvorgängen. Das heißt einerseits, die durch das schnell rotierende Sichtrad erzeugte Turbulenz wird durch Stoßvorgänge zwischen Sichtrad und Partikel verursacht. Andererseits ist die Fluidturbulenz auch vorhanden, bleibt aber entweder hinter der Wirkung der Stöße auf die Partikel zurück oder hängt unmittelbar damit zusammen. Der Ansatz ist allerdings noch entwicklungsbedürftig und muss experimentell vertiefter untersucht werden.

Für eine Berücksichtigung der agglomeratbildenden und/oder -zerstörenden Wirkung bei Anwendungen in der Maschinensparte sind weiterführende Betrachtungen notwendig.

Es existieren auch noch einige rein empirisch begründete Modellansätze, bezüglich der an dieser Stelle auf die Literaturquellen im Bereich Modellierung von Klassiermodellen zu verweisen ist (z.B. [LIP1988]). Aber auch der sog. „Fish-Hook“-Effekt, der in der Windsichtung in ähnlicher Form als Wiederanstieg in der Trennfunktion deutlich wird, findet in Forschungsarbeiten in Modellform Berücksichtigung (z.B. [HUS1998]).

Kritische Diskussion der Funktionalität von Fließbett-Gegenstrahlmühlen

Bei der Prozessführung müssen für einen erfolgreichen Einsatz derartiger Strahlmühlen bestimmte Faktoren beachtet werden [MUS1970], [KAI1973], [KAI1980], [HÖF1985], [NIE1982], [NIE2002]:

Es ist eine *kritische Menge* an Material im Mahlraum (Mindestdurchsatz) erforderlich, um mit Hilfe des Einsaugeffektes der sich im Mahlraum ausbildenden Freistrahlen Partikel einzusaugen und entsprechende Relativbewegungen zwischen den Partikeln zu erzeugen. Diese Mindestmenge bezieht sich dabei speziell auf das im Mahlraum ausgebildete Fließbett, um die durch die Mahlluft eingebrachte Energie maximal in Zerkleinerungsarbeit umwandeln zu können.

Die zu zerkleinernden Materialpartikel sollten eine für mineralische Rohstoffe typische *Materialdichte* (z.B. Referenzmaterial Kalkstein mit $2,6 \text{ g/cm}^3$) aufweisen. Eine genaue Grenze für die minimal mögliche Dichte wird in der Literatur allerdings nicht angegeben. Dahinter steht eine ausreichende Trägheit der am Prozess beteiligten Partikel für eine Wirkung der im Prozess ablaufenden physikalischen Effekte.

Weiterhin ist für die erfolgreiche Zerkleinerung in einer Fließbettgegenstrahlmühle zu beachten, dass die Partikel eine möglichst geringe Korngröße aufweisen (Vorzerkleinerung).

Da der energetische Aufwand bei der Strahlmahlung sehr hoch ist, werden durch die Vorzerkleinerung der Durchsatz und die Effizienz erhöht. Es existiert zwar keine scharfe Grenze für die maximale Korngröße des Aufgabegutes, aber als grober Richtwert ist eine Grenze bei etwa 20 % des Düsendurchmessers anzunehmen. Die Partikelform hat keinen Einfluss auf die Zerkleinerung, sondern spielt nur bei der folgenden Stromklassierung eine Rolle. Wichtig für den Betrieb einer Strahlmühle ist, dass das Produkt nicht oder wenig kohäsiv ist, da es sonst zu Problemen bei der Ausbildung eines Fließbettes kommt. Es gelingt dann unter Umständen nicht, die Gasstrahlen mit dem Produkt zu beladen, weil sich die Freistrahlen Kanäle im Produkt frei räumen.

Zusammenfassend muss festgehalten werden, dass bis in die heutige Zeit keine allgemein gültige Modellvorstellung zu den in der Beanspruchungszone ablaufenden Prozessen existiert.

Dies ist ein zu beachtendes Problem bei der Zerkleinerung in der Fließbettgegenstrahlmühle. Nach eingehender Analyse der in der Literatur bekannten strömungsmechanischen Voraussetzungen zur Anwendung turbulenter Freistrahlen ist die Wahrscheinlichkeit, dass es zum Teilchenprall mit ausreichend hoher Geschwindigkeit im Brennpunkt der Gasstrahlen kommt, eher gering und wird durch verschiedene Faktoren beeinflusst. Theoretische Untersuchungen an Injektoren bestätigen diesbezüglich, dass die meisten Partikelkontakte in der Scherzone zwischen ruhendem und bewegtem Prozessfluid stattfinden. Daraus ist abzuleiten, dass es hauptsächlich in dieser Region zur Beanspruchung der am Prozess beteiligten Partikel kommt [WEN2010].

Das Vorliegen der Modellsubstanz als Flocken (Agglomerate geringer Dichte) im Aufgabezustand liefert gegenüber den in Modellvorstellungen als ideal sphärisch und massiv angenommen Partikeln merkliche Abweichungen im Prozessverhalten. Eine primäre Zerkleinerung im Brennpunkt der Strahlen ist deshalb schwer vorstellbar, da sich Stromlinien aufeinander gerichteter Freistrahlen im realen Prozess ausweichen. Die geringe Trägheit flockiger Agglomerate lässt diese der Strömung folgen.

Es ist eher vorstellbar, dass spezifisch leichte Partikel in der Randzone des Freistrahls mitgeführt werden und beim Erreichen der Prallzone in der äußeren Umströmung ohne Teilchenprall zur Klassiereinheit weiter getragen werden. Dies würde auch erklären, weshalb in den Untersuchungen von Benz, Herold und Ulfik [BEN1996] die Geschwindigkeit des Sichtrades einen erheblich größeren Einfluss auf das Zerkleinerungsergebnis hat als die Strahlgeschwindigkeit.

Dass Materialagglomerate mehr oder weniger effektiv an der Außenkante eines schnell rotierenden Sichtradkorbes aufgebrochen werden, ist zwar prinzipiell bekannt, doch steht eine wissenschaftlich notwendige Analyse derartiger Wirkweisen des Sichtrades bisher noch aus.

Die folgenden Untersuchungen dienen diesbezüglich auch einer erweiterten Betrachtungsweise zu den Vorgängen in der verwendeten Maschinensparte.

2.4 Online-Charakterisierung von und kontinuierliche Teilstromentnahme aus Aerosolströmungen

Bei vielen Messaufgaben in der Verfahrenstechnik soll die Partikelgrößenverteilung in Aerosolströmungen reproduzierbar gemessen werden, wobei der Durchsatz im Hauptströmungrohr sehr viel höher ist als für das Messsystem verarbeitbar [RÖT1999]. Aus diesem Grund liegt der Schwerpunkt zur Durchführung zeitnaher Messungen auf Online-Verfahren mit repräsentativer Probenahme. Die Realisierung einer online arbeitenden Messmethode bedarf der Berücksichtigung von Dynamik und Strömungsverhältnissen im vorliegenden Aerosolsystem. Dabei ist eine repräsentative, kontinuierliche Probenahme aus dem strömenden Aerosol mit einer problemangepassten Lösung notwendig, um aussagekräftige Informationen über den Prozess zu erhalten [HEI2003], [RÖT1999].

In Anlehnung an die VDI 2066 besteht die dafür erforderliche Einrichtung zur Teilstromentnahme grundsätzlich aus einer Sonde, dem Online-Messgerät und/oder einem Abscheider (z.B. Filter) für weitere Analysen des Materials sowie einer Gasmesseinrichtung und einem Gebläse [VDI2006], [FRI1999], [LIN1999]. Diese Einzelkomponenten sind durch Rohrleitungen oder Schläuche miteinander verbunden. Häufig liegen in den Aerosolen hohe Feststoffkonzentrationen vor, was eine Verdünnung der Probe für die anschließende Messung unumgänglich macht [HEI2003].

Es ist außerdem darauf zu achten, dass es in der Absaugleitung nicht zu Partikelverlusten oder Kondensation durch Taupunktunterschreitung kommt.

Die Sonde muss derart gestaltet sein, dass sie die Hauptströmung möglichst wenig stört [VDI1993a], [GAS1986]. So sind:

- der Sondeneinlauf scharfkantig auszuführen, damit das abgesaugte Aerosol vollständig erfasst wird,
- abrupte Querschnittsveränderungen im Sondenkanal zu vermeiden und
- unvermeidliche Krümmungen des Sondenkanals mit möglichst großen Radien auszuführen, um eine Abscheidung der Partikel (infolge der wirkenden Zentrifugalkraft) zu vermeiden.

Die Absaugung selbst muss geschwindigkeitsgleich (isokinetisch) erfolgen, um die Partikelgrößenverteilung und die Partikelkonzentration nicht zu verfälschen [DÜW1983], [RÜP1968]. Die Auswirkungen nicht-isokinetischer Probenahme wurden in mehreren theoretischen und experimentellen Analysen aufgezeigt (z.B. [BOH1967], [BOH1973], [ZEN1971], [BAR1974], [BÜR1991]).

Beispielhaft soll an einer Diagrammdarstellung von Bohnet [BOH1967], [BOH1973] kurz auf das Wesentliche eingegangen werden (vgl. Abbildung 9). Die charakteristische Ähnlichkeitskennzahl B berechnet sich wie folgt:

$$B = \frac{v_{HS} \cdot v_m}{d_{so} \cdot g}$$

Formel 38

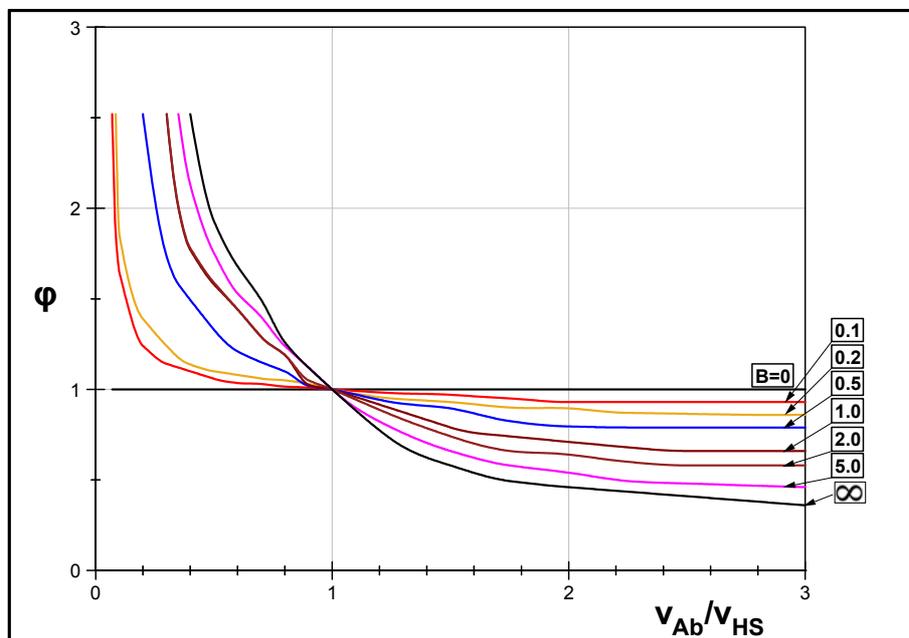


Abbildung 9: Relativer Staubgehalt φ des Gases in der Sonde in Abhängigkeit von Absauggeschwindigkeit v_{Ab} , Hauptstromgeschwindigkeit v_{HS} , Partikelgröße x und Sondendurchmesser d_{so} [BOH1967], [BOH1973]

Dabei entsprechen v_{HS} der Hauptstromgeschwindigkeit, v_m der Sinkgeschwindigkeit der Feststoffpartikel, d_{so} dem Sondendurchmesser und g der Erdbeschleunigung.

Die Sinkgeschwindigkeit ist proportional zur Partikelgröße, so dass auch die Kennzahl B mit steigender Partikelgröße größer wird.

Die Kenngröße φ steht für den relativen Feststoffgehalt und ergibt sich aus dem Verhältnis der Feststoffkonzentration (in g/m^3) des abgesaugten Aerosols in der Sonde δ_{Ab} zu der Konzentration des Aerosols im Hauptströmungsrohr δ_{HS} . Das Verhältnis $v_{\text{Ab}}/v_{\text{HS}}$ auf der Abszisse wird dabei aus der Absauggeschwindigkeit v_{Ab} und der Hauptstromgeschwindigkeit v_{HS} gebildet.

Ist die Absauggeschwindigkeit v_{Ab} an der Sondenöffnung geringer als die Hauptstromgeschwindigkeit w_0 , fällt die gemessene Feststoffkonzentration zu hoch aus ($\varphi > 1$). Im umgekehrten Falle wird eine zu geringe Konzentration gemessen ($\varphi < 1$). Bei Berücksichtigung von B als dritten Parameter lässt sich ableiten, dass die erwähnten Messfehler besonders bei groben Partikeln (höhere Sinkgeschwindigkeit) auftreten. Für Aerosole mit extrem feinen Feststoffpartikeln ($x < 1 \mu\text{m}$) verliert die Einhaltung der Isokinetik an praktischer Bedeutung [BOH1973], [HAU1999].

Da im Voraus meist keine Information über die Partikelgrößenverteilung im Aerosol vorliegt, darf grundsätzlich nicht auf die Einhaltung isokinetischer Bedingungen verzichtet werden.

Bei gleichem Verhältnis von v_{Ab} zu v_{HS} nimmt der Messfehler mit abnehmendem Sondenradius zu.

Beim Transport des Probestromes durch die Probenahmeleitung zum Messgerät kann es in Abhängigkeit von Rohrlänge und -biegung, durch Übergänge einzelner Bauteile, Abkühlung des Trägergases, Partikelgröße, -dichte etc. auf Grund mehrerer, teilweise unabhängig voneinander auftretender Mechanismen zur Abscheidung von Partikeln und somit zur Fehlinterpretation des Messergebnisses kommen [SAG2001], [GAR1995], [HEL2004]. Für die im Fokus stehenden submikronen Partikel/Agglomerate sind vor allem die Mechanismen Diffusion, turbulente Diffusion, Thermophorese und Elektrophorese zu beachten. Diese finden in den einschlägigen Normen (z.B. VDI 2066) wenig Berücksichtigung. Für grobkörnigere Partikel sind noch Trägheit und Gravitation zu erwähnen.

Um die in den Arbeiten [BOH1973], [ZEN1971] und [BAR1974] erkannten Fehler, die durch über- oder unterisokinetische Probenahme entstehen, zu vermeiden, wurden weitere Sondenformen, wie die Geschwindigkeitssonde [PRE1983] oder die Nulldrucksonde [RÖT1982], [NAR1965], entwickelt. Ist eine isokinetische Probenahme nicht möglich und liegen die Partikeldurchmesser im beprobten Gasstrom im submikronen Bereich, wird eine leicht überisokinetische Probenahme mit einem Geschwindigkeitsverhältnis $v_{\text{Ab}}/v_{\text{HS}}$ bis 1,1 empfohlen [GAS1986], [BOH1973], [HAU1999]. Die Probenahme erfolgt für Rohrdurchmesser von mehr als 200 mm über eine sog. Netzmessung, d.h. an mehreren Punkten über den Querschnitt muss die Strömung unter Beachtung einer gewissen Einlaufstrecke an der Probenahmestelle möglichst gleichmäßig ausgebildet sein [VDI2006].

2.5 Ausgewählte Online-Partikelgrößenmessmethoden

Zur Online-Charakterisierung gasgetragener Partikel (Aerosole) ist eine Vielzahl von Messgeräten in der Industrie im Einsatz. Standard- und Referenzgeräte werden in Richtlinien wie der VDI 2066 beschrieben [VDI2006]. Darüber hinaus gibt es viele speziell auf eine Messaufgabe zugeschnittene Lösungen bzw. Sonderbauformen. In vielen Fällen muss das Messergebnis dabei nur reproduzierbar mit dem physikalischen Partikelmerkmal zusammenhängen, welches die technologischen Eigenschaften des Produktes beeinflusst [FÜC2006].

Zur Unterscheidung der Messmethoden ist ausschlaggebend, ob das gewonnene Signal von einem Partikelkollektiv erzeugt oder von einem einzelnen Partikel verursacht wird. Bei Partikeln unterschiedlicher Größe spricht man von der Messung am Partikelkollektiv, beim Einzelpartikel vom Zählverfahren.

Hinsichtlich der Unterteilung der Methoden zur Messung von Partikelgrößenverteilungen kann wie bei Bernhardt [BER1998] in die klassischen fraktionierenden und die nichtfraktionierenden unterschieden werden. Die fraktionierenden Methoden setzen dabei auf eine unmittelbare Klassierung der Partikel, die nichtfraktionierenden hingegen werten die Messsignale aus (siehe Abbildung 10).

Dabei haben die fraktionierenden Methoden in letzter Zeit an praktischer Bedeutung verloren, abgesehen von den Siebanalysen bei groben Partikelgrößenbereichen und der Sedimentationsanalyse in Verbindung mit der Strahlungsschwächung. Dies lässt sich mit dem hohen Zeitaufwand pro Analyse, der geringeren Messpräzision und den höheren benötigten Feststoffkonzentrationen gegenüber den nichtfraktionierenden Methoden erklären.

Im Folgenden der Untersuchungen zum Thema handelt es sich um die Analyse gasgetragener Partikel-/Agglomerate, welche ein sehr dynamisches System darstellen. Unter Beachtung des betrachteten Partikelgrößenbereiches ist es deshalb notwendig, Methoden zu verwenden, welche in der Lage sind, online zu messen [FIS1987].

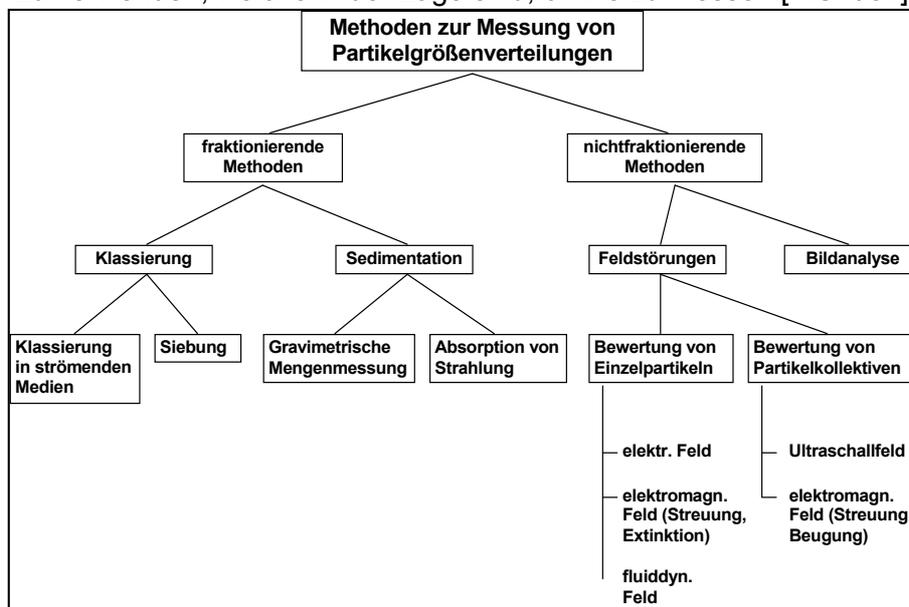


Abbildung 10: Übersicht Partikelgrößenmessmethoden [BER1998]

Für die hier interessierenden Verfahren sollte dazu das physikalische Messprinzip Schnellanalysen gestatten. Das Messverfahren sollte außerdem weitgehend automatisch arbeiten und parallel zum laufenden Prozess Daten ermitteln und bereitstellen [BAC2001], [RÖT1999], [LES1975]. Bei der Probenahme aus einem Aerosolstrom nimmt der erforderliche Zeitaufwand zur Bereitstellung der Probe mit sinkender Probengröße ab [LES1978].

Die einzelnen auf dem Markt erhältlichen Partikelgrößen-Messgeräte beschränken sich dabei jeweils auf einen bestimmten Partikelgrößenbereich. Bei einigen in der industriellen Praxis zu analysierenden Aerosolströmungen sind aber sowohl submikrone ($x < 1 \mu\text{m}$) als auch Partikel im Bereich einiger Mikrometer vorhanden. Diese gleichzeitig und online zu messen ist nach dem heutigen Stand der Technik mit einem einzigen Messgerät nicht realisierbar. Abgesehen von der aufwendigen Entwicklung völlig neuer Messgeräte bietet sich die Kombination bestehender Systeme als Lösung bestimmter Messaufgaben an. Die Erarbeitung der Grundlagen für ein solches kombiniertes Messsystem war Gegenstand der Dissertation von Friehmelt [FRI1999]. Nach vergleichenden Untersuchungen verschiedener Messverfahren konnte er zeigen, dass sich die Mobilitätsanalyse sinnvoll mit einem Weißlicht-Partikelgrößen-Zählanalysator (optischer Partikelzähler, kurz: OPZ) kombinieren lässt.

Der Größenbereich, in dem sich SMPS und OPZ überlappen, reicht aus, um die gemessenen Partikelgrößenverteilungen aneinander anzuschließen und zu einer Partikelgrößenverteilung zusammenzufassen. Mit dem von Friehmelt vorgeschlagenen WIDE-RANGE-System kann ein Größenbereich von $0,015 \mu\text{m} \leq x \leq 15 \mu\text{m}$ und ein Partikelanzahlkonzentrationsbereich von $10 \text{ cm}^{-3} \leq c \leq 10^7 \text{ cm}^{-3}$ zeitnah und v.a. online charakterisiert werden.

Im Vergleich mit einem normalen Kaskadenimpaktor weist diese Messgerätekombination einige Vorteile auf [FRI1999]:

- Es sind ohne Pausen sowohl zeitnahe Messungen als auch solche enger mehrmodaler Partikelgrößenverteilungen möglich.
- Es können kurzzeitige Schwankungen der Feststoffbeladung des Aerosols erfasst werden.

Die vorliegende Partikelgrößenmessaufgabe hat einen vergleichbaren Anspruch. Der Kaskadenimpaktor arbeitet dabei nach dem Prinzip der Trägheitsabscheidung (Impaktion) und hat eine lange Tradition und große Bedeutung in der Aerosolmesstechnik für Partikelgrößen $0 < x \leq 10 \mu\text{m}$ (ohne Vorabscheider) [BÜR1973], [VDI1993b].

Im Folgenden wird auf die beiden im Vorstehenden erwähnten und für die experimentellen Untersuchungen verwendeten Partikelgrößenmessmethoden eingegangen.

Elektrostatische Mobilitätsanalyse (SMPS)

Zur Ermittlung der Partikelgrößenverteilung aus Messungen an Einzelpartikeln im submikronen Bereich zwischen $0,0025 \mu\text{m}$ und $1 \mu\text{m}$ bei Partikelkonzentrationen $< 10^7 \text{cm}^{-3}$ setzt man in der Aerosol-Messtechnik einen Mobilitätsanalysator, wie er in Abbildung 11 dargestellt ist, ein.

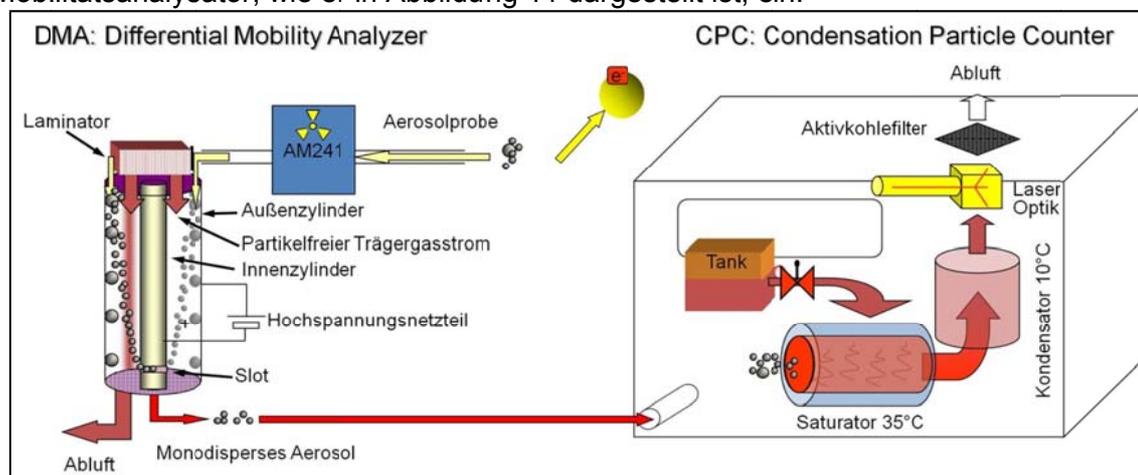


Abbildung 11: Schematische Darstellung des SMPS+C der Fa. Grimm [GRI2008]

Er besteht aus zwei Hauptbestandteilen:

- dem elektrostatischen Klassierer (differential mobility analyzer, DMA) und
- einem Kondensationskernzähler (condensation particle counter, CPC).

Im DMA wird das polydisperse Aerosol in monomobile Fraktionen klassiert. Anschließend wird die Konzentration jeder einzelnen Fraktion mittels des CPC ermittelt. Aus Mobilität und Konzentration der Partikelklassen lässt sich die Partikelgrößenverteilung berechnen und darstellen.

Die beiden Typen der Mobilitätsanalyse:

- SMPS (scanning mobility particle sizer) und
- DMPS (differential mobility particle sizer)

unterscheiden sich einzig im Klassiervorgang.

Beim SMPS wird die Klassierspannung kontinuierlich erhöht und die Anzahlkonzentration der Partikelklassen ständig erfasst. Beim DMPS hingegen wird die Klassierspannung U stufenweise verändert.

Nach jedem Spannungssprung wird gewartet, bis sich ein stationärer Zustand eingestellt hat [FRI1999]. Somit ergibt sich für das SMPS eine kürzere Messzeit.

Vor Eintritt in den Mobilitätsanalysator werden die Partikel des polydispersen Aerosols, die größer als die obere Nachweisgrenze des Messsystems sind ($x > 1 \mu\text{m}$), über einen Impaktor abgetrennt.

Anschließend passiert das Aerosol eine *radioaktive Strahlungsquelle* (z.B. Am-241 oder Kr-85), wodurch es mittels einer bipolaren Diffusionsaufladung neutralisiert wird.

Genauer entsteht durch die von der radioaktiven Quelle emittierten alpha (Am-241)- oder beta (Kr-285)-Teilchen (energiereiche Elektronen) und Kollision dieser mit den Luftmolekülen des Trägergases eine bipolare Ionenatmosphäre [SCH1997]. Es kommt zur Bildung positiver Ionen und freier Elektronen, die sich in kurzer Zeit an Moleküle hoher Elektronegativität, z.B. O₂, anlagern und so negative Ionen bilden. Durch Diffusion und anziehende elektrische Kräfte werden die Ionen an die Partikel angelagert. Sie sind so einem ständigen Auf- und Umladungsprozess unterworfen und nun fortwährend in der Lage, eine andere Ladung anzunehmen.

Sie können dabei mehrfach, einfach, negativ oder positiv, aber auch ungeladen sein. Es stellt sich jedoch ein so genanntes bipolares Ladungsgleichgewicht ein [WIE1986].

Die Klassierzone des *elektrostatischen Klassierers (DMA)* besteht aus einem zylindrischen Ringspalt, der durch zwei konzentrische Metallzylinder gebildet wird. Der aufgeladene Aerosolstrom wird über einen Schlitz am oberen Ende des äußeren Zylinders zusammen mit partikelfreier Mantelluft dem ringförmigen Raum zwischen den Zylindern zugeführt, wobei das Aerosol die Mantelluft umhüllt. Beide Ströme bewegen sich laminar nach unten, ohne dass eine Quervermischung auftritt. Der äußere Zylinder ist geerdet, während am inneren Zylinder eine negative Spannung anliegt. Durch die Variation der Spannung lässt sich die Stärke des elektrischen Feldes im Ringspalt einstellen. Das so erzeugte gleichmäßige elektrische Feld zwischen beiden Zylindern zwingt positiv geladene Partikel, sich in Richtung des inneren Zylinders zu bewegen. Am unteren Ende des inneren Zylinders befindet sich ein Schlitz (Slot), den bei vorgegebener axialer Strömungsgeschwindigkeit nur Partikel mit einer bestimmten radialen Wanderungsgeschwindigkeit (Mobilität) erreichen. Diese monomobile Partikelfraktion wird abgesaugt und zum Kondensationskernzähler weitergeleitet.

Die elektrische Mobilität Z_p der Partikel ergibt sich aus dem Verhältnis der radialen Geschwindigkeit v_{ra} zur elektrischen Feldstärke E_{el} . Aus dem Kräftegleichgewicht zwischen elektrischer Feldkraft und Widerstandskraft ergibt sich mit dem Partikeldurchmesser x , der Ladungszahl n und der Elementarladung e (d.h. der n -fachen Einheitsladung $n \cdot e$) die elektrische Mobilität zu [HIN1999]:

$$Z_p = \frac{n \cdot e \cdot C_c(x)}{3 \cdot \pi \cdot \eta_G \cdot x} = \frac{v_{ra}}{E_{el}}$$

Formel 39

Hier stehen $C_c(x)$ für den Cunningham-Korrekturfaktor, η_G für die Viskosität des Trägermediums (Luft) und x für die Partikelgröße (Mobilitätsdurchmesser x_{mo}). Für die Bewegung der Partikel im elektrischen Feld sind jedoch nicht nur die physikalischen Eigenschaften der Partikel von Interesse, sondern ebenso die Dimensionierung des verwendeten DMA (Geometrie und Volumenströme). Die eingehenden geometrischen Größen sind der Innenradius r_i und der Außenradius r_a der Klassierzone sowie deren Länge L_{KZ} . Knutson und Whitby [KNU1975] haben den Zusammenhang zwischen Apparatengrößen und Mobilität hergestellt:

$$Z_p = \frac{\dot{V}_{TG} + \dot{V}_{AL}}{4 \cdot \pi \cdot U \cdot L_{KZ}} \ln\left(\frac{r_a}{r_i}\right)$$

Formel 40

$$\Delta Z_p = \frac{\dot{V}_p + \dot{V}_{mo}}{2 \cdot \pi \cdot U \cdot L_{KS}} \ln\left(\frac{r_a}{r_i}\right)$$

Formel 41

Für optimalen Betrieb sollten der Trägergasstrom \dot{V}_{TG} und der Abluftstrom \dot{V}_{AL} ebenso wie der polydisperse Aerosolstrom \dot{V}_p und der monomobile Aerosolstrom \dot{V}_{mo} jeweils gleich sein. Dann ergibt sich die ideale Transferfunktion sowie eine enge Mobilitätsbandbreite ΔZ_p .

Unter Transfer- oder Übertragungsfunktion versteht man hier die Wahrscheinlichkeit, dass ein Partikel, der mit dem polydispersen Aerosol in den Klassierer eintritt, diesen im entsprechenden monomobilen Aerosol verlässt. Für die Bandbreite aus dem Verhältnis von Aerosol- und Mantelluftstrom ergibt sich nach Knutson und Whitby [KNU1975] ein gängiger Wert für $\Delta Z_P/Z_P$ von 10.

Für den Fall, dass der Volumenstrom \dot{V}_{TG} sowie die Viskosität η_G des Trägergases konstant sind, besteht nach Formel 39 und Formel 41 für die Mobilität Z_P ein direkter Zusammenhang zwischen der Spannung U und der Partikelgröße x , wie in Formel 42 dargestellt.

Mit dem linearen Zusammenhang ist durch Regulierung der Spannung U eine genau definierte Partikelgröße einstellbar.

$$\frac{4 \cdot n \cdot e \cdot U \cdot L_{KZ}}{3 \cdot \eta_G \cdot (\dot{V}_{TG} + \dot{V}_{AL}) \cdot \ln\left(\frac{r_a}{r_i}\right)} = \frac{x}{C_c(x)}$$

Formel 42

Wie an diesen Zusammenhängen zu erkennen ist, können kleine, einfach geladene Partikel die gleiche elektrische Mobilität aufweisen wie größere, mehrfach geladene Partikel.

Dieser Effekt muss rechnerisch korrigiert werden und kann, wie oben schon erwähnt, durch Vorklassieren des Aerosols mittels eines Impaktors reduziert werden. In den oberen Mobilitätsklassen werden so nur einfach geladene Partikel gezählt (größere, mehrfach geladene Partikel werden im Impaktor abgeschieden). Die Mobilität kann somit eindeutig einem Partikeldurchmesser zugeordnet werden. Mit Partikeldurchmesser, Konzentration und einer vorgegebenen Ladungsverteilung kann nun errechnet werden, welcher Anteil der gemessenen Partikelkonzentrationen in den niedrigeren Mobilitätsklassen durch mehrfach geladene, größere Partikel verursacht wurde. Bei der Dateninversion wird auf diese Weise der Einfluss mehrfach geladener Partikel, von den oberen Mobilitätsklassen angefangen, für jede Mobilitätsklasse berechnet und korrigiert. Die Software benutzt dabei eine Ladungsverteilung, die nach einem Modell von Wiedensohler [WIE1986] berechnet wurde.

Die mit dem DMA klassierten Aerosolfractionen werden dem *Kondensationskernzähler* (CPC) zugeführt, der auf einem nicht-größensensitiven Messverfahren basiert, um Anzahlkonzentrationen zu ermitteln [MÖL2004a], [MÖL2004b]. Alternativ kann auch ein Elektrometer eingesetzt werden [GRI2008].

Der CPC besteht nacheinander aus einer Sättigungsstrecke, einer Kondensationsstrecke und einem optischen Detektor (vgl. Abbildung 11). Das Messprinzip beruht auf der Vergrößerung der zu messenden Partikel durch heterogene Kondensation von Alkohol- (Butanol) oder Wasserdampf, die dann in einem einfachen optischen Partikelzähler registriert werden können. Dieses Messprinzip wurde bereits vor über hundert Jahren von Aitken [AIT1888] in einfacher Form entwickelt. Aber auch andere Vorgehensweisen, wie die Abkühlung eines übersättigten Gasstroms durch thermische Diffusion, sind diesbezüglich vorgeschlagen worden [FRI1999]. Der Aerosolstrom tritt dabei in den Sättigungsraum ein, wo er erhitzt und mit Alkoholdampf gesättigt wird. Im Anschluss daran strömt das Gas/Dampf-Gemisch in den Kondensator, wo es sich abkühlt und der Alkoholdampf heterogen auf den Partikeln kondensiert (vgl. Abbildung 11). Die Tropfen werden dann auf einen senkrecht zur Strömungsrichtung flächenhaft aufgeweiteten Laserstrahl geführt. Eine Photodiode registriert das von den Aerosolpartikeln gestreute Licht unter einem Winkel von 90°. Aus diesen Streulichtimpulsen lässt sich dann die Konzentration bestimmen.

Für vertiefende Informationen, auch zu Erfahrungen und systematischen Fehlern mit der Mobilitätsanalyse, wird auf die Literatur verwiesen (z. B. [KNU1975], [WIE1986], [AIT1888], [GUT1995], [HUM1996], [SAC1996], [SCH1997], [KAT1998], [CHE1999], [HIN1999], [FRI1999], [BÖT2000], [SPI2001], [MÜS2002], [CHE2004], [MÖL2004a], [MÖL2004b], , [FER2005]).

Einzelpartikel-Streulichtanalyse (Weißlichtpartikelzähler)

Die Bestimmung der Partikelgröße am Einzelpartikel ist für zählende Messverfahren charakteristisch. Als Mengengröße wird gleichzeitig die Anzahl der gemessenen Partikel registriert und die Partikelgrößenanzahlverteilung bestimmt.

Zur Online-Bestimmung der Größe von Aerosolpartikeln durch optische Zählverfahren eignet sich deshalb v.a. das Lichtstreuverhalten (z. B. [SAC1991], [BLA1995], [MÜH1995], [SCH1995], [SAC1996], [RHE1998], [SEM1998], [PET1999], [MÖL1999], [FRI1999], [BÖT2000], [HEI2003], [MÖL2003], [MÖL2004a], [MÖL2004b], [DAN2004], [VET2004]).

Physikalischer Hintergrund

Unter Streuung versteht man die Ablenkung des sich geradlinig ausbreitenden Lichts an Phasengrenzflächen. Es überlagern sich Brechungs-, Beugungs- und Reflexionseffekte in Abhängigkeit von den optischen Eigenschaften eines beleuchteten Partikels [BAU1993]. Um aus der Intensität des gestreuten Lichts eine lineare Partikelabmessung ableiten zu können, ist die Kenntnis der funktionellen Zusammenhänge zwischen beiden Größen notwendig. Insbesondere muss überprüft werden, ob oder unter welchen Voraussetzungen eine Eindeutigkeit dieses Zusammenhanges gegeben ist [SAC1991], [MÜH1995], [SEM1998], [RHE1998], [VET2004].

Schon 1908 stellte Mie [MIE1908] eine Beschreibung der Lichtstreuung an kugelförmigen Teilchen im ebenen monochromatischen Wellenfeld vor, die aus einer strengen Lösung der Maxwell'schen Feldgleichungen resultiert, welche wiederum das umfassende Gebiet der elektrischen, magnetischen und optischen Eigenschaften zusammenfassen. Als Ergebnis der Streulichttheorie erhält man die relative Streuintensität I (Mie-Intensität) als Maß für die an einem kugelförmigen Teilchen gestreute Lichtmenge. Sie ist eine Funktion der einfallenden Lichtintensität I_0 , des Streuwinkels θ , des Polarisationswinkels Φ , der Partikelgröße x , der Lichtwellenlänge λ und des komplexen Brechungsindex n (vgl. Formel 43 und Abbildung 12), wobei Partikelgröße x und Wellenlänge durch den dimensionslosen Größenparameter α verknüpft sind (vgl. Formel 44).

$$I = I_0 \cdot f(\theta, \Phi, x, \lambda, n)$$

Formel 43

$$\alpha = \frac{\pi \cdot x}{\lambda}$$

Formel 44

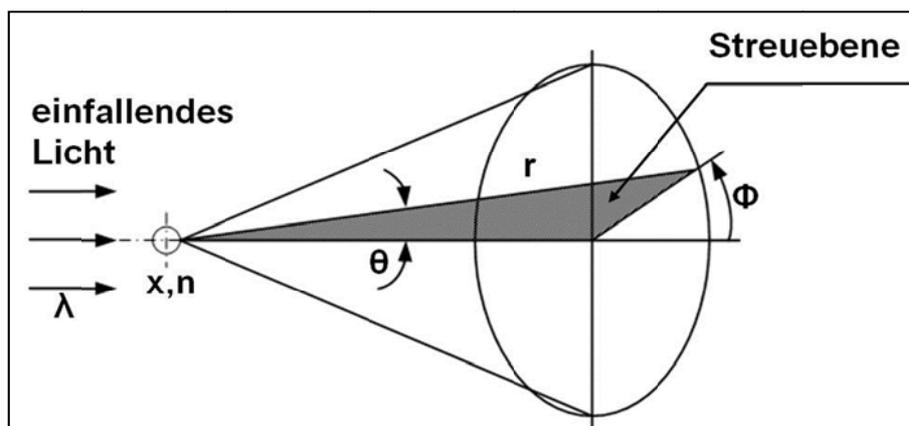


Abbildung 12: Prinzip der Streuung des einfallenden Lichtes [MÖL2004b]

Der auch als Mie-Parameter benannte Streuparameter α steht für das Verhältnis von Kugelumfang $\pi \cdot x$ zur Wellenlänge λ , da der Partikeldurchmesser mit optischen Aerosolspektrometern am kugelförmigen Einzelpartikel bestimmt wird (äquivalenter Partikeldurchmesser nach Lorentz-Mie-Theorie berechnet [MÜH1995]). In Formel 45 eingesetzt erhält man dann für I :

$$I = I_0 \cdot f(\theta, \Phi, n, \alpha)$$

Formel 45

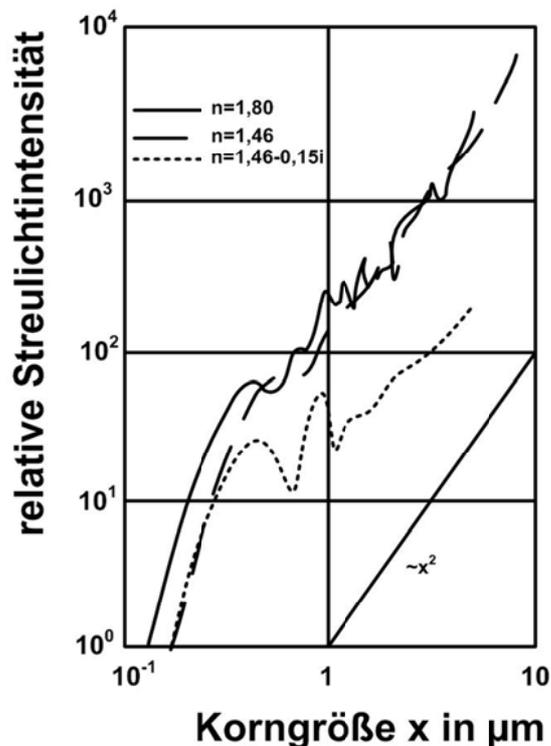


Abbildung 13: Relative Streulichtintensität für monochromatisches Licht (z.B. Laserlicht) [VDI1997] (mittlerer Streuwinkel $\theta_0 = 45^\circ$, Empfängerapertur $v = 14^\circ$, $\lambda = 0,436 \mu\text{m}$, $n = \text{Brechungsindex}$)

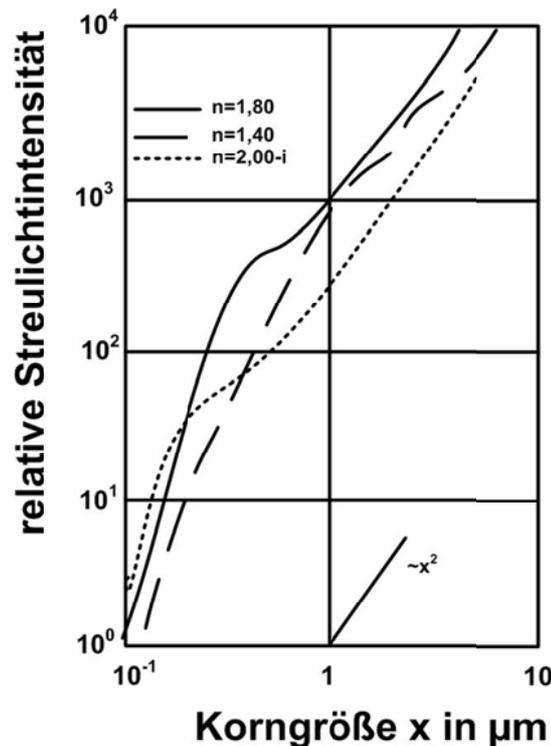


Abbildung 14: Relative Streulichtintensität für Weißlicht und 90° -Streuerung [VDI1997] (mittlerer Streuwinkel $\theta_0 = 90^\circ$, Empfängerapertur $v = 24^\circ$)

Bezüglich der partikelgrößenabhängigen Streulichtintensität lassen sich nach Einführung von α drei Abhängigkeitsbereiche unterscheiden (vgl. Abbildung 13) [BAU1993], [VET2004]:

1. **Rayleigh-Bereich:** $\alpha \ll 1$; hier ist die Streulichtintensität I proportional der sechsten Potenz des Partikeldurchmessers x und folglich der zweiten Potenz des Partikelvolumens sowie umgekehrt proportional der vierten Potenz der Wellenlänge λ . Ein Partikel mit einem Durchmesser von z.B. $0,1 \mu\text{m}$ streut 64-mal weniger Licht als ein Partikel mit einem Durchmesser von $0,2 \mu\text{m}$.
2. **Mie-Bereich:** $0,1 \leq \alpha \leq 10$; unter Verwendung monochromatischen Lichts ist hier der Zusammenhang zwischen Streulichtintensität und Partikelgröße nicht eindeutig (vgl. Abbildung 13). Mit Weißlicht und 90° -Streulichtdetektion ist dieser Zusammenhang hingegen eindeutig (vgl. Abbildung 14).
3. **Fraunhofer-Bereich (Bereich der geometrischen Optik):** $\alpha \gg 1$ (ab $\alpha \approx 10$). Hier gilt ein quadratischer Zusammenhang zwischen Streulichtintensität I und Partikeldurchmesser x .

Um mit einem optischen Aerosolspektrometer (OAS) die Partikelgrößen in der Zweiphasenströmung möglichst exakt bestimmen zu können, ist eine eindeutige Kalibrierkurve (vgl. Abbildung 14) von entscheidender Bedeutung. OAS werden vom Hersteller dementsprechend üblicherweise mit Latex-Aerosolen (z.B. sog. Monospheres der Fa. Merck), die einen Brechungsindex von $n = 1,59$ aufweisen, kalibriert [MÖL2004b].

Friehmelt [FRI1999] beschreibt in seiner Arbeit diesbezüglich weitere geeignete Kalibrierverfahren, wie z.B. die aerodynamische Kalibrierung.

Unterscheidungskriterien sowie Aufbau und Funktionsweise von Streulicht-Aerosolspektrometern

Die einzelnen Messgeräte unterscheiden sich hauptsächlich:

1. in der *Beleuchtungsart* (vgl. Abbildung 13 und Abbildung 14):

Bei Beleuchtung mit Laserlicht können höhere Beleuchtungsintensitäten realisiert werden, die untere Nachweisgrenze verschiebt sich zu kleineren Partikeln. Bei Weißlicht-Geräten werden die Fluktuationen in der Streulichtintensität durch die Überlagerung mehrerer Wellenlängen gedämpft, das Resultat ist eine auch über den Mie-Bereich hinaus monoton ansteigende („glatte“) Kalibrierkurve, also ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Streulichtintensität und Partikelgröße [BRO1966].

2. in der *Art der Messvolumenabgrenzung*:

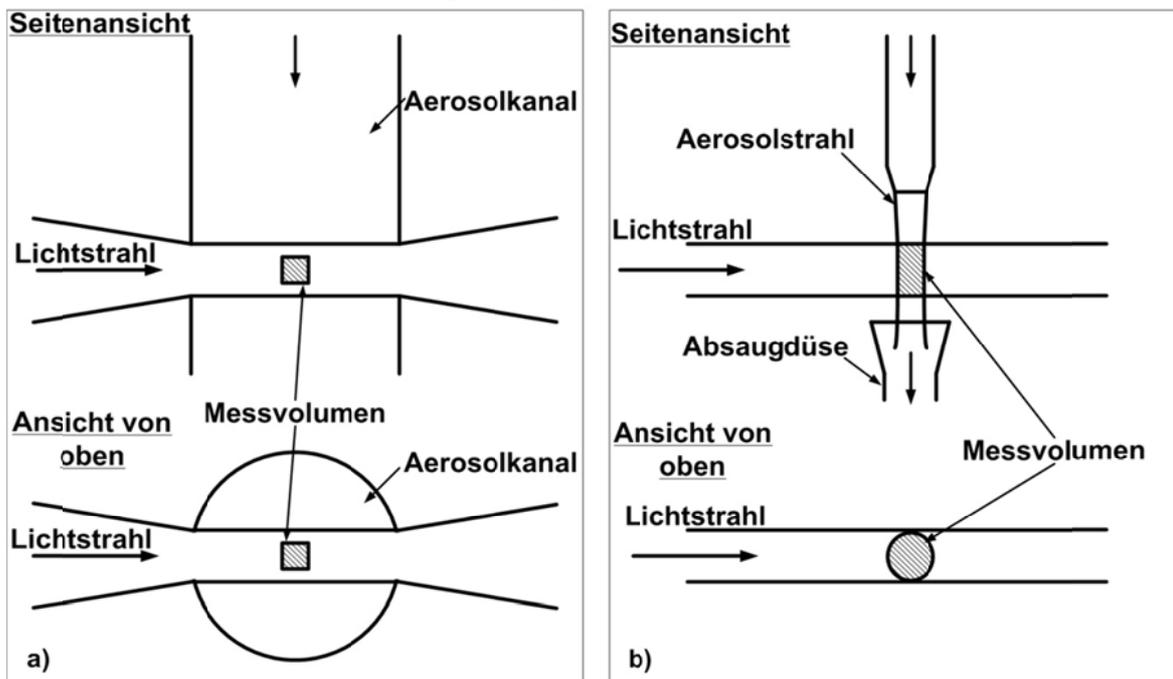


Abbildung 15: a) opt. Messvolumenabgrenzung, b) aerodyn. Fokussierung des Aerosolstromes

Eine Möglichkeit ist die rein optische Messvolumenabgrenzung (vgl. Abbildung 15a), bei der durch Linsen- und Blendensysteme aus dem Aerosolstrahl ein bestimmtes Messvolumen ausgeschnitten wird [MÖL2004b].

Dieses Verfahren setzt eine gleichmäßige Verteilung der Partikel über den Strömungsquerschnitt voraus und bringt Probleme an den Rändern des Messvolumens mit sich. Allerdings können auf diese Weise sehr hohe Partikelkonzentrationen koinzidenzfrei gemessen und eine Unabhängigkeit von der Gauß'schen Intensitätsverteilung des Laserlichts (über den Strahlendurchmesser) erreicht werden [FRI1999], [MÖL2004b]. Bei der aerodynamischen Fokussierung des Aerosolstromes (vgl. Abbildung 15b) wird der gesamte Aerosolstrom vom Beleuchtungsstrahl erfasst. Vorteil bei diesem Verfahren ist, dass alle Partikel des untersuchten Volumenstromes analysiert werden. Nachteil ist die geringe Konzentration, die dabei verarbeitet werden kann, und dass sich der Dispersitätszustand des Aerosols durch die Fokussierung ändern kann.

3. in der *Detektorposition und -apertur*:

Der geometrische Aufbau der Messgeräte beeinflusst maßgeblich die Form und Lage der Kalibrierkurve. Eine Detektion im Vorwärtsbereich (Vorwärtsstreuung) liefert z.B. höhere Streulichtintensitäten als seitwärts (90°), allerdings verliert die Kalibrierkurve im Vorwärtsbereich an Eindeutigkeit [SAC1991]. Eine größere Empfängerapertur wirkt dagegen glättend auf den Kalibrierkurvenverlauf. Vorwärtsstreuung bedeutet hier, dass das von den Partikeln gestreute Licht (vgl. Abbildung 12) in Richtung 180° von der Lichtquelle mit einem lichtempfindlichen Detektor (Photomultiplier) gesammelt wird.

Bei der 90°-Streulichtdetektion müsste der Detektor orthogonal zur Bildebene angebracht sein. Die Höhe des empfangenen Streulichtimpulses ist ein Maß für die Partikelgröße, während die Anzahl der Impulse bei bekanntem Volumenstrom durch das optische Aerosolspektrometer (OAS) die Information zur Konzentration liefert [MÖL2004b]. Ein OAS besteht sowohl auf der Lichtsendeseite als auch auf der Streulichtempfängerseite aus unterschiedlichen elektronischen und optischen Baugruppen. Mit Hilfe eines Linsensystems wird das Licht auf die gewünschte Messvolumengröße fokussiert (vgl. Abbildung 15a). Vor der Empfangsoptik muss in Vorwärtsstreuung eine Lichtfalle eingebaut werden, die den Lichtdetektor vor direkter Einstrahlung schützt. Diese Lichtfalle führt aufgrund von Beugungserscheinungen des Lichts und des Streulichts auch bei Verwendung von weißem Licht zu einer mehrdeutigen Kalibrierkurve [GEB1983]. Eine Weißlichtquelle in Verbindung mit einer 90°-Streulichtdetektion sichert hingegen für viele Brechungsindizes eine eindeutige Kalibrierkurve (vgl. Abbildung 14) [BRO1966]. Für die Qualität der ausgewerteten Streulichtimpulse ist somit nicht nur der optische Aufbau, sondern auch die Qualität der opto-elektronischen Bauelemente (z.B. Photodiode) verantwortlich [MÖL2004b]. Da solche Bauelemente herstellungsbedingt Toleranzen unterworfen sind, müssen die OAS wie alle optischen Partikelmessverfahren kalibriert werden.

Fehlerquellen

Systematische Fehler bei der Einzelpartikel-Streulichtanalyse und deren Minimierung wurden ausführlich in der Literatur diskutiert (z.B.: [FRI1999], [MÖL2004a], [SAC1996], [BÖT2000], [MÜH1995], [SAC1991], [BLA1995], [RHE1998]).

Beispielsweise wird von einem Koinzidenzfehler gesprochen, wenn sich mehr als ein Partikel gleichzeitig im Messvolumen befindet. Mehrere Partikel im Messvolumen liefern einen höheren Streulichtimpuls, was dazu führt, dass die Partikel zu groß und die Konzentration zu niedrig gemessen werden. Am Beispiel der in Abbildung 16 dargestellten Partikelgrößenanzahlverteilungen ist dieser Sachverhalt eindeutig zu erkennen.

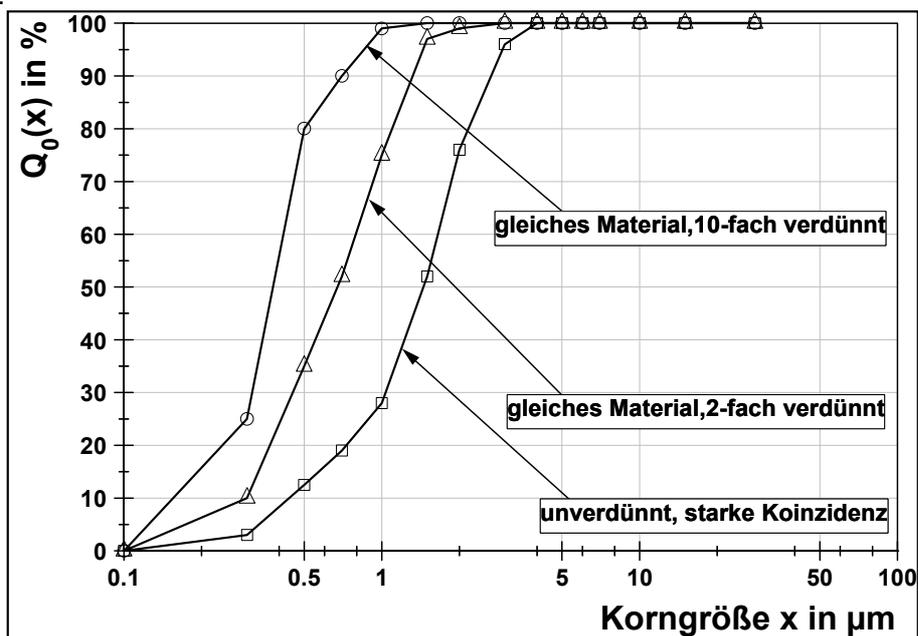


Abbildung 16: Auswirkung des Koinzidenzfehlers auf die Partikelgrößenverteilung [PAL2006]

Hier ist mit steigender Verdünnung des vermessenen Aerosols und unter sonst konstanten Bedingungen eine immer weiter zu feineren Partikeln hin verschobene Partikelgrößenverteilung zu erkennen, da das unverdünnte Aerosol eine für das Messgerät zu hohe Anzahlkonzentration hat. Nicht zu erkennen ist, dass so auch die Gesamtanzahl der vermessenen Partikel mit größer werdender Verdünnung ansteigt [PAL2006]. Wäre die Konzentration des vermessenen Aerosols nicht zu hoch, würden sich einerseits identische Partikelgrößenanzahlverteilungen und andererseits die gleiche Gesamtanzahl ergeben, egal ob man 2-fach oder 100-fach verdünnt [PAL2009].

Bei der Umrechnung von der Anzahlverteilung in die Volumen- und Massenverteilung wirkt sich der Koinzidenzfehler besonders stark aus, da die fälschliche Analyse größerer Partikel und der resultierende Konzentrationsverlust in den feineren Partikelgrößenklassen entsprechend ins Gewicht fällt und die Verteilung noch stärker zu größeren Partikeln hin verschiebt [MÜH1995]. Man kann diesen Fehler minimieren, indem man die optimale Messvolumengröße für die jeweils zu messende Partikelkonzentration auswählt (d.h. möglichst immer nur ein Partikel im Messvolumen).

Hohe Anzahlkonzentrationen im angesaugten Aerosolstrom sind somit entsprechend mit Reinluft zu verdünnen, so dass nur eine Auswahl an Partikeln vermessen wird ohne gleichzeitig die Partikelgrößenverteilung zu verfälschen [LÖD1988], [VET2004]. Ein weiterer für die Streulicht-Partikelzählung mit rein optischer Abgrenzung des Messvolumens typischer Effekt ist der Randzonenfehler. Partikel, die das Messvolumen am Rand passieren, täuschen eine kleinere als die reale Partikelgröße vor, da die Partikel nur teilweise beleuchtet werden oder das von ihnen ausgehende Streulicht nur teilweise vom Detektor empfangen wird. Mit zunehmendem Querschnittsverhältnis von Partikel zu Messvolumen steigt die Wahrscheinlichkeit dafür, dass ein Partikel den Rand schneidet und damit der Einfluss des Randzonenfehlers. Abbildung 17 zeigt am Beispiel von monodispersen Prüfaerosolen, dass die Größe des Randzonenfehlers von der Partikelgröße abhängt.

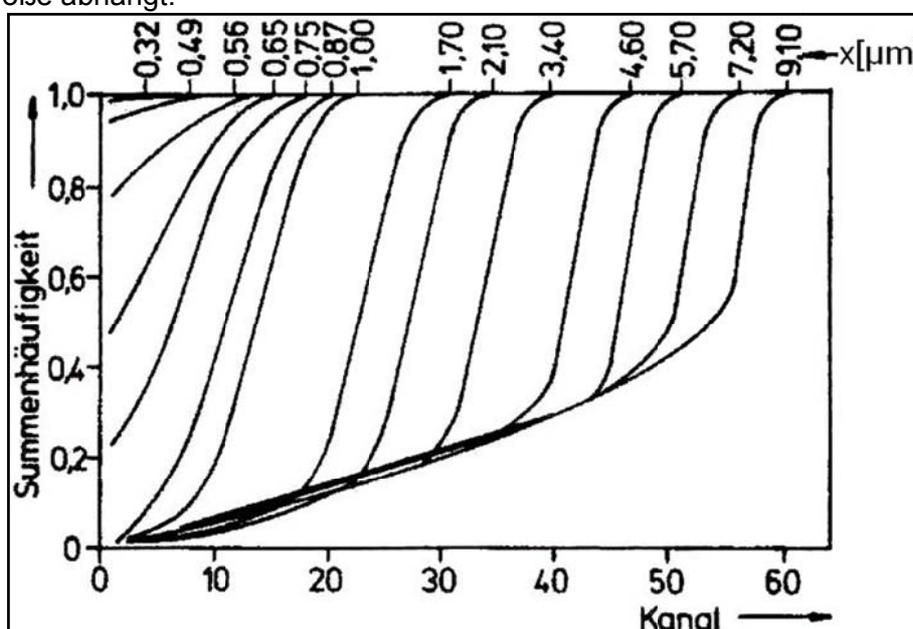


Abbildung 17: Summenverteilung verschiedener monodisperser Aerosole [MÜH1995]

Je größer die zu vermessenden Partikel sind, desto höher ist der Anteil schwächerer Randzonenimpulse, die in den unteren Kanälen des Messgerätes aufgezeichnet werden können.

Weiterhin ergibt sich bei der Zählung unregelmäßig geformter Partikel mit einem OPZ ein unsymmetrisches Streulichtmuster in Abhängigkeit von der Partikelform.

Der hierbei entstehende Intensitätsunterschied an den beiden Detektoren des OPZ wird auch für die Korrektur des Randfehlers verwendet. Bei unregelmäßig geformten Partikeln kann das Messgerät allerdings nicht unterscheiden, ob die Intensitätsdifferenz durch die Partikelform oder die Randgängigkeit hervorgerufen wurde. Diesbezüglich ist zu erwähnen, dass ein kleines mit Weißlicht projiziertes und abgegrenztes Messvolumen im Gegensatz zur Verwendung eines Laserstrahls über den Querschnitt homogen ausgeleuchtet ist. Die Partikelgröße von unregelmäßig geformten Partikeln ist dadurch mit weißem Licht besser bestimmbar als mit Laserlicht, weil Partikel der gleichen Größe so identische Impulshöhen liefern und korrekt klassiert werden können [FRI1999]. Außerdem ist über Vergleichsmessungen der optisch gemessenen Konzentration mit einem von der Partikelform unabhängigen Messverfahren eine Kalibrierung der zulässigen Impulshöhendifferenz möglich, so dass die mit dem OPZ gemessene Konzentration mit der des unabhängigen Messverfahrens übereinstimmt.

Hinzu kommt beim OPZ noch ein nicht abzuschätzender Zählfehler bezüglich der gemessenen Partikelanzahlkonzentration, falls die Partikel nicht gleichmäßig über den Querschnitt verteilt sind.

Als untere Nachweisgrenze eines optischen Aerosolspektrometers (OAS) ist die Partikelgröße definiert, bei der der Zählwirkungsgrad (d.h. das Anzahlverhältnis von messtechnisch erfassten zu real vorhandenen Partikeln in Abhängigkeit von der Partikelgröße) noch 50 % beträgt [FRI1999]. Die Zählverluste (durch Koinzidenzen) eines OAS legen dabei die untere Nachweisgrenze bezüglich der Partikelanzahlkonzentration fest [VDI1997], [BOR1997]. Üblicherweise werden Koinzidenzverluste bis zu 10 % toleriert.

Unter Beachtung all der potentiellen Fehlerquellen können die Gerätekenngößen, wie z.B. das Auflösungsvermögen und die Klassifiziergenauigkeit, positiv beeinflusst werden [MÖL2004a]. Bestimmte Gerätekenngößen sind deshalb Voraussetzung für eine zuverlässige Umrechnung von einer Partikelgrößenanzahlverteilung in eine Partikelgrößenmasseverteilung.

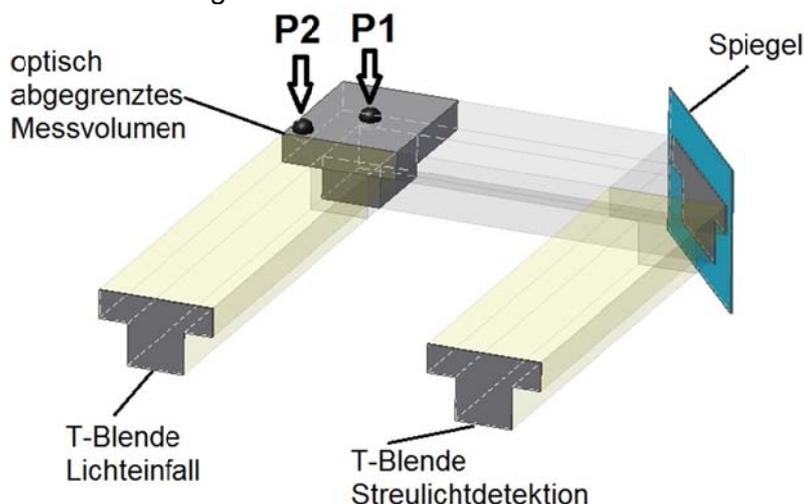


Abbildung 18: Prinzipskizze T-Blendensystem Weißlichtpartikelzähler welas1100 der Fa. Palas [PAL2006]

Im Gegensatz zu einem OPZ vom Typ PCS2010 der Fa. Palas mit zwei gegenüberliegenden Detektorsystemen verfügt das verwendete welas-System der Fa. Palas nur über ein Detektorsystem im Winkel von 90°. Die verbesserte Robustheit gegen Koinzidenzfehler wird mit dem neuartigen T-Blendensystem erreicht. Hierbei werden zwei rechteckige Messvolumina in Form eines T projiziert (vgl. Abbildung 18).

Dieses dreidimensionale optisch abgegrenzte T-förmige Messvolumen wird im Aerosolführungsrohr durch die am Ein- und Ausgang des Lichtstrahles befindlichen T-Blenden erzeugt.

Fliegt der in Abbildung 18 dargestellte Partikel P1 durch das Messvolumen, erzeugt er einen Streulichtimpuls bestimmter Höhe. Gleichzeitig wird die Flugzeit des Partikels gemessen. Wenn ein Partikel gleicher Größe wie P1 das innere Messvolumen teilweise berührt, ist die Impulshöhe am Anfang genauso hoch wie bei P1.

Sobald diese gleichgroßen Partikel das äußere Messvolumen verlassen, sinkt die Impulshöhe ab, aber die Flugzeit der Partikel ist identisch mit der von P1.

Fliegt Partikel P2 nur durch das äußere Messvolumen, wird der Partikel aufgrund des Randzoneneffektes verworfen.

Mit diesem System ist eine Koinzidenzerkennung möglich, da die Flugzeit der Partikel bekannt ist und auch gemessen wird. [PAL2006].

3 Modellsubstanzen

Bei den verwendeten Modellsubstanzen handelt es sich um drei Aerosil®-Typen der Fa. Evonik. Alle Aerosil®-Produkte sind synthetische, pyrogene Kieselsäuren (chemisch SiO₂) [OSW2005].

Die Modellsubstanzen weisen in diesem Zusammenhang hydrophile Oberflächeneigenschaften auf.

In Tabelle 1 sind die verwendeten Aerosil®-Produkte zum Verständnis der Materialbeschaffenheit mit einigen wichtigen granulometrischen Eigenschaften aufgelistet. Die Zahl an der Markenbezeichnung Aerosil® steht für die massespezifische Oberfläche in m²/g. Es werden Aerosile mit 200, 90 und 50 m²/g untersucht. Bedingt durch den Herstellungsprozess (Flammenhydrolyse) liegen alle Aerosil®-Typen nicht als Primärpartikel, sondern in aggregierter Form (Sinterbrücken) im Bereich von 100 bis 200 nm vor [OSW2005].

Mit der aus der Oberflächenbeschaffenheit von Aerosil® resultierenden Kohäsivität ergeben sich aus Aggregaten gebildete flockige Agglomerate von ca. 8 bis 20 µm Größe im Aufgabezustand.

Die flockige Agglomeratstruktur infolge sehr hoher Agglomeratporositäten bzw. sehr geringer Agglomeratdichten [STI2005] ist in Abbildung 19 bei allen verwendeten Aerosil®-Produkten deutlich zu erkennen.

Tabelle 1: Vergleich der verwendeten Aerosil®-Produkte [OSW2005]

Substanz	spezifische Oberfläche in m ² /g (BET nach DIN 66131)	mittlere Größe Primärpartikel in nm	Stampfdichte in kg/m ³ (nach DIN EN ISO 787-11)
Aerosil®200	200±25	12	50
Aerosil®90	90±15	20	80
Aerosil®OX50	50±15	40	130

Vor diesem Hintergrund muss bei einer Anwendung derartiger Schüttgüter mit einer starken Abweichung im Prozessverhalten gegenüber dem massiver Partikel gerechnet werden.

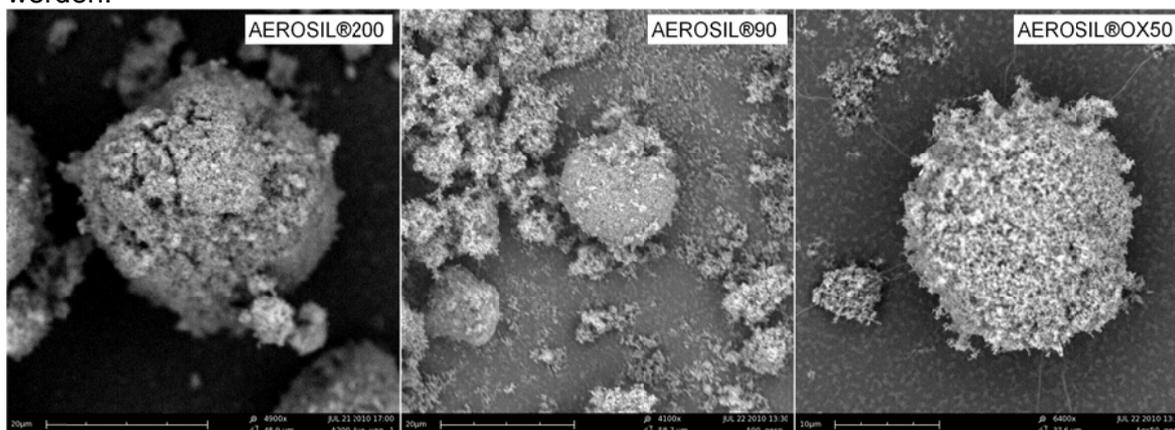


Abbildung 19: Agglomeratdarstellung (REM) der verwendeten Modellsubstanzen

Hydrophiles Aerosil® ist ein in der Praxis gängiges Beschichtungsmaterial. Eine sehr wichtige Eigenschaft, mit der die Anwendung als Fließregulierungsmittel begründet wird, ist die Feuchtigkeitsadsorption. Besonders bei hygroskopischen Materialien, die stark zum Verklumpen neigen, kommt dieser Effekt zur Wirkung. Dabei kann bis zu 40 % Feuchtigkeit durch Anlagern an die SiOH-Gruppen aufgenommen werden, ohne dass die Konsistenz des Pulvers negativ beeinflusst wird.

Bei Materialien mit rauen Oberflächen können durch Zugabe von z.B. Aerosil®200 fließverbessernde Effekte durch die Ausfüllung der Unebenheiten und die Verminderung der mechanischen Verhakung festgestellt werden [OSW2005]. Ein typisches Beispiel dafür ist Feuerlöschpulver.

Negative Eigenschaften des hydrophilen Aerosil® sind nicht nur das stark kohäsive Verhalten, sondern dass es sich als elektrischer Isolator im Kontakt mit anderen Isolatoren (z.B. Kunststoffrohrleitungen) elektrostatisch auflädt. Diese Eigenschaft erschwert eine definierte Dosierung vor allem geringer Masseströme (< 1 g/min).

4 Versuchsmethode

4.1 Anlage

Als erster Schritt im Rahmen der praktischen Untersuchung sind Einarbeitungsversuche mit der Standardstrahlmahlanlage notwendig.

Aus den Einarbeitungsversuchen wurde abgeleitet, dass eine Anpassung der Anlage hinsichtlich der Verarbeitung der neuen Produktklasse Nanopartikelflocken zur Zielerreichung notwendig ist. Daraus folgend ist eine auf nanoskalige Modellsubstanzen und das Dispergierverfahren angepasste Versuchsanlage auf Basis der vorhandenen Strahlmahlanlage konzipiert und konstruktiv umgesetzt worden (siehe Abbildung 20).

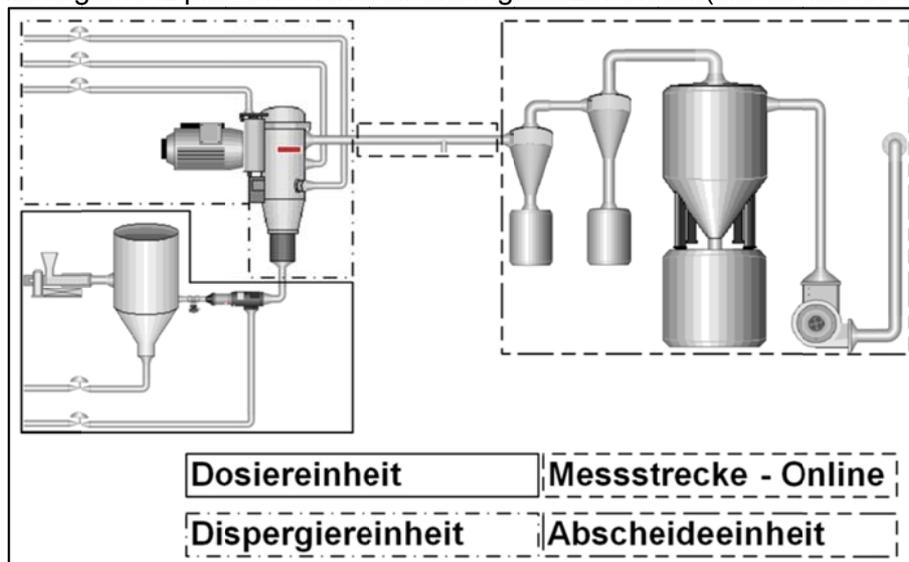


Abbildung 20: Anlagenschema

Zusammenfassend handelt es sich dabei um folgende Punkte.

Zum Eindosieren der Modellsubstanz in die Strahlmühle kommt ein modifiziertes Ejektorprinzip (in Abbildung 20 als **Dosiereinheit** bezeichnet) zum Einsatz, da der standardmäßig verwendete Schneckendosierer aus verfahrenstechnischer Sicht für das sehr feinkörnige und kohäsive Ausgangsmaterial ungeeignet ist (vgl. Kapitel 4.2).

Die **Dispergiereinheit** auf Basis einer Fließbettgegenstrahlmühle (Labormaßstab) der Fa. Alpine wurde gemäß der neuen Dosiereinheit umkonstruiert (vgl. Kapitel 4.3). Des Weiteren war es mit der ursprünglichen Prozessführung und -überwachung nicht möglich, mit dem Nanomaterial einen stabilen Prozess zu fahren. Daraus folgend wurde das am Ende der Prozesskette arbeitende Gebläse durch ein leistungsstärkeres sowie regelbares ersetzt (Fa. Becker). Das so für die Prozessstabilisierung eingesetzte Aggregat sorgt dabei über einen Soll-/Ist-Vergleich des Drucks im Raum der Dispergiereinheit (Mahlraum) und der damit verbundenen Nachregelung der Gebläsedrehzahl (Frequenzumrichter mit integriertem PID-Regler) für einen konstanten Saugbetrieb durch die gesamte Anlage. Dies erweist sich als die optimale Lösung, da die Schwankungen der prozessrelevanten Einflussgrößen (z.B. Dispergierluftdruck, versch. Spülluftdrücke, Sichtraddrehzahl, Treibluftvolumenstrom Ejektor, ansteigender Druckverlust in der Abscheideeinheit etc.) kompensiert werden.

Mit der Realisierung des kombinierten Messsystems (vgl. Kapitel 2.4, 2.5, 4.4) und der neuen Prozessführung und -überwachung besteht eine umfangreiche Messwerterfassung sowie Anlagensoftware, die es ermöglicht, alle erfassbaren prozessrelevanten Einflussgrößen und Parameter (Mahlluftdruck; Sichtraddrehzahl; Temperaturen, Luftfeuchtigkeit, Drücke in Prozess und Umgebung) zu erfassen, zu verarbeiten und für entsprechende Auswertungen zur Verfügung zu stellen.

Des Weiteren wird die für den Betrieb der Anlage benötigte Druckluft mittels eines im Rahmen der Arbeit angeschafften Adsorptionstrockners aufbereitet, wodurch über die Versuchslaufzeit konstante Luftfeuchten unter 0,1 % rel. L.F. möglich sind (siehe Abbildung 21).

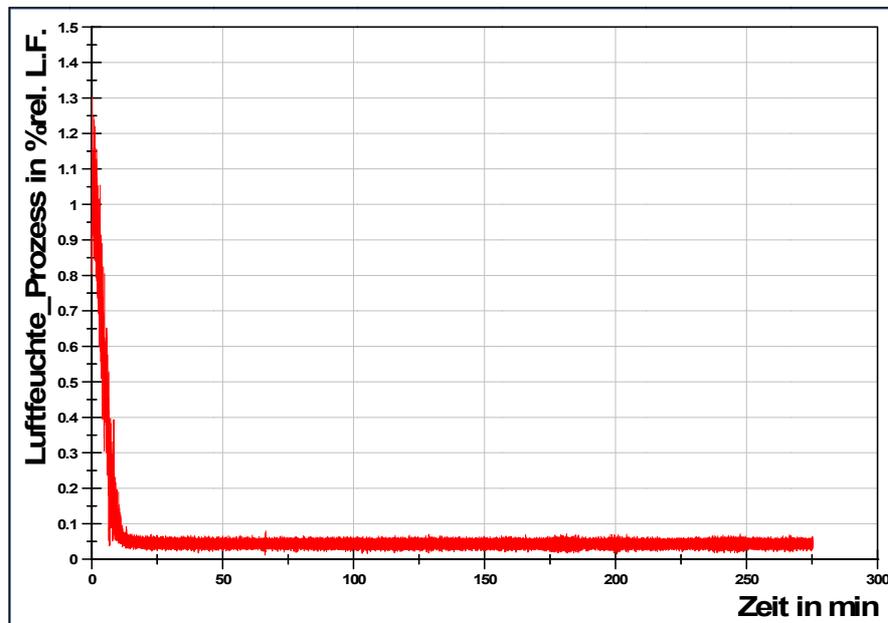


Abbildung 21: Verlauf der Prozessluftfeuchte über der Prozesszeit in % rel. L.F.

4.2 Modifizierte Dosiereinheit

Standardmäßig kommt für die Dosierung in eine Fießbettgegenstrahlmühle AFG100 ein Schneckendosierer vom Typ S200 oder S210 der Fa. K.Tron Soder zum Einsatz. Das erste Problem ist die Dosierung in ein druckabhängiges System. Das heißt, bei geschlossenem System bildet sich über dem Materialspiegel im Vorratsbehälter ein Unterdruck, der in Zusammenhang mit der spezifisch sehr leichten Schüttung aus Aerosilagglomeraten alles über dem Schneckenkanal befindliche Material als Pfropfen zurückhält. Dieser Effekt wird durch einen Druckausgleich mittels einer Verbindung zwischen Mahlraum, in den dosiert wird, und dem oberen Bereich des Vorratsbehälters beseitigt.

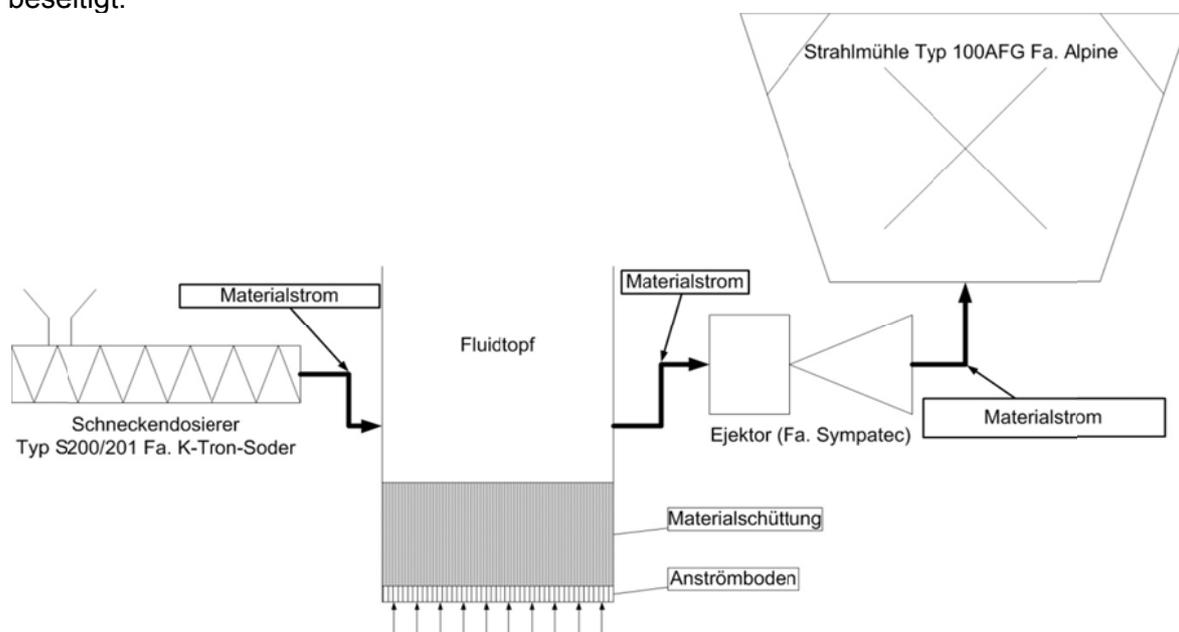


Abbildung 22: Prinzipskizze Dosiersystem

Das nächste Problem ergibt sich aus der granulometrischen Beschaffenheit der Substanzklasse Nanopartikelflocken. Das Material wird standardmäßig in der Mitte des Mahlraums aufgegeben und soll infolge der Trägheit der Materialpartikel in die Beanspruchungszone transportiert werden. Die verwendeten Substanzen erfüllen diese Bedingungen nicht.

Um eine Funktionsweise der Strahlmühle, also der Beanspruchungszone, als Dispergiereinheit zu prüfen, muss die Modellsubstanz durch die Beanspruchungszone zwangsgeführt werden. Dies gelingt über das im Folgenden beschriebene modifizierte Ejektorprinzip (vgl. Abbildung 22).

Eine solche Zwangsführung des Aufgabematerialstroms über einen Ejektor in die Mühle entspricht bei Spezifikationen mit feinen Schüttgütern dem technischen Stand beim Bau derartiger Mühlen. Die Neuerung besteht in der Vorlage des Schüttgutes über einen Zwischenbehälter (Fluidtopf), um auch sehr geringe definierte Massenströme zu realisieren (vgl. Abbildung 22).

Das betrachtete sehr feine Material wird dabei in einem Fluidbett verwirbelt und die erzeugte Aerosil®-Luft-Dispersion mittels Ejektor (Prinzip Strahlpumpe) abgesaugt und in den Mahlraum dosiert. Das Ziel dieser Vorgehensweise ist eine für den Desagglomerationsprozess in der Strahlmühle notwendige hohe Dosierkonstanz des Materialstroms. Dazu muss zum einen der Dosiervolumenstrom stabil sein und zum anderen die Aerosilkonzentration im Fluidbett konstant gehalten werden. Die erste Anforderung ist leicht zu erfüllen, solange die Strahlpumpe nicht verstopft. Besonders anfällig für eine Verstopfung mit Aerosil® ist das Sperrventil zur Abschaltung der Dosierung, welches sich zwischen Fluidtopf und Strahlpumpe befindet. Das mit der Anlagenregelung verbundene automatische Ventil dient dabei einem Schutz bei plötzlich auftretenden Druckschwankungen vor allem in den Überdruckbereich im Mahlraum. Die maximalen Massenströme, die ohne Verstopfungsrisiko möglich sind, werden in Vorversuchen ermittelt.

Die Anforderung, die Feststoffkonzentration im Fluidbett konstant zu halten, wird dadurch erfüllt, dass die von der Strahlpumpe angesaugte Materialmenge quasikontinuierlich von einem Schneckendosierer wieder in das Fluidbett nachdosiert wird. Der Fluidtopf, in dem das Fluidbett erzeugt wird, steht auf einer Waage und ist soweit wie möglich von anderen Anlagenteilen abgekoppelt, um äußere Einflüsse auf den Wiegeprozess zu minimieren. Solange die Masse des Fluidtopfes und des darin befindlichen Fluidbettes konstant bleiben, ist die Masse an Versuchsgut im Fluidbett konstant. Da der Luftvolumenstrom zur Erzeugung des Fluidbettes (Erfahrungswert je nach Material) konstant gehalten wird, bleibt auch die Massenkonzentration des Aerosils im Fluidbett konstant.

Die Entnahme der Aerosil-Luft-Dispersion erfolgt mit einer Entnahmelanze knapp oberhalb der erkennbaren Trennfläche von hoher und niedriger Aerosilkonzentration. Der Grund hierfür ist, dass bei einer Absaugung im Bereich hoher Konzentration sofort eine Verstopfung der Entnahmelanze des Ejektors eintritt. Im Fokus steht ein zweckmäßiges Mittelmaß.

Der Ejektor selbst kann mit verschiedenen Spaltweiten und Treibluftvolumenströmen betrieben werden, um die gewünschte Aerosilkonzentration für den Dispergierprozess einzustellen.

Aus verfahrenstechnischer Sicht stellt das realisierte System eine komplexe Neuerung dar und muss auf die neue Produktklasse Nanopartikelflocken kalibriert werden. Die Kalibration wird im Folgenden anhand der Modellsubstanz Aerosil®200 dargestellt.

Es gilt die Voraussetzung, dass der Dosiermassenstrom bei einer Einstellung nicht schwankt. Diese Vorgabe wird über zwei Maßnahmen umgesetzt. Zum einen wird die Dosierschnecke so eingestellt, dass die Masse an Aerosil®, die sich im Fluidtopf befindet, konstant bleibt. Es wird also immer so viel nachdosiert, wie auch entnommen wird. Zum anderen wird die Aerosilwirbelschicht immer mit dem gleichen Luftvolumenstrom von 100 l_N/min erzeugt. Dadurch befindet sich die Grenze zwischen hoher und niedriger Feststoffkonzentration der Wirbelschicht immer in der gleichen Höhe. Die Absaugsonde selbst befindet sich etwa 1 cm oberhalb dieser Grenzschicht. Andernfalls verstopft die Strahlpumpe wegen der hohen Feststoffkonzentration sofort und es kann keine Dosierung in den Mahlraum stattfinden.

Um diese Vorgaben zu erfüllen, werden zuerst die Parameter der Strahlpumpe gewählt. Dann wird die Dosierschnecke so eingestellt, dass sich die Masse an Aerosil® im Fluidtopf, die mit einer Waage gemessen wird, nur geringfügig ändert. Ändert sich die Masse im Versuchsverlauf zu stark, wird die Einstellung der Dosierschnecke entsprechend geändert und der Versuch wiederholt.

Im Fluidtopf befinden sich zu Versuchsbeginn 200 g Aerosil® und eine Änderung um ± 10 g, also 5 % der Ausgangsmasse, wird noch toleriert.

Kalibrierung der Dosierschnecke

Um den Dosiermassenstrom $\dot{m}_{Schnecke}$ in Abhängigkeit von der Drehzahleinstellung der Dosierschnecke genau angeben zu können, ist es nötig, diese Größen in Vorversuchen zu kalibrieren. Dazu wurden alle Drehzahleinstellungen k_{DS} zwischen 0,4 und 1,0 (Potentiometereinstellung) mehrfach für etwa 40 Minuten eingestellt. Während dieser Versuche wurde das Aerosil® im Fluidtopf nicht fluidisiert und abgesaugt. Somit lässt sich aus der Massenzunahme im Fluidtopf der Dosiermassenstrom $\dot{m}_{Schnecke}$ ableiten. Sämtliche Versuche wurden unter den gleichen Ausgangsbedingungen durchgeführt. Der Fluidtopf wird ausgeleert, sobald ein weiteres Anwachsen des Haufwerkes die Dosierschnecke zu behindern droht. Dies ist nach zwei bis drei Versuchen, je nach Drehzahleinstellung, nötig. Die Massenzunahme im Fluidtopf erfolgt linear und steigt analog mit zunehmenden Drehzahleinstellungen k_{DS} an. Im Diagramm in Abbildung 23 sind als Messpunkte alle mittleren Dosiermassenströme der Vorversuche eingetragen.

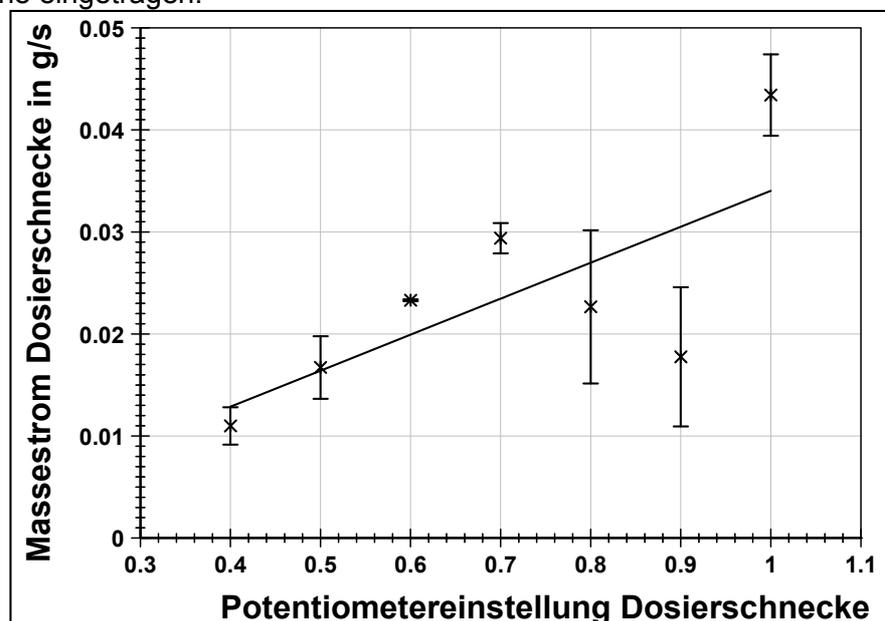


Abbildung 23: Kalibrierkurve des Schneckendosierers S210 der Fa. K-Tron Soder

Die durchgezogene Linie repräsentiert die Regressionsfunktion, nach der die Abhängigkeit $\dot{m}_{Schnecke}$ ausgewertet wird. Die Kalibrierkurve gehorcht folgender Gleichung:

$$\frac{\dot{m}_{Schnecke}}{g/s} = -0,0096 + 0,053 k_{DS}$$

Formel 46

Es ist erkenntlich, dass die Dosiermassenströme, vor allem im Bereich $k_{DS} > 0,7$, stark schwanken. Zu begründen ist dies mit der Positionierung der verwendeten digitalen Waage (Prinzip „Biegebalken“ mit Dehnungsmessstreifen) zur zeitnahen Messung der Materialmenge im darauf stehenden Zwischenbehälter (Fluidtopf) zur Dosierschnecke, die Material in den Zwischenbehälter nachdosiert. Der Schneckendosierer arbeitet mechanisch entkoppelt vom Fluidtopf. Bei hohen Schneckendrehzahlen werden, wie es an den Schwankungen zu erkennen ist, gewisse Schwingungen der rotierenden Schnecke auf die Waage übertragen.

Kalibrierung Dosiersystem Ejektor

Der Ejektor selbst verfügt über keine Möglichkeit, den durchgesetzten Massenstrom an Aerosil® zu messen. Deshalb wird darauf zurückgegriffen, dass die im Fluidtopf enthaltene Materialmenge immer gemessen wird und nun auch der Aerosilmassenstrom aus der Dosierschnecke nach Formel 47 bekannt ist. Nun können für jede gewünschte Einstellung der Strahlmühle Versuche durchgeführt werden, bei denen die Massenabnahme im Fluidtopf über der Zeit aufgezeichnet wird. Der mittlere Dosiermassenstrom an Aerosil® in den Mahlraum ergibt sich folglich aus der Massendifferenz im Fluidtopf $\Delta m = m_{\text{Start}} - m_{\text{End}}$ über der Zeit Δt und dem bekannten Dosiermassenstrom der Schnecke $\dot{m}_{\text{Schnecke}}$:

$$\dot{m}_D = \dot{m}_{\text{Schnecke}} + \frac{m_{\text{Start}} - m_{\text{End}}}{\Delta t}$$

Formel 47

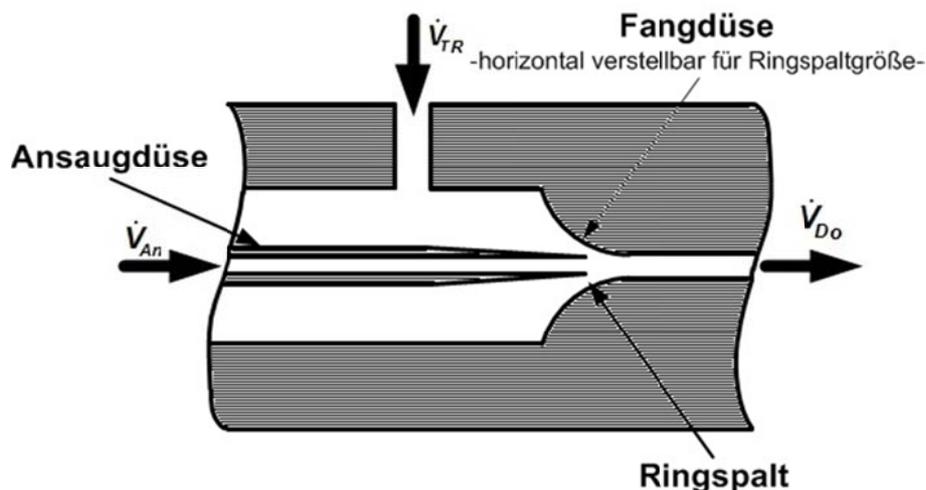


Abbildung 24: Prinzipskizze Ejektor Fa. Sympatec

Im Fokus steht eine möglichst minimale Massedifferenz im Fluidtopf.

An dem Dosiersystem Strahlpumpe, schematisch in Abbildung 24 dargestellt, können folgende Einstellungen zur Beeinflussung des Dosiermassenstromes verändert werden:

- der Treibluftvolumenstrom \dot{V}_{TR} und
- die Spaltweite des Ringspaltes k_{Sp} .

Der jeweils mögliche Wertebereich des Treibluftvolumenstroms ist stark von der Größe des Ringspaltes abhängig. In den Versuchen wird immer der gesamte mögliche Wertebereich untersucht. Die Spaltweite des Ringspaltes kann bei der verwendeten Strahlpumpe nicht angegeben werden. Diese Einstellung ist nur anhand einer Skala für k_{Sp} ablesbar:

1 (kleinster Spalt) < k_{Sp} < 9 (größter Spalt)

Ziel ist es, für eine Spaltweite eine möglichst breite Abhängigkeit der Art $\dot{m}_{Do} = f(\dot{V}_{TR})$ zu kalibrieren:

$$\dot{m}_{Do} = A + B \cdot \dot{V}_{TR}$$

Formel 48

Damit ergeben sich bis zu neun verschiedene mögliche Kennlinien. In einigen Tests mit reiner Luft und Aerosil® hatte sich gezeigt, dass die kleineren Spaltstellungen zwar relativ wenig Treibluft für einen gewünschten Saugvolumenstrom benötigen, allerdings aus diesem Grund sehr anfällig sind gegen eine spontane Verstopfung mit Aerosil®. Außerdem bedeutet der deutlich kleinere Wertebereich für den Treibluftvolumenstrom eine schwierigere Regelbarkeit. Das Diagramm in Abbildung 25 zeigt Ergebnisse der Versuche mit Reinfluft als Dosierluftvolumenstrom.

Man erkennt, dass die kleineren Spaltweiteinstellungen neben der sehr steilen Kalibrationskurve auch einen eingeschränkten Wertebereich für den Dosierluftvolumenstrom haben. Das ist mit dem im Spalt des Ejektors anliegenden Differenzdruck zu begründen. Dieser wird größer als der Vordruck des Treibluftreservoirs.

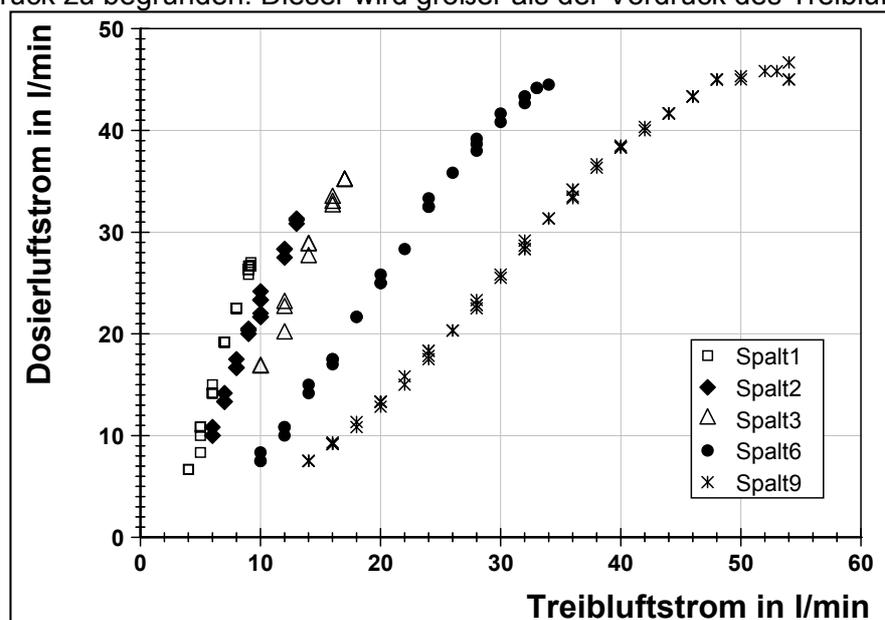


Abbildung 25: Reinluftdosierung mit der Strahlpumpe bei verschiedenen Spalteinstellungen

Damit kann der Treibluftvolumenstrom nicht weiter gesteigert werden und auch der Dosiervolumenstrom ist nach oben begrenzt. Im Gegensatz dazu überstreichen die Kurven der Spaltstellungen 6 und 9 beide den gesamten Messbereich.

Im Folgenden wird eine Ableitung der Daten bei Spaltstellung $k_{Sp} = 6$ exemplarisch näher betrachtet.

Im Betrieb mit einem feststoffbeladenen Dosierstrom werden Versuche herangezogen, bei denen über Zeitspannen von 15 bis 45 Minuten die Füllmenge im Fluidtopf überwacht wird. Die Treibluftvolumenströme werden im Wertebereich von 15 l_N/min bis 35 l_N/min in Schritten von 5 l_N/min untersucht, wobei der Versuch für jeden Treibluftvolumenstrom fünfmal durchgeführt wurde.

Um eine Verfälschung der im Fluidtopf befindlichen Massen zu Versuchsbeginn und zum Versuchsende zu vermeiden, wird nach Beginn der Aufzeichnung 20 s gewartet, bis der Fluidtopf aktiviert wird. Ebenso werden nach dem Abschalten der Wirbelschicht noch 20 s lang Messwerte aufgezeichnet. Die Werte der Aerosilmasse im Fluidtopf dieser beiden Intervalle werden jeweils gemittelt und dann als m_{Start} und m_{End} benutzt. Die dazu benötigte Zeit von 40 s wird von der gesamten Messzeit abgezogen, um Δt zu ermitteln.

Die in dieser Zeit dosierte Menge an Aerosil® kann vernachlässigt werden, da $\dot{m}_{Schnecke}$ für alle untersuchten Fälle kleiner als 0,03 g/s ist. Maximal können also in diesen 40 s 1,2 g zudosiert werden, ein Anteil von weniger als 1 % der insgesamt im Topf befindlichen Masse an Aerosil® von etwa 200 g. Sind die Massen zu Versuchsbeginn und -ende ermittelt, werden daraus nach Formel 48 die jeweiligen mittleren Dosiermassenströme berechnet.

Das Diagramm in Abbildung 26 zeigt die gewonnenen Ergebnisse bei Spaltstellung 6. Zu erkennen sind die Mittelwerte mit jeweils dazugehörigem Fehlerintervall des Dosiermassenströms. Letztere verdeutlichen auftretende Schwankungen. Trotz dessen ist ein deutlicher, fast linearer Anstieg (Bestimmtheit 97 %) des Massenstroms mit zunehmendem Treibluftvolumenstrom abzuleiten.

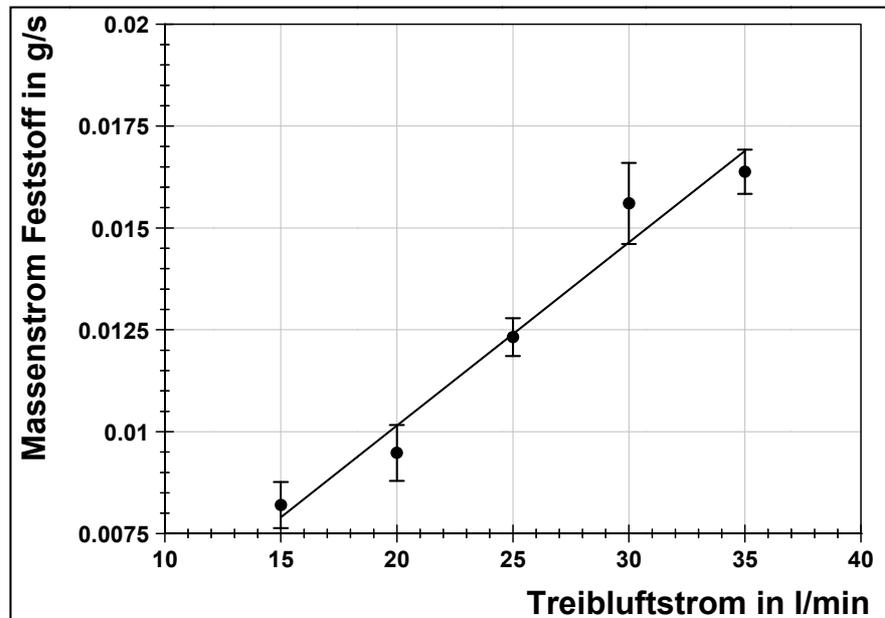


Abbildung 26: Ergebnisse der Massenstromkalibration in der Strahlpumpe für $k_{Sp} = 6$

Die Kenntnis dieser Kalibrierkurven wird dazu genutzt, eine Entscheidungsmatrix zu erstellen, nach der für die gewünschten Betriebsbedingungen von Mahlluftdruck (Luftvolumenstrom) und Feststoffbeladung die einzustellenden Geräteparameter ermittelt werden können. Besonders zu beachten ist, dass nicht für alle Mahlluftdrücke alle Feststoffbeladungen realisiert werden können, da der Durchsatz der Strahlpumpe begrenzt ist. Es können zuverlässig keine Aerosilmassenströme größer als ca. 0,016 g/s dosiert werden (vgl. Abbildung 26). Die Dosierschnecke hingegen hat genügend Spielraum, um alle gewünschten Aerosilmassenströme zu dosieren. Dies kann jedoch nur dann genutzt werden, wenn der entsprechende Durchsatz auch von der Strahlpumpe gefördert werden kann. Hinsichtlich der Aufgabenstellung der Dispergierung von Additiven wie Aerosil® sind die mittels der Dosiermethode erreichbaren Massenströme und daraus folgenden Konzentrationen praxisnah.

4.3 Adaption des Prozessraums

Der im unteren Bereich des Prozessraums nötige Umbau bezieht sich auf die Anwendung des unter Kapitel 4.2 beschriebenen Dosiersystems.

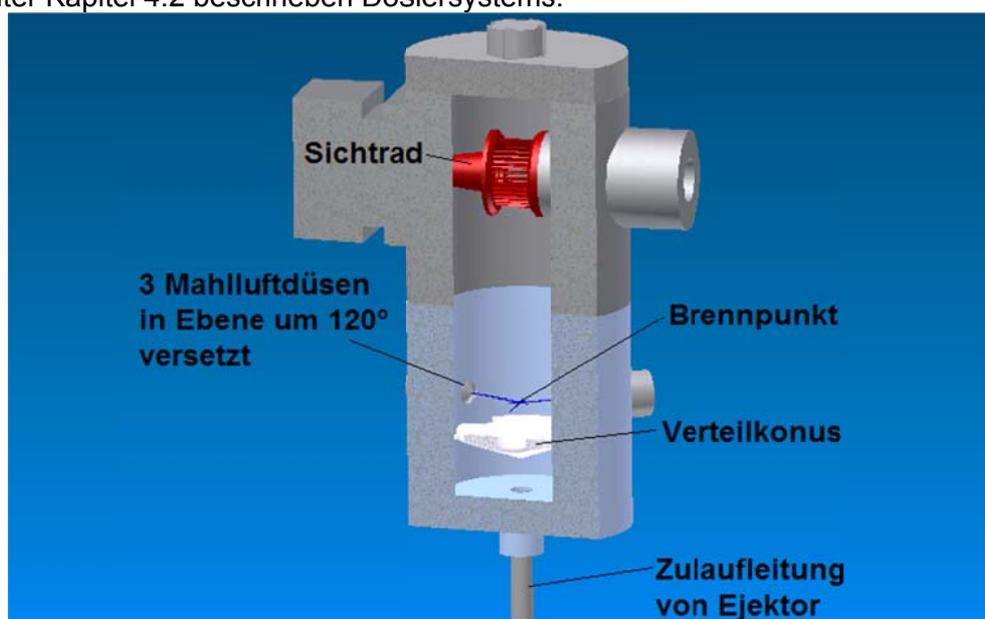


Abbildung 27: Räumliche Skizze der Fließbettgegenstrahlmühle 100 AFG nach Umbau - Ansicht von vorn

Die Modells substanz wird als Aerosol über das neue Dosiersystem von unten in den Prozessraum aufgegeben (vgl. Abbildung 27).

Die drei Mahlluftdüsen sind in der neuen Anordnung in einer Ebene um 120° versetzt angebracht. Nach dem Umbau wurde darauf geachtet, dass sich der Brennpunkt an derselben Stelle befindet (vgl. Abbildung 27 mit Abbildung 5). Das eingedüστε Material wird den Luftfreistrahlen gleichmäßig und ohne Durchschießen zugeführt. Diese Strömungsführung der Aufgabe wird unter den Mahlluftdüsen mit einem Verteilkonus mit Aussparungen an den Einläufen der drei Düsen realisiert (vgl. Abbildung 27), um ein Durchschießen des Aufgabestroms zu vermeiden.

4.4 Adaption der Online-Messstrecke

Strömungsbedingungen in der Messstrecke

In der industriellen Praxis wird die Meinung vertreten, dass eine feststehende Sonde zur Teilstromentnahme nur verwendet werden darf, wenn in der Rohrströmung entsprechende Strömungsverhältnisse vorhanden sind, die wiederum eine gleichmäßige Verteilung der Aerosoleigenschaften (Partikelgrößenverteilung, Feststoffbeladung) über den Rohrquerschnitt gewährleisten [RÖT1999]. Unter anderen Umständen ist eine solche Probenahmemethode als nicht repräsentativ zu werten. Hier wird auf entsprechende dynamische Probenahmemethoden, wie sie z.B. der Probenkoppler TWISTER der Fa. Sympatec darstellt, verwiesen [RÖT1999], [HÜB1998].

Im Fall der Fließbett-Gegenstrahlmühle AFG100 ergibt sich während des Prozesses im Rohr hinter dem Feingutauslass (Messstrecke) bedingt durch das davor rotierende Sichtrad (vgl. Abbildung 27) eine freie Wirbelströmung [FÜC2006].

Bei Untersuchungen zur Online-Messung der Partikelgröße in der Förderleitung hinter einer Spiralstrahlmühle bestand wegen einer solchen drallbehafteten Strömung das Problem, aus der Förderleitung repräsentativ eine Probe zu entnehmen [MAH1997]. Die Vergleichmäßigung der Strömung mittels einer venturiartigen Rohrverengung und vier symmetrisch angebrachten Leitflügeln stellte im Vergleich mit Versuchen ohne diese Modifizierung eine erhebliche Verbesserung dar. Die Messergebnisse bei den Probenahmen mit einer Fingersonde bei Vergleichmäßigung der Strömung zeigten, dass die Position der Sonde über dem Rohrquerschnitt bei einem Flächenverhältnis von Entnahmesonde zu Förderleitung von 1/200 oder mehr keinen Einfluss auf die Messergebnisse hat.

Für eine Vergleichmäßigung der drallbehafteten Strömung wird am Einlauf in die Messstrecke ein sog. Drallkreuz mit einem Länge-Durchmesser-Verhältnis von 1 (31mm/31mm) eingesetzt. Diesbezüglich konnte visuell und auch durch Messen der Strömungsprofile ohne und mit Drallkreuz (vgl. Abbildung 28) eine Vergleichmäßigung durch das Drallkreuz nachgewiesen werden. Die Strömungsprofile wurden dabei mit der sog. Prandtl-Methode (dynamischer Staudruck p_D) über eine Netzmessung [VDI2066] und bei verschiedenen Sichtraddrehzahlen n_{SR} in U/min ermittelt.

Aus den Ergebnissen ohne Drallkreuz (vgl. Abbildung 28a) zeichnet sich wie erwartet [MAH1997] eine ausgeprägte Druckverteilung im Strömungsrohr ab.

In der Drallströmung werden die Fluidteilchen infolge der wirkenden Fliehkräfte nach außen gedrückt, wodurch der gemessene Druck p_D nach außen hin immer größer wird. Hingegen sinkt p_D in Richtung zur Achse des Strömungsrohres und mit steigender Sichtraddrehzahl immer stärker ab.

Bei näherer Betrachtung der Diagramme ist zu sehen, dass sich bei einer Sichtraddrehzahl von 6000 U/min am Messpunkt 4 in Rohrmitte und für die beiden größten Sichtraddrehzahlen bei den drei innen liegenden Messpunkten 3, 4 und 5 für beide Messachsen negative Werte für den dynamischen Staudruck p_{dy} ergeben. Aus den Verläufen in Abbildung 28 a) ist also zu erkennen, dass sich mit steigender Sichtraddrehzahl zur Rohrachse hin ein immer größer werdender Unterdruck aufbaut.

Die sich so ergebende Druckverteilung bewirkt, dass an den einzelnen Wandbohrungen des Prandtl-Staurohres unterschiedliche Drücke anliegen, die zu wechselseitigen Querströmungen im Staurohr führen können. Hieraus folgend müssen weitere Abweichungen vom wahren Mittelwert der Staudrücke p_D erwartet werden [ECK1997, S. 27-32].

Die Diskussion der Befunde unter Berücksichtigung der strömungsmechanisch relevanten Fakten ergab, dass die Ergebnisse ohne Drallkreis dennoch verwendet werden können, da sie die real vorherrschenden Strömungsverhältnisse widerspiegeln.

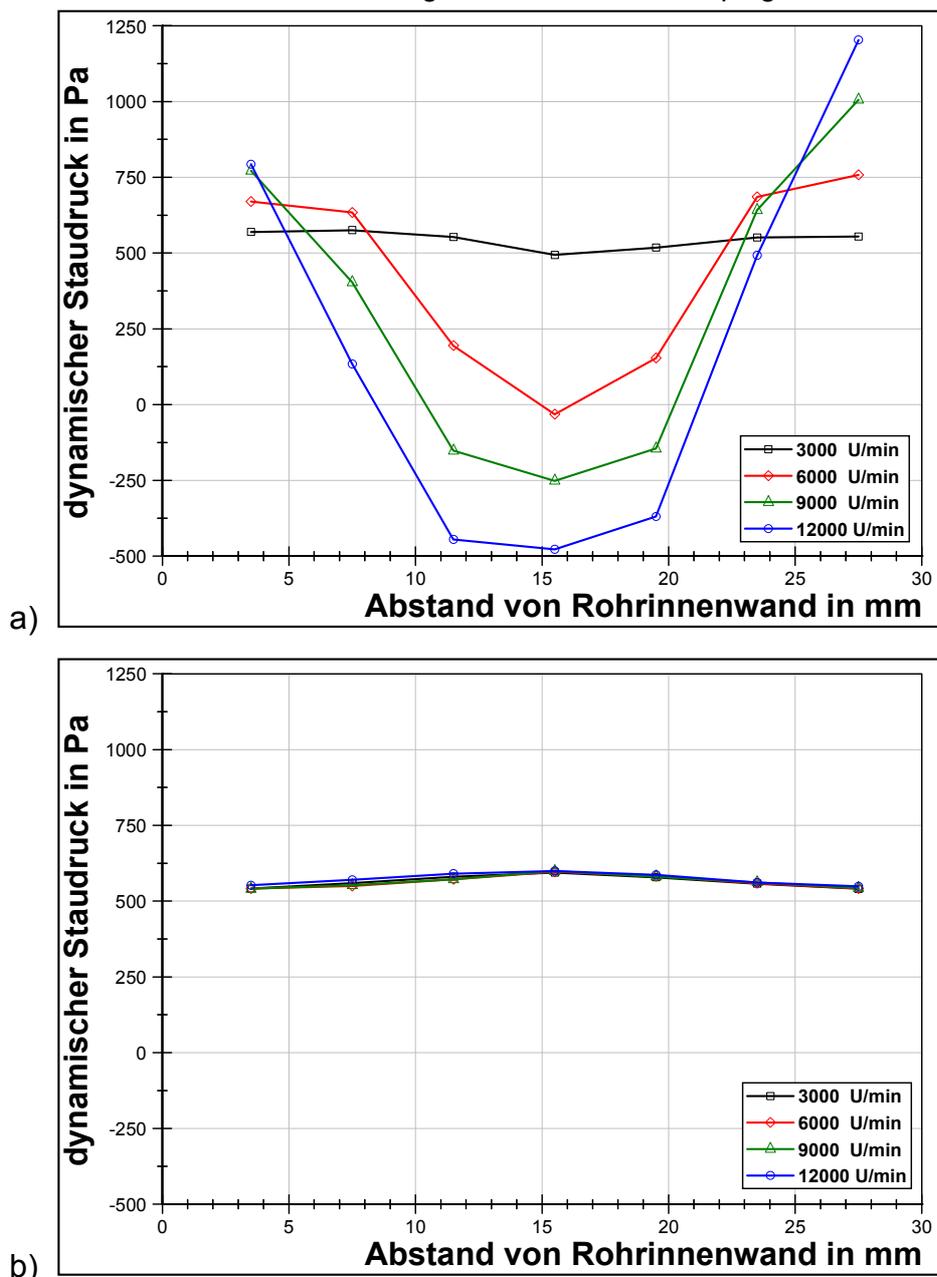


Abbildung 28: horizontale Strömungsverhältnisse a) ohne und b) mit Drallkreis

Die Versuchsergebnisse mit Drallkreis (vgl. Abbildung 28 b) machen deutlich, dass der Drall gebrochen und eine Vergleichmäßigung der Strömung (turbulentes Profil) durch das Kreuz erzielt wird. Auch wird das Strömungsprofil statistisch sicher nicht länger von der Sichtraddrehzahl beeinflusst.

Teilstromentnahme über Verdünnungssystem

Die isokinetische Teilstromentnahme in der selbstentwickelten Messstrecke erfolgt über eine (wie oben beschriebene) Fingersonde und ein Verdünnungssystem der Fa. Palas (vgl. Abbildung 29).

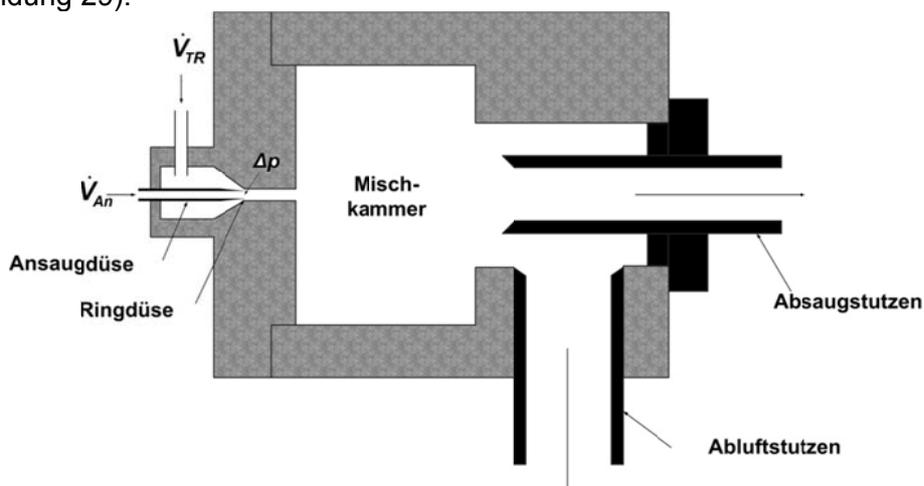


Abbildung 29: Verdünnungsstufe VKL10 der Fa. Palas

Die für die verwendeten Online-Messgeräte max. mögliche Feststoffkonzentration macht den Einsatz eines Verdünnungssystems notwendig. Im Großen und Ganzen funktioniert die Absaugung des Teilstroms nach dem Ejektorprinzip [LÖD1988]. Hierbei strömt die Treibluft mit dem Volumenstrom \dot{V}_{TR} durch die Ringdüse. Die Querschnittsverengung bewirkt eine Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit, wodurch an der Spitze der Ansaugdüse in Richtung Mischkammer ein Unterdruck resultiert. Somit wird je nach Treibluftvolumenstrom und Geometrie (Ringspaltquerschnitt) ein bestimmter Ansaugvolumenstrom erzeugt. Der mit Partikeln beladene Ansaugstrom vermischt sich in der Mischkammer mit partikelfreier Frischluft.

Der Verdünnungsfaktor w ergibt sich dabei aus folgendem Volumenstromverhältnis:

$$w = \frac{(\dot{V}_{TR} + \dot{V}_{an})}{\dot{V}_{an}}$$

Formel 49

Kaskadiert sind laut Literaturangaben Verdünnungsfaktoren bis Faktor 10000 möglich [LÖD1988].

Für die Partikelgrößenbestimmung wird aus der Mischkammer ein isokinetischer Teilstrom des verdünnten Aerosols über ein externes Pumpensystem zur Messzone transportiert.

Hierbei ist zu beachten, dass beim vorliegenden Prozess je nach gewählten Hauptprozessparametern (Mahlluftdüsenvordruck p_0 in bar, später als p_{ML} , wie Mahlluft, bezeichnet; Sichtraddrehzahl n_{SR} in U/min) ein entsprechender Unterdruck in der Messstrecke, aus der ein Teilstrom über das Verdünnungssystem entnommen wird, anliegt (vgl. Abbildung 30).

So ist mit dem max. möglichen Unterdruck des Verdünnungssystems von 100 mbar (rote Grenzlinie in Abbildung 30) für die Teilströme mit den darunter liegenden Prozesseinstellungen eine entsprechende Korrekturrechnung des Verdünnungsfaktors möglich.

Das heißt z.B., von einem Druckunterschied zwischen Messstrecke und Verdünnungssystem (Umgebungsbedingungen) von 0 mbar bis 78 mbar steigt der Verdünnungsfaktor für die werksseitig vorkalibrierte Verdünnungsstufe von 10 auf ca. 20 an, da bei gleichbleibendem Verdünnungs- oder Treibluftvolumenstrom \dot{V}_{TR} und steigendem Druckunterschied immer weniger Aerosolvolumenstrom \dot{V}_{an} aus der Messstrecke angesaugt wird.

Wird der kritische Wert von 100 mbar (Unterdruck in der Messstrecke $p_{u,MS}$) überschritten, da eine zu hohe Sichtraddrehzahl und/oder ein zu hoher Düsenvordruck einen entsprechend hohen Druckverlust mit sich bringen (Regelung auf konstanten Unterdruck im Mahlraum/Dispergiereinheit; siehe Kapitel 4.1 und 5.6), resultiert daraus ein Umkehreffekt bei der Teilstromentnahme.

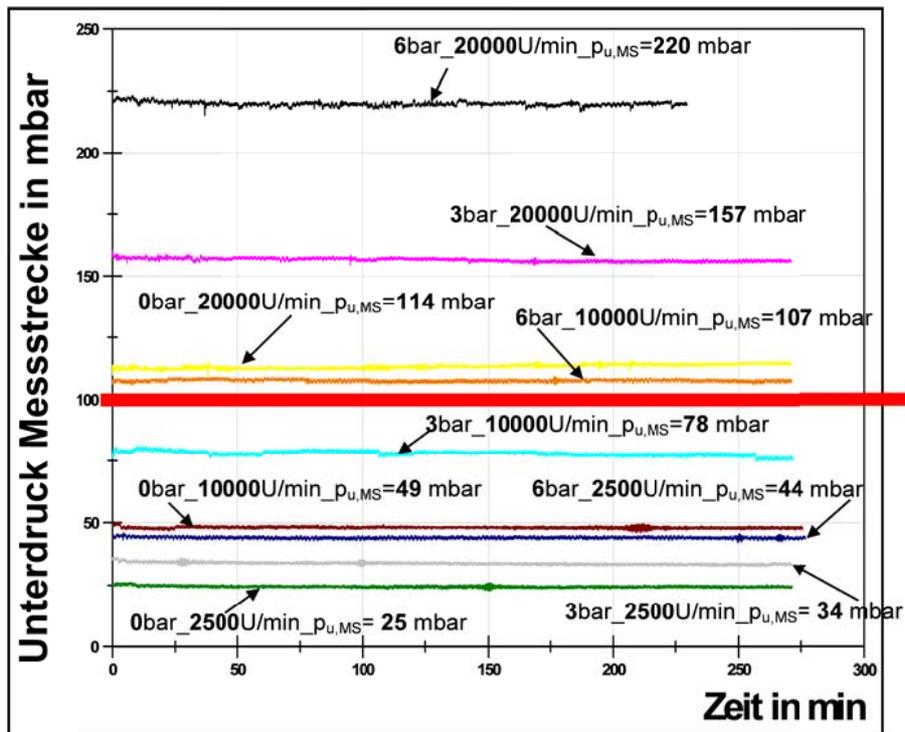


Abbildung 30: Unterdruck in Messstrecke über der Versuchszeit für verschiedene Mahlluftdrücke und Sichtraddrehzahlen

Das bedeutet, es wird nicht mehr aus der Messstrecke heraus-, sondern hereingesaugt. Daraus folgend ist eine an die Hauptprozessparameter angepasste Neukalibrierung des Verdünnungssystems durchzuführen. Von messtechnischer Seite wird dadurch grundsätzlich von einer präzisen Teilstromentnahme ausgegangen. Die Wirkung der Verdünnungsstufe als Desagglomerator ist aus energetischer Sicht marginal (vgl. Kapitel 4.5) und wird nicht näher berücksichtigt.

Verwendetes WIDE-RANGE-Online-Messsystem

Weiterhin wichtig für die Güte der Messergebnisse in Bezug auf Partikelgrößenverteilung und Feststoffbelastung ist das eingesetzte Messsystem.

Für den Nachweis der Dispersität anhand der Partikelgrößenverteilung kommt im Bereich der *Online-Partikelgrößenmessung* ein online-fähiges WIDE-RANGE-Messsystem in Anlehnung an die Arbeit von Friehmelt [FRI1999] zum Einsatz (vgl. auch Kapitel 2.4 und 2.5). Es handelt sich dabei um die mathematische Kombination eines **Scanning Mobility Particle Sizer** (SMPS) vom Typ SMPS+C der Fa. Grimm für den feinen Partikelgrößenbereich von $0,01 \mu\text{m}$ bis ca. $1 \mu\text{m}$ und einen optischen Weißlichtpartikelzähler vom Typ welas1100 der Fa. Palas für den Bereich von $0,6 \mu\text{m}$ bis ca. $40 \mu\text{m}$. Die von beiden Messgeräten erhaltenen Ergebnisse werden nach jeder beendeten Reihenmessung über eine selbstentwickelte Software wie folgt beschrieben (Kombinationsrechnung der WIDE-RANGE-Partikelgrößenanalyse) zusammengefasst. Mit diesem kombinierten Messsystem kann das hergestellte Produktaerosol im Bereich zwischen der Dispergiereinheit und der Abscheideeinheit der **Messstrecke** (vgl. Abbildung 31) online im Partikelgrößenbereich zwischen 10 nm und $42,17 \cdot 10^3 \text{ nm}$ betreffs seiner Dispersität charakterisiert werden.

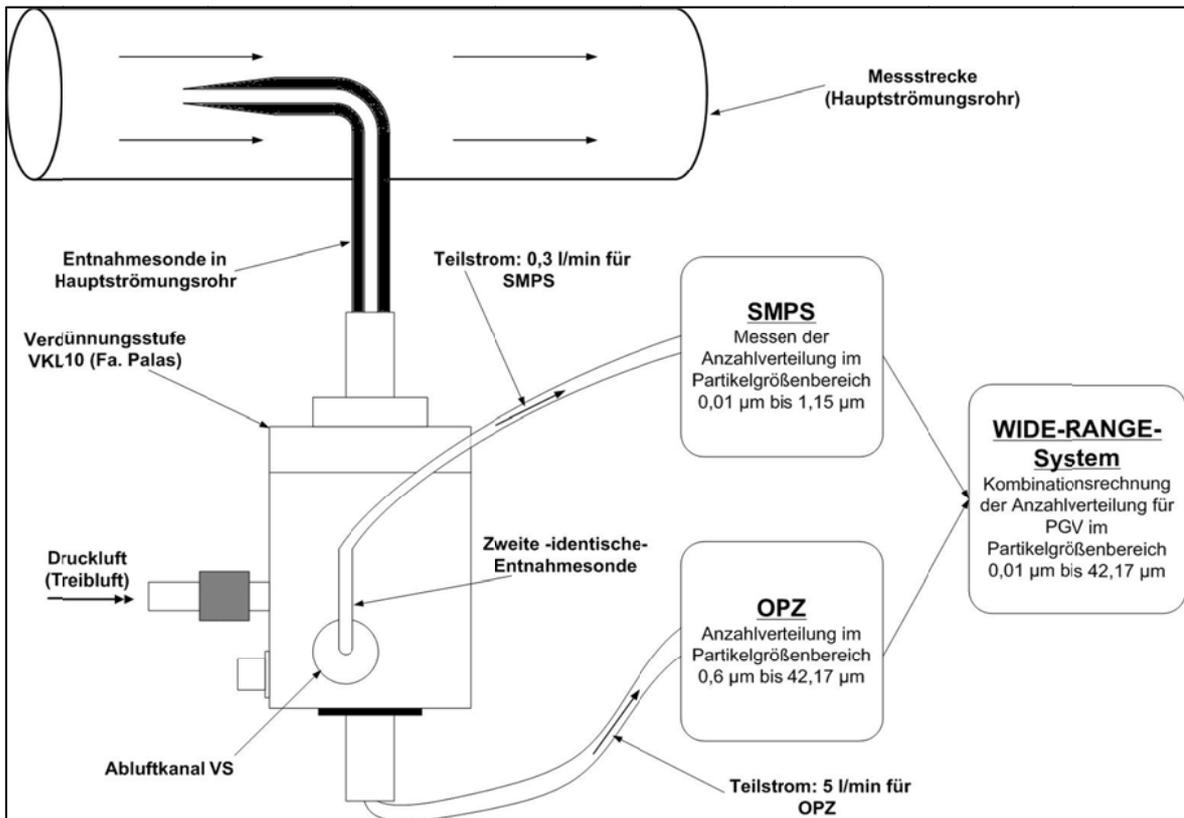


Abbildung 31: Prinzipskizze der im Rahmen des Projekts realisierten Messstrecke

Die eigentliche Funktionalität des WIDE-RANGE-Messsystems wird durch die Bereitstellung zweier gleichwertiger Teilströme für beide Messgeräte bestimmt. Je nach Feststoffbeladung im Hauptströmungsrohr wird der Teilstrom über Verdünnungsstufen vom Typ VLK10 (Verdünnungsfaktor 10 pro Stufe) kaskadiert mit bis zu 3 Stufen verdünnt. Die Verdünnungsstufe, die direkt über eine entsprechend konstruierte Fingersonde (z.B. [VDI1993a]) mit dem Hauptströmungsrohr verbunden ist, dient gleichzeitig zur Teilstromentnahme nach dem Ejektorprinzip. Auf eine isokinetische Teilstromentnahme kann infolge der geringen Trägheit der Modellsubstanzpartikel verzichtet werden. Trotz dieses Fakts werden für alle Messreihen konstante Bedingungen bei der Teilstromentnahme eingestellt.

Das aus dem Hauptstrom entnommene Aerosol wird in der Mischkammer der Verdünnungsstufe mit der Treibluff verdünnt. Je nachdem wie viele Stufen kaskadiert werden, wird der Teilstrom entweder über eine weitere Stufe oder die externe Pumpe des folgenden Messsystems aus der ersten Stufe entnommen. Die Probeströme für die beiden Messgeräte werden dann über ein im jeweiligen Messsystem integriertes Pumpensystem repräsentativ aus der letzten Stufe entnommen.

Dem Weißlichtpartikelzähler vom Typ welas1100 der Fa. Palas wird dazu über ein externes Pumpensystem standardmäßig ein Teilstrom aus dem Verdünnungssystem zugeführt. Beim SMPS vom Typ SMPS+C der Fa. Grimm liegt bezüglich der prinzipiellen Verarbeitung der granulometrischen Informationen ein wesentlich geringerer Saugvolumenstrom im System an, auf den vom Anwender her kein Einfluss genommen werden kann. Somit können beide Messgeräte nicht gleichzeitig mit einer Leitung versorgt werden. Deshalb wurde eine zweite baugleiche Entnahmesonde in den Abluftkanal des Verdünnungssystems integriert (vgl. Abbildung 31). Über das interne Pumpensystem des SMPS wird somit ein repräsentativer und von den granulometrischen Informationen her gleichwertiger Teilstrom gleicher Feststoffbeladung vermessen.

Unter dieser Probenahmebedingung wird aus beladungstechnischer und granulometrischer Sicht für beide Messgeräte der gleiche Teilstrom zur Verfügung gestellt.

Kombinationsrechnung der WIDE-RANGE-Partikelgrößenanalyse

In Kapitel 2.5 wurde erwähnt, dass die beiden verwendeten Messsysteme unterschiedliche Äquivalentdurchmesser messen. Das OPZ misst die Partikelgröße einer Kugel, die den gleichen Streulichtreflex erzeugt, während das DMA nach dem Durchmesser einer Kugel mit der gleichen elektrischen Mobilität analysiert. Um beide Partikelgrößen vergleichen zu können, muss eine Kalibration an einem Referenzgerät erfolgen [FRI1999]. Benutzt man nun eines der beiden Messgeräte als Referenzgerät, kann aus den in beiden Messgeräten ermittelten (verschiedenen) Partikelgrößenverteilungen eine Kalibrierkurve berechnet werden. Grundvoraussetzung hierbei ist jedoch, dass sich die Messbereiche beider Messgeräte überschneiden. Im vorliegenden Fall nimmt der Überschneidungsbereich beider Messgeräte $0,6 \mu\text{m} < x < 1,2 \mu\text{m}$ nur einen sehr kleinen Teil des gesamten Messbereichs ein. Daher ist es nicht sinnvoll, eine Kalibrierkurve zu erstellen, um beispielsweise die Mobilitätsdurchmesser in streulichtäquivalente Durchmesser umzurechnen.

Daraus folgend wird im vorliegenden Fall eine einheitliche Normierung der Partikelanzahlen in den einzelnen Partikelklassen für beide Messgeräte auf eine Partikelanzahl pro Volumeneinheit durchgeführt. Unter dieser Voraussetzung wird eine Kombination der Verteilungen im Übergangsbereich (5 Klassen) realisiert.

Für den Weißlichtpartikelzähler wird diesbezüglich eine Auswertung der Messdatenrohdateien über einen eigenen Algorithmus realisiert. Bezüglich des SMPS wurde in Zusammenarbeit mit der Herstellerfirma eine neue Software entwickelt, die eine automatisierte Zusammenführung der Ergebnisse erlaubt. Darüber hinaus ist mit dieser Software über eine Kommandodateisteuerung eine Kommunikation zwischen selbstentwickelter Anlagensoftware und Messgerät möglich.

Kontrolle WIDE-RANGE-Rechnung

In Rahmen der Untersuchungen wird grundsätzlich von einem vollwertig nutzbaren WIDE-RANGE-Messsystem ausgegangen. Dem Anwender muss diesbezüglich klar sein, unter welchen Bedingungen die Messungen stattfinden und dass Äquivalent- und keine Absolutpartikelgrößen gemessen werden (vgl. Kapitel 2.5). Die hierbei granulometrisch zu charakterisierende Produktklasse Nanopartikelflocken stellt bezüglich der Probenbereitstellung und der eigentlichen Partikelgrößenmessung in beiden miteinander verschalteten Messsystemen eine große Herausforderung dar.

Bei sorgfältiger Kalibration des Messsystems erhält man übereinstimmende Messergebnisse trotz unterschiedlicher physikalischer Prinzipien beider Geräte [FRI1999]. Der Fokus liegt dabei auf einer möglichst genauen Übereinstimmung der Anzahlkonzentrationen c_0 beider Messgeräte in dem sich überschneidenden Partikelgrößenbereich zwischen ca. $0,6 \mu\text{m}$ und $1,2 \mu\text{m}$.

Zur Überprüfung dieses Punktes wurden Testmessungen durchgeführt.

Abbildung 32 a) zeigt dazu einen Ausschnitt aus einem exemplarisch mit Aerosil® gemessenen Anzahlkonzentrationsverlauf für beide Messgeräte über den jeweils kompletten Partikelgrößenmessbereich. Die spezifische Anzahlkonzentration ist beim SMPS im sich überschneidenden Partikelgrößenbereich zwischen $0,6$ und $1,2 \mu\text{m}$ (5 Übergangsklassen) Prinzip bedingt höher. Beim verwendeten Weißlichtpartikelzähler (OPZ) liegt der untere Messbereich im sich überschneidenden Partikelgrößenbereich beider Messgeräte. Die untere Messbereichsgrenze ist beim OPZ dadurch definiert, dass noch maximal 50 Anzahl-% der real vorherrschenden Partikel in der jeweiligen Klasse erfassbar sind (vgl. Kapitel 2.5).

In Abbildung 32 b) ist die aus beiden Messgeräten erhaltene Information zur spezifischen Anzahlkonzentration kombiniert dargestellt. Dabei finden alle fünf Übergangsklassen Berücksichtigung.

Mit dem Wissen, dass an der unteren Messbereichsgrenze nur noch ein geringer Anzahlanteil der real vorherrschenden Partikel gemessen wird, kann man die Festlegung treffen, die sich ergebenden Informationen in den untersten 3 Kanälen des OPZ abzuschneiden und nur die beiden Klassen um $1 \mu\text{m}$ Partikelgröße für die Kombinationsrechnung zu verwenden.

Somit ergibt sich im Vergleich zur Berücksichtigung aller fünf Übergangsklassen ein Verlauf wie auch in Abbildung 32 b) dargestellt. Hier ist statistisch gesehen kaum ein Unterschied in der Anzahlkonzentration zwischen beiden Kombinationsvarianten festzustellen.

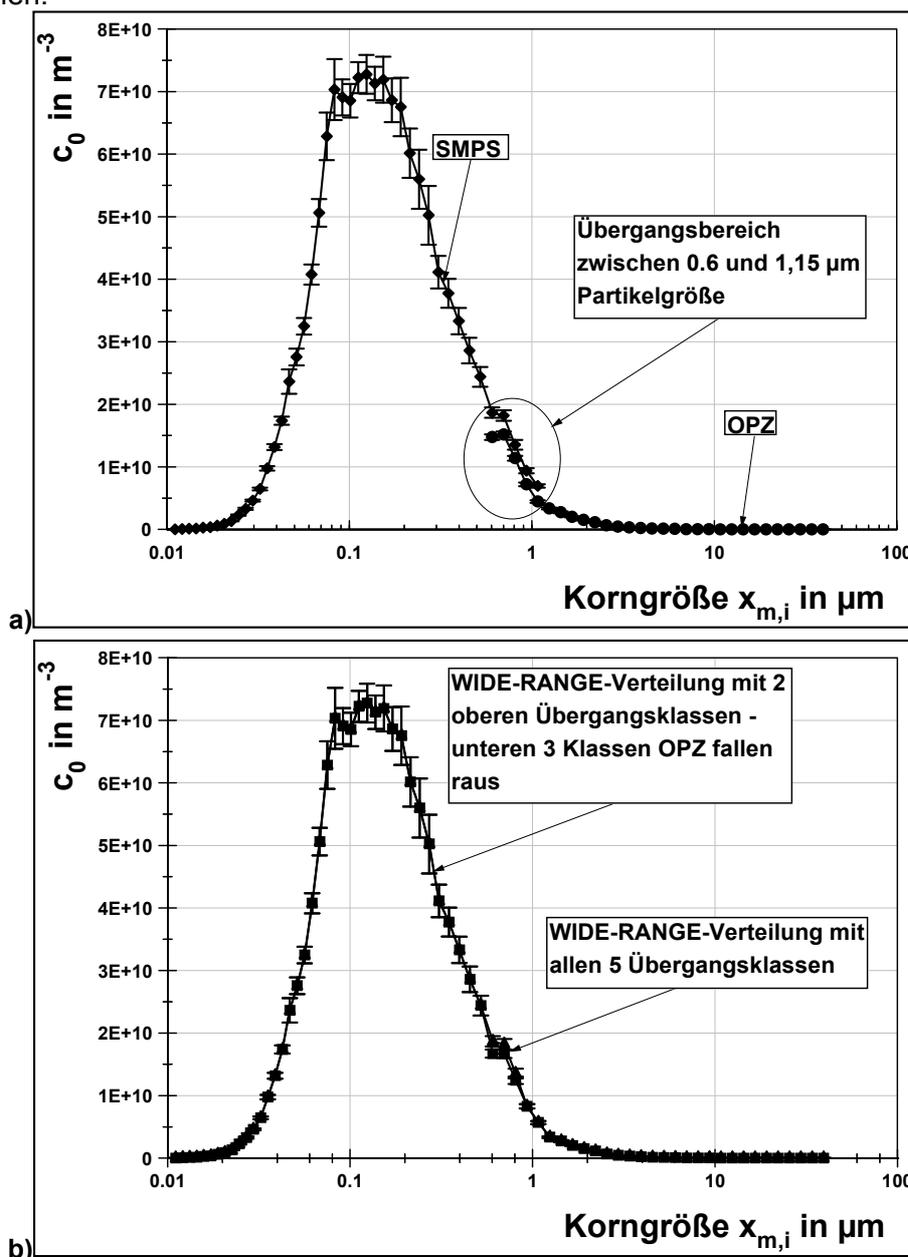


Abbildung 32: Beispiel für Messergebnis Anzahlkonzentration a) für die beiden Messgeräte einzeln und b) für die Kombinationsrechnung

Für die Diskussion der Dispersität wird die sich ergebende messprinzipbedingte Partikelgrößenverteilung in der Mengenart Anzahl $Q_0(x)$ in die Mengenart Volumen (Masse) $Q_3(x)$ umgerechnet. Dies erfolgt über eine numerische Berechnung (vgl. DIN ISO 9276). Wie anhand der Berechnungsvorschrift in Formel 50 zu erkennen muss dazu j schrittweise von Klasse 1 bis N verändert werden, wodurch die entsprechenden Verteilungssummen zu berechnen sind.

$$Q_3(x_j) = \frac{\sum_{i=1}^j x_{m,i}^3 \cdot \mu_{0,i}}{\sum_{i=1}^N x_{m,i}^3 \cdot \mu_{0,i}}$$

Formel 50

Bei Vergleich der Partikelgrößenverteilungen (vgl. Abbildung 33 a) und b)) beider Kombinationsvarianten ergibt sich kein signifikanter Unterschied in der Summenverteilung beider Mengenarten. Für die Messaufgabe sind deshalb beide Varianten verwendbar. Das heißt weiterhin, dass die Abweichungen der Anzahlkonzentration in den unteren 3 Kanälen des sich überschneidenden Partikelgrößenbereichs marginal sind.

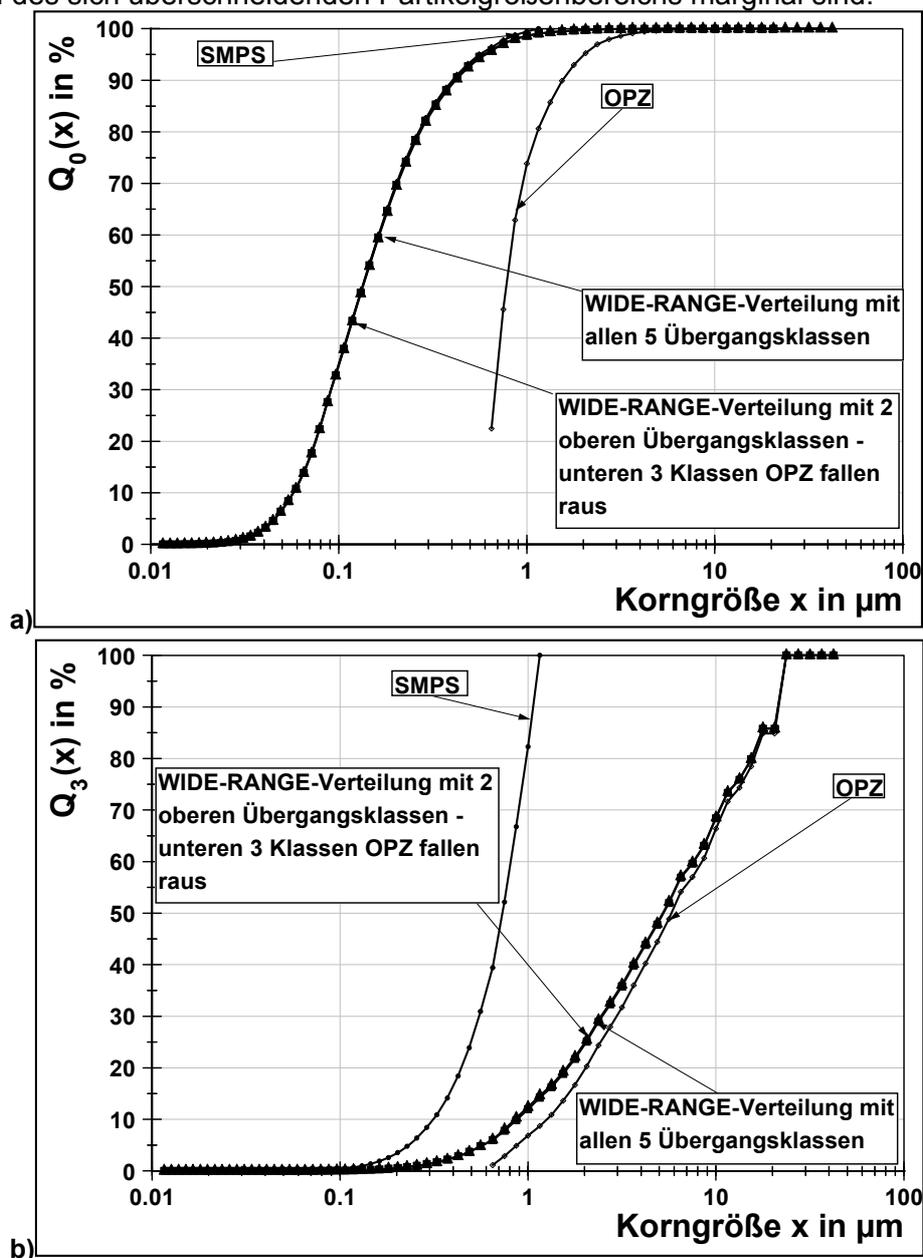


Abbildung 33: Beispiel für Partikelgrößenverteilung analog zu Ergebnissen aus Abbildung 32 a) für Mengenart Anzahl und b) für Mengenart Volumen (oder Masse)

Beim Vergleich der Abbildung 33 a) und b) ist der deutliche Unterschied in der Verteilungssumme zwischen den Mengenarten Anzahl und der daraus berechneten Volumenverteilung ersichtlich. Dieses Bild ergibt sich infolge der berücksichtigten Mengenart.

Somit lehnt sich die Anzahlverteilung für den Gesamtpartikelgrößenbereich näher an die mit dem SMPS ermittelte Anzahlverteilung, da der Anzahlanteil im submikronen Bereich höher zu erwarten ist. Bei der aus der Anzahlverteilung errechneten Volumenverteilung für den Gesamtpartikelgrößenbereich verläuft diese näher an der mit dem OPZ ermittelten Volumenverteilung, da das Volumen oder die Masse der mikronen Partikel gegenüber der Anzahl wesentlich höher ins Gewicht fallen.

Die Anlagensoftware ist darauf programmiert, dass alle Messergebnisse und die daraus berechneten Kenngrößen der Verteilung für jedes Messgerät allein und für die beiden Kombinationsvarianten in der Messdatendatei integriert sind.

Zusammenfassend zeigen die Untersuchungen, dass das WIDE-RANGE-Partikelgrößenmesssystem unter Berücksichtigung des aktuellen Stands der Technik und des Wissens zur Ermittlung der Partikelgrößenverteilung von 10 nm bis ca. 40 µm verwendbar ist. Prinzipbedingte Auswirkungen beider Geräte auf die Agglomeratmorphologie werden für die Messaufgabe ausgeschlossen (siehe auch Diskussion der Ergebnisse in [FÜC2011]).

Online kann ein genaues Bild zur Agglomeratmorphologie momentan nur bei „einfachen“ Materialaggregaten mit nicht kommerziell verfügbaren Geräten auf Basis eines SMPS bewertet werden (z.B. [STE2010]). Diese Bewertung parallel zum online Ermitteln der Größenverteilung ist momentan technisch nicht möglich. Für eine genaue Erörterung derartiger Auswirkungen ist diese notwendig.

Mit den nachfolgenden Ausführungen dieses Kapitels wird die Verwendbarkeit der Online-Messstrecke mit bekannten, größeren, aber mit dem Körnungsband im Rahmen des Messbereichs des WIDE-RANGE-Messsystems befindlichen Materialien, die vorrangig massive Partikel im Mikrometerbereich aufweisen, diskutiert.

Dazu wird auf eine bekannte Kalksteinfraktion zurückgegriffen die in der verwendeten Maschinensparte (Strahlmühle) eine typische Anwendung darstellt.

Der Aufgabezustand ist anhand der Partikelgrößenmassenverteilung in Abbildung 34 dargestellt.

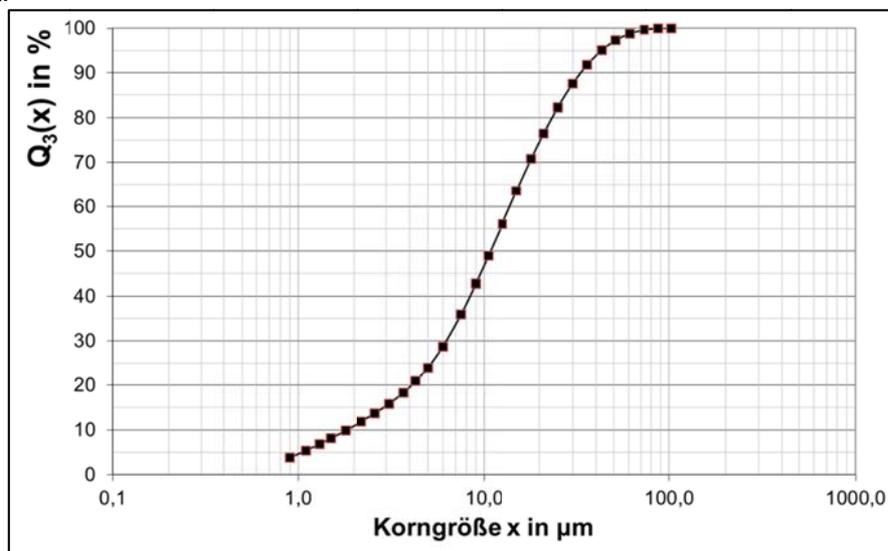


Abbildung 34: Partikelgrößenverteilung Aufgabefraktion Referenzmaterial Kalkstein

Mit 3,8 – Ma.-% kleiner 900 nm und 92 – Ma.-% im Bereich 90 nm und 42 µm stellt die gewählte Aufgabefraktion die feinste für die Untersuchungen zur Verfügung stehende Kalksteinfraktion dar. Der Hauptmassenanteil ist kleiner als die Messbereichsobergrenze des OPZ von ca. 42 µm.

Die dargestellte Verteilung ist mit einem kommerziellen Laserbeugungsmessgerät vom Typ Helos der Fa. Sympatec [BER1998] unter Laborbedingungen offline aufgenommen. Zu beachten ist, dass dieses Messgerät Partikel mit Größen bis in den unteren Nanometerbereich nicht erfassen kann. Die Messmethode soll nicht mit denen des SMPS und OPZ verglichen werden, weshalb die Darstellung nur den Aufgabezustand der Fraktion verdeutlichen soll.

Online konnte der Ausgangszustand der Fraktion leider nicht mit dem WIDE-RANGE-System vermessen werden. Um mit den beiden Online-Messgeräten ohne die Strahlmahlanlage messen zu können, muss das Material von sehr kleinen Mengen ausgehend ohne Dispergiereinheit dem Verdünnungssystem zugeführt werden. Ohne eine entsprechende Dispergierung wird, auch vorgetrocknet, nur agglomerierter Kalkstein zugeführt, was vor allem beim SMPS zu Problemen führt.

Selbst wenn es gelingt mit dem zur Verfügung stehenden Verdünnungssystem eine den Messgeräten entsprechende Beladung einzustellen, wird unzureichend dispergiertes Material submikroner Größe nur am vorgeschalteten Impaktor abgeschieden, was infolge der steigenden Abscheidung an selbigem beim SMPS schnell zum Versagen der Pumpenleistung und zum Zusammenbrechen der Messung führt. Um die Funktionalität des SMPS nicht zu gefährden muss von derartigen Untersuchungen abgeraten werden. Das OPZ ist diesbezüglich auch als empfindlich einzustufen, da es um die Messung am Einzelpartikel geht, was eine unbedingte Vereinzelung der Partikel auch bei geringen Feststoffbeladungen voraussetzt (vgl. Kapitel 2.5).

In Abbildung 35 ist ein Versuchsbeispiel mit besagter Kalksteinfraktion unter Verwendung der Strahlmahlanlage, vermessen mit dem WIDE-RANGE-System, dargestellt.

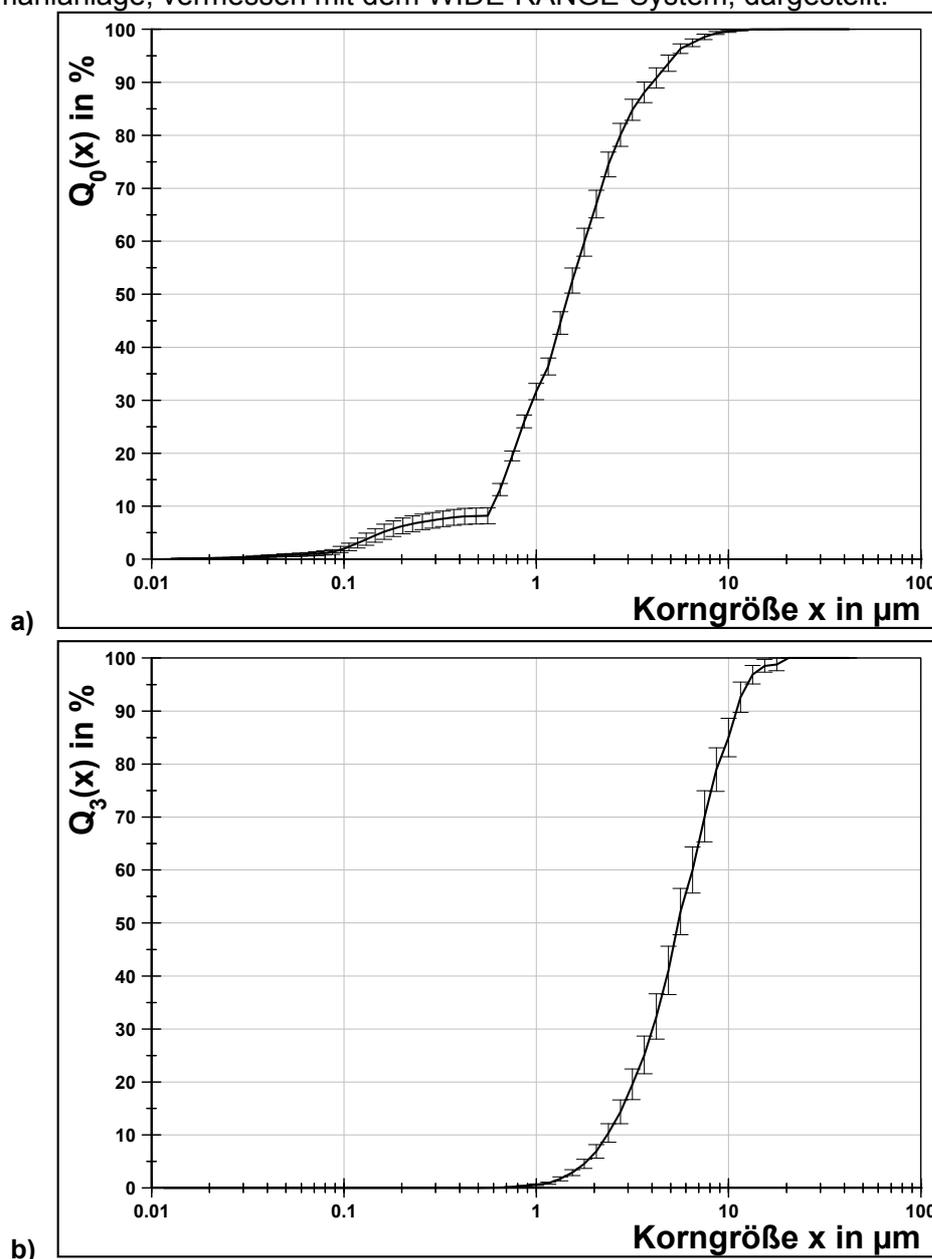


Abbildung 35: Beispielmessung Partikelgrößenverteilung a) Q_0 und b) Q_3 mit WIDE-RANGE-System mit Referenzmaterial Kalkstein bei Klassierung mit Sieber ATP50 bei max. Sieberdrehzahl (Feingut aus Prozessraum)

Es handelt sich um Versuche mit derselben Anlage, wie sie für die Untersuchungen mit Aerosil® verwendet wird. Zu sehen ist die Partikelgrößenverteilung in der Mengenanzahl in Abbildung 35 a) und Volumen (Masse) in Abbildung 35 b) für das feinste der gemessenen Aerosole bei entsprechenden Anlagenparametern. Die Materialaufgabe erfolgte über eine Laborvibrationsrinne in den vorhandenen Ejektor der Fa. Sympatec, um das Material in den Prozessraum zu transportieren.

Der Durchsatz wurde dosierbedingt auf minimal mögliche ca. 500 g/h eingestellt. Wie dem folgenden Kapitel zu den Versuchsbedingungen für die Versuche mit der Modellschubstanz Aerosil® zu entnehmen ist, entspricht das dem zehnfachen Massendurchsatz mit Aeroil®. Im Rahmen der Messungen am dargestellten Beispiel ist ein kleiner Anteil von ca. 30 Anzahl-% im submikronen Partikelgrößenbereich zu erkennen. Die Volumenverteilung deutet dazu den Einfluss der volumenmäßig überwiegend vorhandenen Partikel im Mikronen Größenbereich an.

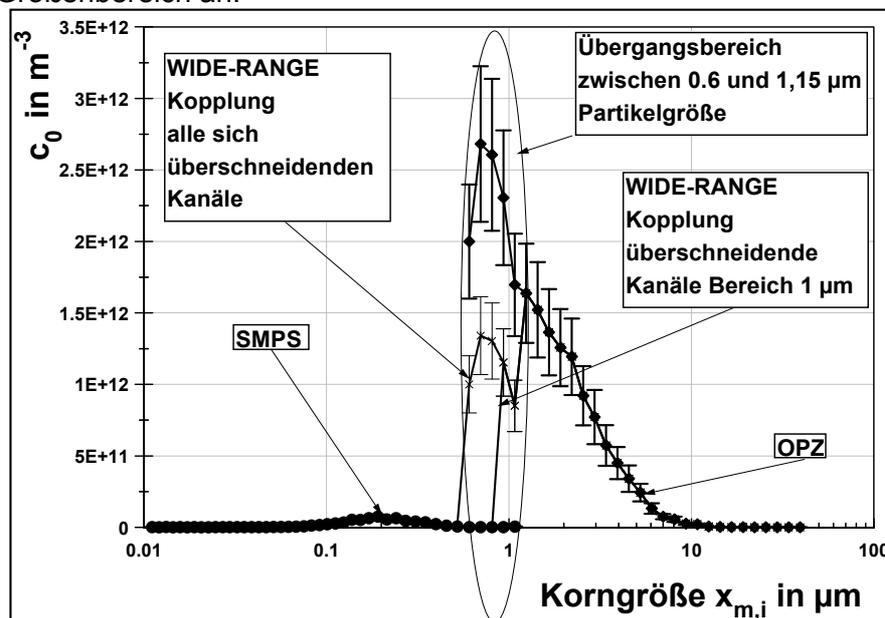


Abbildung 36: Beispielmessung Partikelanzahlkonzentration mit WIDE-RANGE-System mit Referenzmaterial Kalkstein bei Klassierung mit Sieber ATP50 bei max. Siebdradzahl (Feingut aus Prozessraum)

In Abbildung 36 sind die Anzahlkonzentrationen für die jeweiligen Messgeräte einzeln und in Kombination analog zum Beispiel mit Aerosil® dargestellt.

Das Ergebnis mit dem SMPS zeigt, dass mit dem Gerät über seinen gesamten Messbereich kaum bis keine Partikel nachweisbar sind, da diese in der Menge wie bei Aerosil® nicht vorhanden sind. Mit dem Weißlichtpartikelzähler sind, auch wenn mit großen Schwankungen, Partikel in den sich überschneidenden Partikelgrößenkanälen nachweisbar. Damit ergibt sich mit der gewählten Kalksteinfraktion ein Dilemma für die Messaufgabe mit dem WIDE-RANGE-System. Um zu klären, wie ein solches Ergebnis zu Stande kommt, muss der Weg des Materialstroms bestimmter Beschaffenheit analysiert werden. Der sich ergebende Aerosolstrom hat eine um Faktor zehn höhere Feststoffkonzentration von ca. 25 g/m^3 .

Diese Feststoffkonzentration erscheint für diese verwendeten Messgeräte aus der Umweltmesstechnik sehr hoch. Das SMPS der Fa. Grimm ist dabei mit einer zulässigen spezifischen Anzahlkonzentration von bis zu 10^{10} Partikel/ m^3 und das OPZ vom Typ welas1100 der Fa. Palas von bis zu 10^{11} Partikel/ m^3 anwendbar.

Mit der während des Online-Messvorgangs mit dem SMPS schnell ansteigenden Pumpenleistung ist davon auszugehen, dass es im SMPS zu einer Überladung mit Material kommt, so dass der Prozess im elektrostatischen Klassifizierer nicht wie vorgesehen erfolgt. Nach Demontage des Klassifizierers konnte eine nicht unerhebliche Schicht an Material auf der Stabelektrode und der Gegenelektrode festgestellt werden, was die Vermutung mit der eingeschränkten Funktion bestätigt. Das heißt, dass unter den gegebenen Bedingungen keine Messung mit dem SMPS möglich ist und somit keine Partikel registriert werden.

Die Ergebnisse mit dem OPZ deuten allerdings auf um eine Größenordnung höhere Partikelzahlen hin als vom Hersteller als maximal vorgegeben. Mit den angezeigten großen Schwankungen vor allem im Bereich kleinerer Partikelgrößenkanäle ist allerdings auch bei diesem Gerät von einer Beeinträchtigung des Messvorgangs auszugehen.

Die Optik des OPZ wies bei der Überprüfung der Kalibrierung immer verschmutzungsbedingte Abweichungen auf. Damit sind die Messergebnisse mit dem OPZ als nicht repräsentativ zu werten.

Die gegebene Verdünnung mit bis zu 3 Stufen (Verdünnungsfaktor 1000) reicht somit insgesamt nicht für die Messaufgabe mit einer derartigen Anwendung der industriell üblichen Klassierung einer solchen Kalksteinfraktion aus.

Das vorliegende Online-Messsystem ist unter den gegebenen Voraussetzungen also für Messaufgaben mit derartigen Substanzen noch nicht geeignet. Mit einer höheren Verdünnung über ein entsprechend für derartige Messaufgaben konzipiertes Verdünnungssystem ist die Verwendbarkeit nicht ausgeschlossen.

Wie am letzten Beispiel zu erkennen, ist die Probenvorbereitung entscheidend für die Einsatzfähigkeit der verwendeten Online-Messstrecke und für Messaufgaben wie mit dem Additiv Aerosil® in industriell sehr kleinen Konzentrationen bei gegebener Verdünnungsmöglichkeit mit drei Stufen bestens geeignet.

4.5 Versuchsbedingungen

Mit den Untersuchungen wird gezeigt, inwiefern submikrone, hochgradig feststoffbeladene Aerosole erzeugt werden können. Dazu wird das Dispergierverhalten der unter Punkt 3 beschriebenen Modellsubstanzen im kleintechnischen Maßstab mit der unter Punkt 4.1 beschriebenen Strahlmahlanlage untersucht.

Diesbezüglich werden folgende Versuchsbedingungen festgelegt.

Die Haupteinflussgrößen Mahlluftdruck p_{ML} und Sichtradrotation n_{SR} im Dispergierorgan Strahlmühle sind in Abhängigkeit der technischen Möglichkeiten jeweils auf den maximal und minimal möglichen sowie einen mittleren Wert eingestellt, um prinzipiell vorhandene Tendenzen als Betriebsergebnis zu ermitteln (siehe Tabelle 2).

Bei entsprechend großen Differenzen in der Ergebnisstruktur wurde nachträglich noch feiner aufgelöst.

Tabelle 2: Haupteinflussgrößen bei Untersuchungen

Düsenvordruck Mahlluft in bar	Luftdurchsatz Norm in m ³ /h	Beladung in g/m ³
0	21	2,5
3	52	1,0
6	73	0,7
Sichtraddrehzahl in min ⁻¹	Sichtradumfangsgeschwindigkeit in m/s	
0	0	
2500	6,6	
10000	26,2	
n_{max} (ca. 24000)	62,5	

Bei den Substanzen Aerosil®90 und Aerosil®OX50 können aus technischen Gründen bisher nur die beiden geringsten Prozessluftvolumenströme und Werte dazwischen gefahren werden. Der minimal mögliche Luftdurchsatz von 21 m³/h bei deaktivierter Mahlluft ergibt sich dabei hauptsächlich aus notwendigen und von der Menge her minimal möglichen Spülluftströmen für das Lager des Sichtradantriebsmotors und des Sichtradspaltes.

Dieser Spalt wird für ein freies Drehen des Sichtradkorbes zum Auslass hin belassen und muss, damit kein Material ungesichtet den Prozessraum verlässt, mit einer minimalen Luftmenge entgegen der Hauptströmungsrichtung gespült werden.

Bezüglich der Sichtraddrehzahl sind in Tabelle 2 ergänzend die sich für das verwendete Stahlsichtrad (Typ ATP50 der Fa. Alpine) ergebenden Sichtradumfangsgeschwindigkeiten mit angegeben. Für die Diskussion der erhaltenen Ergebnisse in den folgenden Kapiteln wird immer die direkt einstellbare Sichtraddrehzahl als Prozessparameter angegeben. Für einen Vergleich mit anderen Sichtradgrößen, sollte auf die Sichtradumfangsgeschwindigkeit zurückgegriffen werden. Das neu konzipierte Dosiersystem wird insoweit kalibriert, dass dem Prozess ein stabiler Massestrom von 51,5 g/h zugeführt wird. Damit ergeben sich bei den 3 festgelegten Luftvolumendurchsätzen die in Tabelle 2 aufgelisteten Feststoffbeladungen. Größere Masseströme zum Erreichen höherer Beladungen bei 52 und 73 m³/h Luftvolumenstrom können infolge der Verstopfungsgefahr der Absauglanze am Ejektor nicht gefahren werden. Mögliche geringere Masseströme (kleiner als $\dot{m}_{\max} = 51,5 \text{ g/h}$) sind für den Einsatz der verwendeten Strahlmühle als Desagglomerator von geringerer Bedeutung (vgl. Punkt 2.3).

Infolge der bekannten Erfahrungen mit derartigen Systemen und in Anbetracht, dass eine möglichst hohe Beladung erreicht werden soll, wird unter Berücksichtigung der Aufgabenstellung auf die Untersuchung geringerer Masseströme vorerst verzichtet.

Für alle festgelegten Parameter werden Versuchszeiten von jeweils ca. 270 Minuten eingehalten, welche gemäß der Reproduzierbarkeit 3-mal wiederholt wurden. Die Länge der Versuchsreihen ergibt sich zum einen aus der messgerätespezifischen Mindestdauer für eine Online-Messung der Partikelgrößenverteilung mit dem SMPS und zum anderen gemäß der Erforschung der Dispersität über einen praxisnahen Produktionszeitraum.

Zu beachten ist, dass für verschiedene Feststoffbeladungen jeweils die richtige Verdünnung bei der Teilstromentnahme ermittelt werden muss, wodurch die einzelnen Versuchsreihen so oft wiederholt werden, bis der optimale Verdünnungsfaktor feststeht. Diese in der Praxis nur empirisch lösbare Aufgabe ist notwendig, um einen Fehler in dieser Richtung ausschließen zu können. Die eingebrachte Leistung schließlich ist entscheidend für den Prozess [NIE2002]. Bezüglich der Untersuchungen ergeben sich für die einzelnen Leistungsträger durch eingebrachte Luftkomponente und rotierenden Sichter im Prozess die in Tabelle 3 aufgeführten Werte.

Der abgeleitete Leistungsinput in der Strahlmühle ergibt sich einerseits aus der durch die Prozessluft (ohne Mahlluft, also 0 bar Mahlluftdruck bei adiabater Expansion) freiwerdenden massebezogenen Energie sowie den konstanten Luftkomponenten durch die Spülluftströme und den Aufgabeejektor und andererseits durch die von einem rotierenden Sichtrad mit einer bestimmten Drehzahl eingebrachte Leistung.

Zu beachten ist, dass die zur Online-Messung verwendeten Verdünnungsstufen (siehe Kapitel 4.4) durch ihr vordruckabhängiges Schergefälle auch eine gewisse Leistung zur Granulometriebeeinflussung einbringen. Insgesamt ist der Einfluss als marginal hoch und für alle Einstellungen konstant anzusehen. Die Leistung durch die eingetragene Luft wird mittels thermodynamischer Grundlagen berechnet [NIE2002]. Die Leistung durch das Sichtrad wird mittels eines Echtzeitleistungsmessgerätes analysiert.

Wie der Abbildung 37 entnommen werden kann, ergibt sich für die drei geringsten dargestellten Luftdurchsätze ein gewisser Überschneidungsbereich im Leistungseintrag. Diese Tatsache ist bezüglich möglicher Analogien bei der granulometrischen Analyse eingrenzend.

Zum Einfluss der variierten Hauptprozessparameter Düsenvordruck $p_0 = p_{ML}$ und Sichtraddrehzahl n_{SR} auf die Partikelgrößenvolumenverteilung des Produktaerosols haben sich unter sonst konstanten Bedingungen folgende Ergebnisse ergeben (siehe Kapitel 5).

Tabelle 3: Leistungsinput der einzelnen am Prozess beteiligten Leistungsträger

Leistungsträger Luft			
	Durchsatz in m ³ /h	Leistung in kW	
Aufgabeejektor	2	0,08	
Lagerspülung-Sichtermotor	13,3	0,18	
Spaltspülung-Sichtradauslauf	5,7	0,04	
Σ	21	0,3	
Verdünnungssystem-Online-Messsystem	Leistung in kW		
	Mittelwert	Konfidenzintervall + / -	
	0,29	0,005	
Mahlluft	Vordruck	Durchsatz	Leistung in kW
	0	0	0
	2	21	0,7
	3	31	1
	6	52	2
Leistungsträger Sichter			
	Drehzahl in U/min	Leistung in kW	
	0	0,00	
	2500	0,10	
	5000	0,20	
	6250	0,26	
	7500	0,31	
	8750	0,37	
	10000	0,42	
	12500	0,52	
	15000	0,63	
	17500	0,73	
	20000	0,84	
	23840 (n_{max})	1,00	

konstant

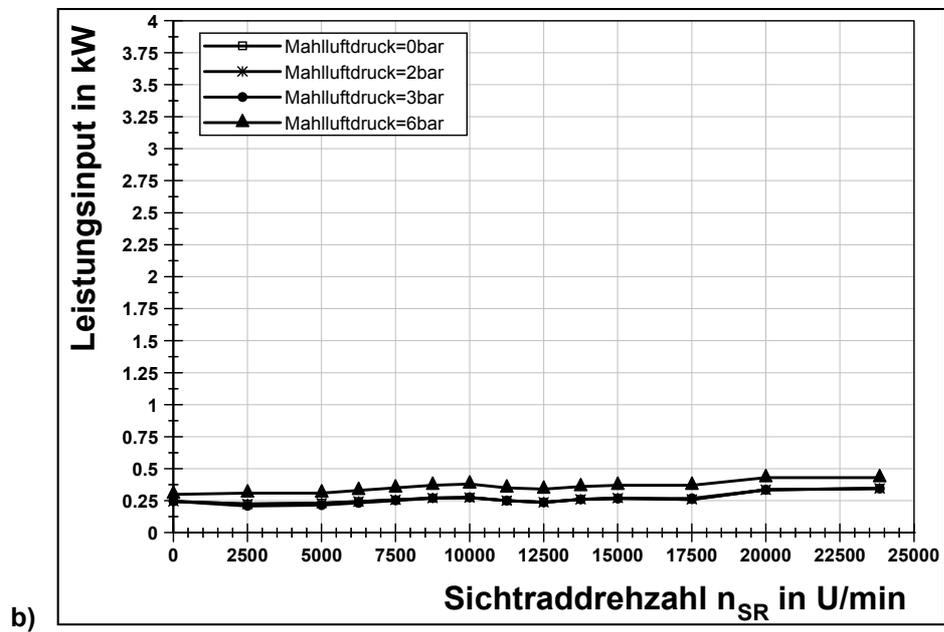
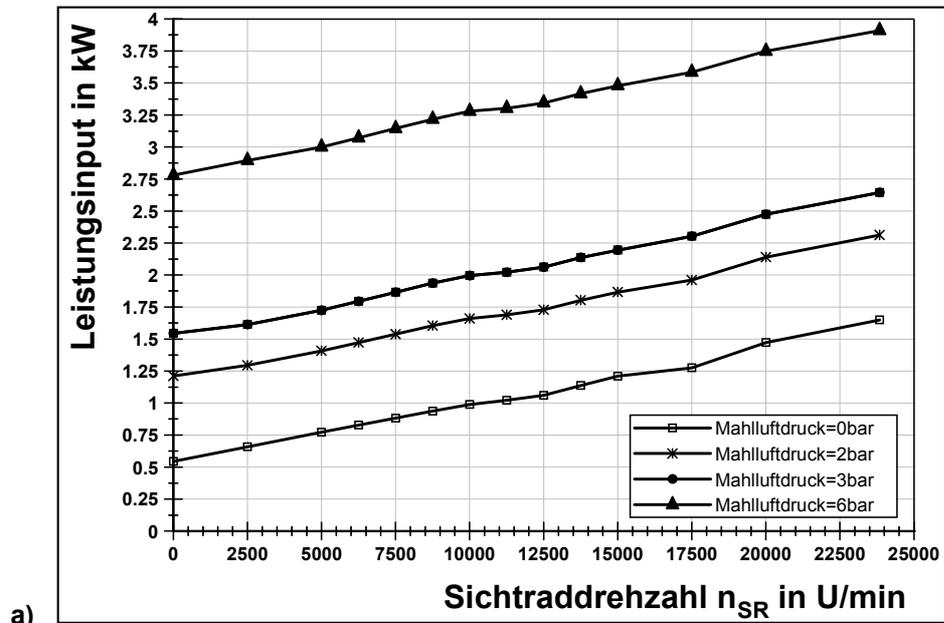


Abbildung 37: Summe Leistungseintrag durch a) Sichter­mühle und Verdünnungssystem (Anlage insgesamt) sowie b) Verdünnungssystem bei 0, 2, 3 und 6 bar Mahlluft­düsen­vordruck und verschiedenen Sichtraddrehzahlen

5 Experimentelle Ergebnisse

5.1 Auswertemethodik

Prinzipiell werden für die Ergebnisdiskussion von Desagglomerationsprozessen (z.B. [NIE1999]):

1. die Partikelgrößenverteilung,
2. Desagglomerationsgrade aus Kennwerten der Verteilung und/oder
3. die Dispergierfunktion

verwendet.

Aus verfahrenstechnischer Sicht ist für die Interpretation der Ergebnisse die *Partikelgrößenverteilung* in der Mengenart 3 (Masse oder Volumen) wesentlich, da in der Zielstellung die Frage zu klären ist, wie viel des betrachteten Schüttguts in der Mengenart 3 auf ein bestimmtes Desagglomerationsplateau dispergiert werden kann. Über das Messsystem erhält man infolge der kombinierten Messprinzipien eine Partikelgrößenanzahlverteilung. Diese muss über eine numerische Berechnung jeweils in eine Volumenverteilung umgerechnet werden (vgl. DIN ISO 9276, Formel 50).

Um alle Charakteristika der Partikelgrößenverteilung für die jeweils betrachtete Modellschubstanz erfassen zu können, wird die vollständige Partikelgrößenverteilung der Produktaerosole herangezogen.

Ergänzend wird für eine deutliche Visualisierung des Desagglomerationsfortschritts der Volumenanteil μ_3 der vier erreichbaren Desagglomerationsstufen (Partikelgrößenbereiche der Verteilung) separat dargestellt.

Dazu ist folgende Einteilung der Partikelgrößenbereiche der Verteilung zweckmäßig:

- a) mikroner Bereich größer 1 μm ,
- b) submikrone Agglomerate zwischen 200 nm und 1 μm ,
- c) Aggregate 100 bis 200 nm sowie
- d) Primärpartikel kleiner 100 nm.

Bezüglich der verschiedenen *Desagglomerationsgrade* auf Basis von Partikelgrößenverteilungskennwerten sind in der Literatur eine ganze Reihe dieser bekannt (Übersicht z.B. in [BER1996]).

Für eine zusammenfassende Darstellung der Ergebnisse mit einer Modellschubstanz wird ein einfacher Desagglomerationsgrad D_1 in Anlehnung an [BER1996] eingeführt (siehe Formel 51). Der Wert von D_1 repräsentiert einen charakteristischen und zielentscheidenden Abschnitt aus dem Gesamtbild der Verteilung.

$$D_1 = \frac{x_0(Q_3 = 95\%) = 1\mu\text{m}}{x_{0,PA}(Q_3 = 95\%)}$$

Formel 51

Der Wert von D_1 ergibt das Verhältnis der Partikelgröße 1 μm bei einer Volumenverteilungssumme von 95 % [$x_0(Q_3=95\%) = 1\mu\text{m}$] zur Partikelgröße bei einer Volumenverteilungssumme von 95 % des jeweils betrachteten Produktaerosols PA [$x_{0,PA}(Q_3=95\%)$] bei entsprechend kombinierten Betriebsparametern (p_{ML} , n_{SR}) mit der jeweiligen Modellschubstanz. Der Wert von 1 μm für die Partikelgröße x_0 bei einer Volumenverteilungssumme von 95 % ist dabei eine dem Ziel gerechte Bezugsgröße. Ein Wert $D_1 = 1$ bedeutet somit, dass mit der jeweiligen Modellschubstanz unter gegebenen Prozessbedingungen 95 Vol.-% der Partikel kleiner/gleich 1 μm sind. Ein Aerosol mit diesem Dispersitätszustand gilt aus verfahrenstechnischer Sicht als zielgerecht. Bei einem Wert gegen Null liegt die Dispersität des jeweils betrachteten Produktaerosols immer weiter weg vom festgelegten Zielaerosol. Die Werte werden jeweils über der gewählten Sichtraddrehzahl und dem Prozessgesamtluftvolumenstrom (Funktion von Mahlluftdüsendruck p_{ML}) aufgetragen. Weiterhin kann man auch den Kehrwert dieses Desagglomerationsgrades verwenden, der gleichzeitig dem Wert der Partikelgröße in μm bei einem Verteilungswert von 95 % entspricht.

Der Vorteil solcher Desagglomerationsgrade ist der einfache Vergleich zwischen verschiedenen Versuchen. Da der Kennwert nur einen Teil der Funktion beschreibt, ist die Wahl des richtigen Kennwertes von der jeweiligen Aufgaben- und Zielstellung abhängig.

Erweitert kann auf eine *Dispergierfunktion* auf Basis der Verteilungsdichtewerte (vgl. DIN ISO 9276) von Primärpartikel- und Agglomeratverteilung nach Formel 52 zurückgegriffen werden [NIE1999].

$$DF_i = \frac{q_{3i,Aggl.}}{q_{3i,PP}} \quad (\text{Bedingung: } q_{3i,PP} > 0)$$

Formel 52

Bedingung für die Anwendung ist, dass zwischen Agglomeratverteilung und Primärpartikelverteilung immer eine gemeinsame Schnittmenge existiert. Das heißt, die kleinste Partikelgröße der Agglomeratverteilung muss kleiner sein als die größte Partikelgröße der Primärpartikelverteilung. Die Anwendung charakterisiert also nur den Bereich der Verteilungen im Überschneidungsbereich. Aus diesem Grund kommt die Anwendung im vorliegenden Fall nicht in Frage.

Zum Einfluss der variierten Hauptprozessparameter auf die Partikelgrößenvolumenverteilung des Produktaerosols haben sich unter sonst konstanten Bedingungen folgende Ergebnisse ergeben.

5.2 Aerosil®200

Anhand der Partikelgrößenvolumenverteilungen in Abbildung 38 a) bis c) und Abbildung 39 a) ergibt sich für alle drei gewählten Prozessluftvolumenströme das gleiche Bild. Die Kurve bei minimalem Luftdurchsatz zeigt das Produktaerosol bei deaktiviertem Sichtrad ($n_{SR} = 0$ U/min) und deaktivierter Beanspruchungszone. Daraus folgend besteht keine Wirkung der Hauptprozessparameter. Das bedeutet, dass mit dem Betrieb als reine Strahlmühle im Kurzschlussbetrieb keine desagglomerierende Wirkung der Beanspruchungszone auftritt. Die desagglomerierende Wirkung wird primär durch das Schergefälle im Ejektor erreicht, da auch bei deaktiviertem Mahlluftstrom (minimaler Prozessluftstrom) statistisch gesehen das gleiche Ergebnis wie bei den beiden anderen Luftdurchsätzen resultiert (vgl. Abbildung 39 a)). Mit der Darstellung der Volumenanteile μ_3 der unter Abbildung 41 aufgelisteten Desagglomerationsniveaus ist der erhöhte Anteil im Bereich mikroner Agglomerate deutlich zu erkennen. Das heißt, allein mit der Wirkung von Strömungskräften ist bei Aerosil®200 kein Desagglomerationserfolg erreichbar.

Ein Sprung in der Zerkleinerungswirkung auf ein nächstes Plateau im submikronen Partikelgrößenbereich erfolgt parallel bei allen drei Mahlluftdurchsätzen mit der Rotation des Sichtrades als mechanischer Desagglomerator bei minimal möglicher Drehzahl von 2500 U/min (vgl. Abbildung 38 a) bis c)). Der Desagglomerationsgrad D_1 in Abbildung 42 stützt dieses Ergebnis, zeigt aber auch, dass mit dieser Einstellung kein Desagglomerationsniveau im Bereich nahe 1 erreichbar ist. Die Volumenanteile μ_3 (Abbildung 41) im mikronen Bereich haben gegenüber denen mit deaktiviertem Sichter abgenommen und sind vorrangig im Niveaubereich der submikronen Agglomerate zwischen 200 nm und 1 μ m zerkleinert.

Der Anteil im Bereich der Materialaggregate und Primärpartikel ist marginal. Bei weiterer Steigerung der Sichtraddrehzahl auf das apparative Maximum für diese Versuchsreihen ist in der jeweiligen Versuchsreihe der drei gefahrenen Mahlluftdurchsätze eine geringe Verschiebung zu feineren Produktaerosolen hin mit steigender Sichtraddrehzahl nachweisbar (vgl. Abbildung 38 a) bis c)). Der Wert von D_1 (vgl. Abbildung 42) und somit der Desagglomerationserfolg aus Sicht der Zielstellung von Produktaerosolen mit einem hauptsächlichen Volumenanteil im Bereich unterhalb der technischen Grenze von 1 μ m ist somit durch weitere Steigerung der rein mechanischen Energie, eingetragen durch das ansteigend schneller rotierende Sichtrad, nicht mehr zu steigern. Aus diesem Grund muss zwischen minimaler und der gewählten mittleren sowie maximaler Drehzahl nicht näher aufgelöst werden.

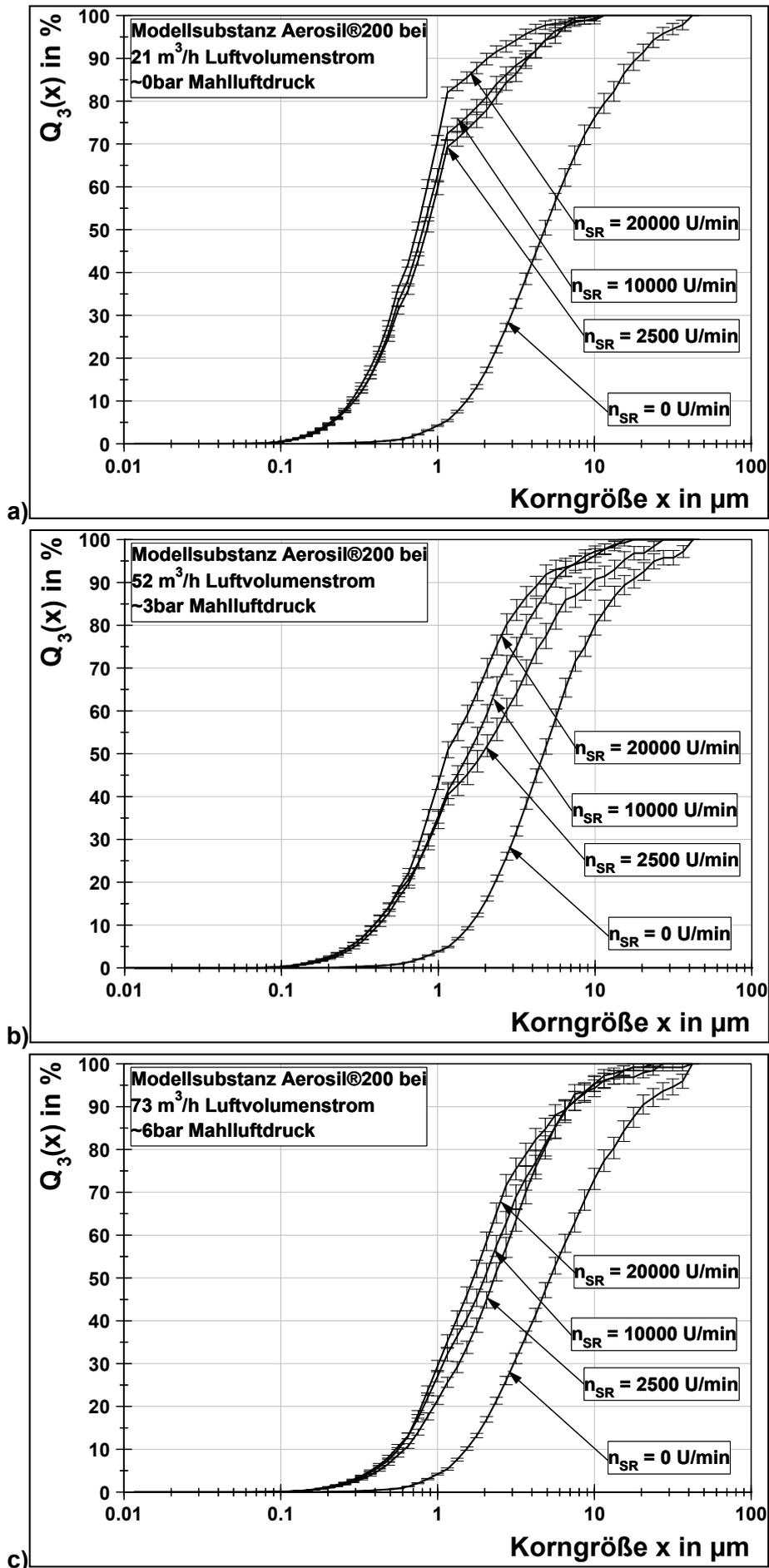


Abbildung 38: Einfluss der Sichtraddrehzahl auf die Dispersität der Produktaerosole bei verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®200

Größer sind die Unterschiede bei Variation der verschiedenen Luftdurchsätze, die wiederum aus den verschiedenen Vordrücken der Mahlluftdüsen resultieren (vgl. Abbildung 39 b) sowie Abbildung 40 a) und b)). Die Ergebnisse zeigen eine deutlich fortschreitende Zerkleinerung der Produktaerosolagglomerate aus dem Bereich mikroner in den submikroner Partikel (vgl. Abbildung 41) bei kleiner werdendem Luftdurchsatz bzw. Mahlluftdüsenvordruck.

Der Eintrag von Energie durch die Strömungskräfte der expandierenden Freistrahlen aus den Mahlluftdüsen im Scherfeld zwischen bewegtem und ruhendem Fluid in der Beanspruchungszone zeigt somit keine positive Wirkung auf den Desagglomerationsvorgang, da diese Energie nicht in Wirkenergie dissipiert werden kann.

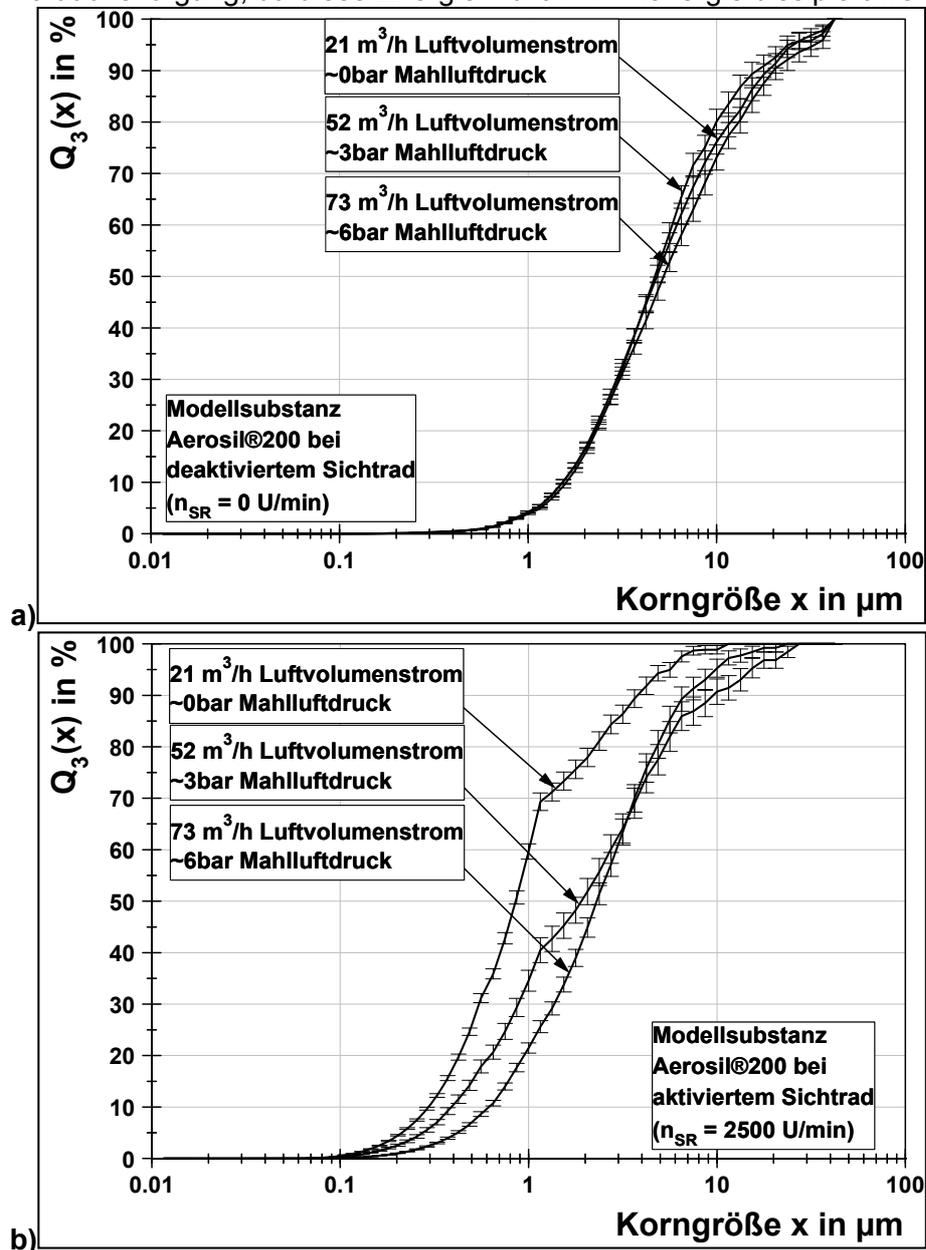


Abbildung 39: Einfluss Prozessluftdurchsatz [f (Düsenvordruck p_0)] und Sichtraddrehzahl n_{SR} auf PGV des Produktaerosols für Aerosil®200

Das heißt, infolge der nicht stattfindenden Energiedissipation der Mahlluft ist der Prozess auf die alleinige Wirkung des Abweiseradsichters ATP50 beschränkt. Dieser Umkehrreffekt ist mit einer abfallenden Schleppkraft bei sinkendem Luftdurchsatz zu begründen, was die Dispergierwirkung des Sichtrades infolge einer höheren Verweilzeit deutlich begünstigt [FÜC2010b]. Der tendenzielle Verlauf der Volumenanteile in den einzelnen erreichbaren Desagglomerationsniveaus zeigt, dass auch mit dem Senken des Luftdurchsatzes auf ein prozesstechnisches Minimum kein Plateau im Bereich der Aggregate und Primärpartikel erreicht werden kann.

Einzig bei einer Sichtradrotation von 2500 U/min ist eine Überschneidung der Verteilungssumme zwischen 52 und 73 m³/h Luftdurchsatz im Bereich größerer Partikel über 3 µm Größe und darüber ein tendenziell umgekehrter Verlauf sichtbar (vgl. Abbildung 39 b)).

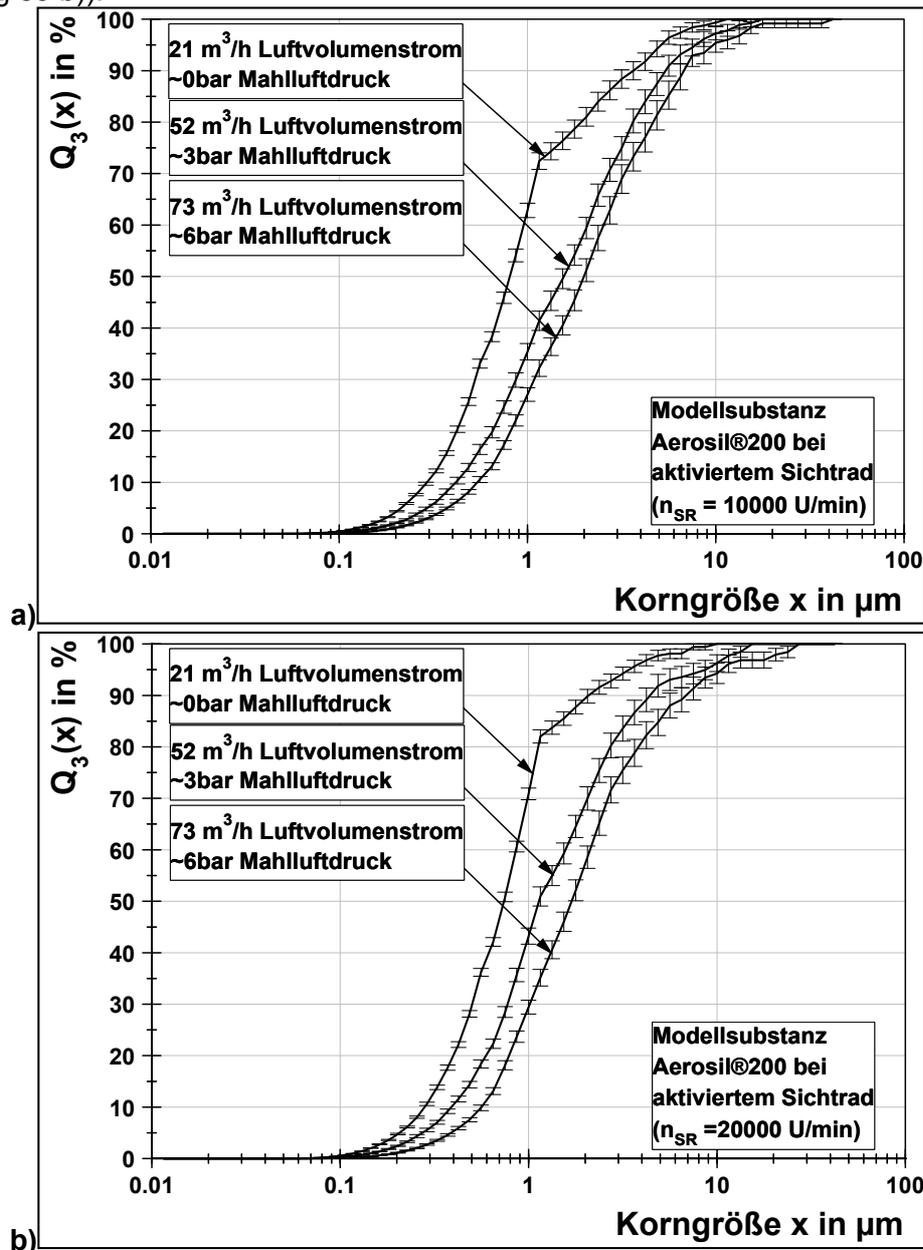


Abbildung 40: Einfluss Prozessluftdurchsatz [f(Düsenvordruck p_0)] und Sichtraddrehzahl n_{SR} auf PGV des Produktaerosols für Aerosil@200

Beim Vergleich der dargestellten Verläufe mit angezeigtem Standardfehler (Fehlerbalken) ist in diesem Bereich von keinem statistisch signifikanten Unterschied im Schnittpunkt (Vergleich der Mittelwerte mit doppeltem t-Test [STO1993]) auszugehen. Im Partikelgrößenbereich unter 3 µm und vor allem im submikronen Bereich ergibt sich zwischen den beiden Luftdurchsätzen ein deutlicher Unterschied im Dispersitätszustand. Dies betrifft vor allem den um 15 Vol.-% höheren Feinanteil bei 52 m³/h gegenüber dem Aerosol bei 73 m³/h Luftdurchsatz.

Mit der Reduktion des Volumenstroms auf ein Minimum (Spülluftströme, Ejektorluft) sinkt die eingetragene Leistung durch das Transportmedium um ca. 1 kW pro Durchsatzstufe. Es ist aus wirtschaftlicher Sicht positiv zu bewerten, dass bei Aerosil@200 mit einem reduzierten Leistungseinsatz ein feineres Produktaerosol zur Verfügung gestellt wird. Bei reinem Sichtradbetrieb ohne Mahlluft wird bei maximaler Drehzahl maximal 1,25 kW Leistung in den Prozess eingetragen.

Das klassische Prinzip des Abweiseradsichters spielt für die Desagglomeration von Aerosil@200 eine untergeordnete Rolle.

Das heißt, infolge der geringen Dichte der flockigen Materialagglomerate spielt die Fliehkraftwirkung der klassischen Gegenstromsichtung keine Rolle (vgl. Kapitel 2.3). Die Agglomeraterzkleinerung und somit die resultierende Volumenverteilung der Aerosolpartikel ist primär auf die Stoßwirkung des rotierenden Sichtrades (Widerstand) mit den an die Sichtradaußenkante transportierten Agglomeraten zurückzuführen [HUS2003].

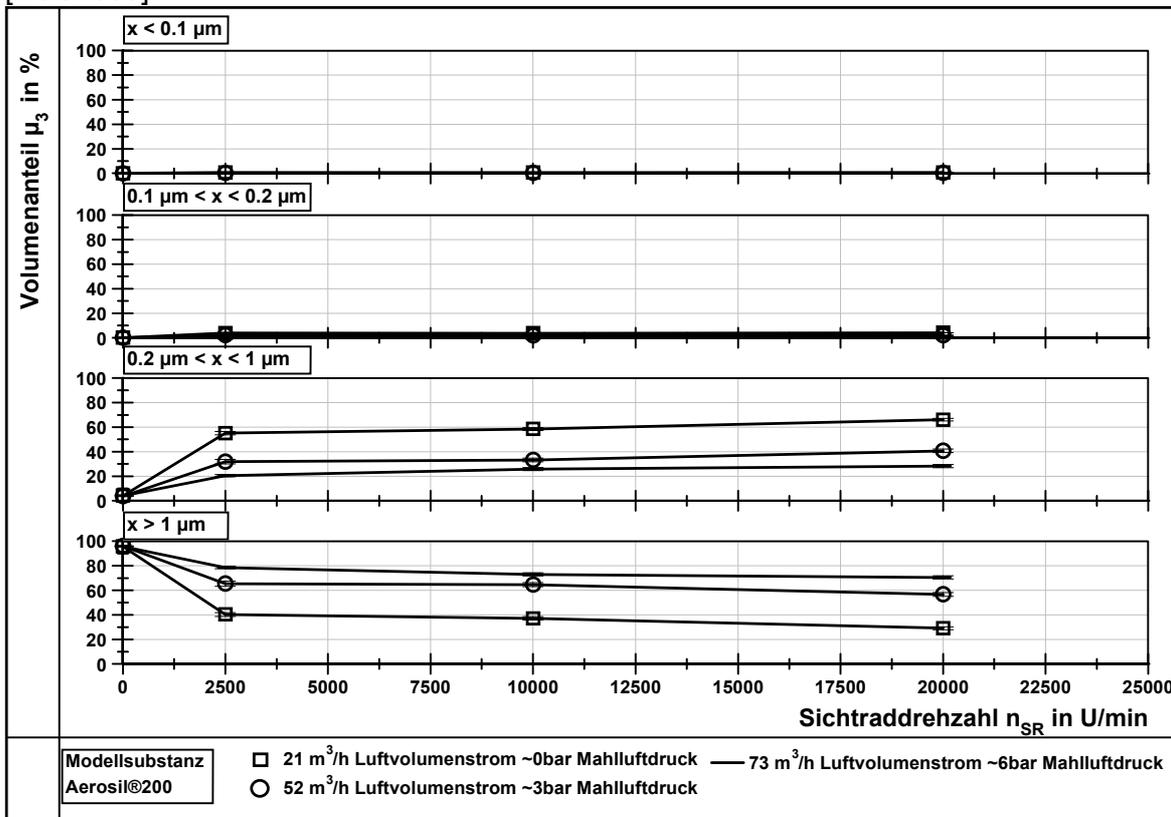


Abbildung 41: Volumenanteile in 4 definierten Größenbereichen in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und des Luftdurchsatzes für Aerosil®200

Der Verlauf des Desagglomerationsgrades D_1 in Abbildung 42 spiegelt die Zusammenhänge weitestgehend wieder.

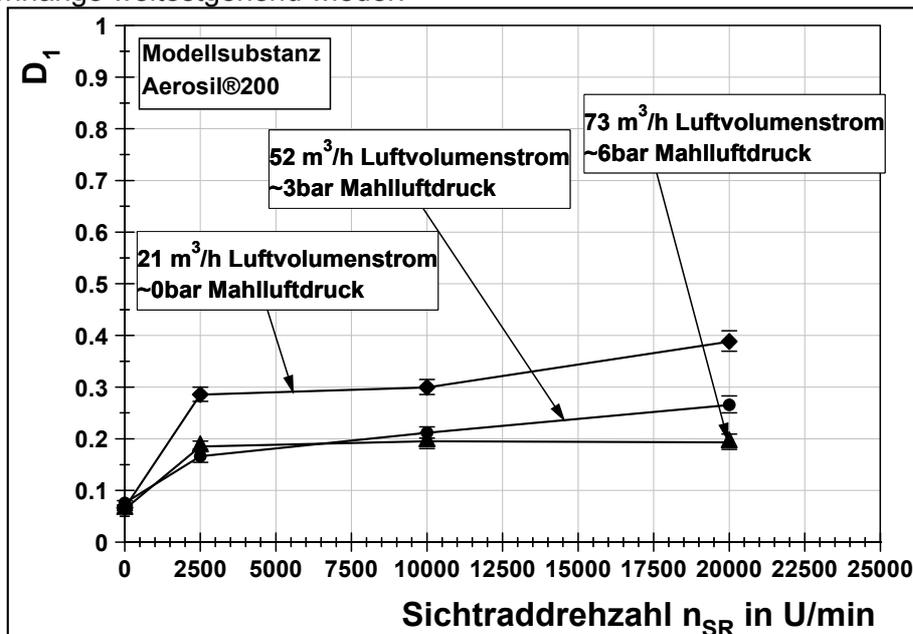


Abbildung 42: Desagglomerationsgrad D_1 in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®200

Beim feinsten mit Aerosil®200 produzierbaren Aerosol bei minimalem Luftdurchsatz und 20000 U/min Sichtradrotation ergibt sich ein Wert von $D_1 = 40\%$. Das heißt, mit Aerosil®200 ist bei gegebener Bezugsgröße 40 % der Zielstellung ($Q_3(x = 1 \mu\text{m}) = 100\%$) erreicht. Das Aerosol mit Aerosil®200 und dem höchsten Dispersitätszustand weist somit einen Volumenanteil von ca. 70 Vol.-% kleiner gleich $1 \mu\text{m}$ Partikelgröße auf. Davon liegt der Hauptanteil von ca. 66 Vol.-% im Bereich der submikronen Agglomerate zwischen 200 nm und $1 \mu\text{m}$ Größe.

Zwischenresümee

Aus den Untersuchungen mit Aerosil®200 lässt sich zum einen schlussfolgern, dass mit dieser Modellschubstanz ein erstes Plateau mittels mechanischer Desagglomeration durch das schnell rotierende Sichtrad schon bei minimalem Leistungseintrag erreicht wird. Zum anderen hat der Einsatz der Mahlluft unter den gegebenen technischen Bedingungen keinen positiven Effekt auf die Steigerung der Dispersität.

An dieser Stelle ergeben sich zwei weiterführende Fragen. Ist dieses Ergebnis material- oder prozesstechnisch begründet? Um der Frage des granulometrischen Zustandes des Ausgangsmaterials auf den Grund zu gehen, sind in den folgenden Unterkapiteln äquivalente Untersuchungen mit zwei größeren, aber sonst chemisch gleichen Modellschubstanzen protokolliert. Die Frage, inwieweit die durch die Mahlluftdüsen eingebrachte Energie besser oder überhaupt dissipiert werden kann, wird näher diskutiert. Der Einfluss durch das rotierende Sichtrad unter vorhandenen Bedingungen (Geometrie, Anordnung, Strömungsführung zum Sichtrad) ist bei maximaler Rotation an nachgewiesener Grenze fest, da undefinierte Reagglomerationsvorgänge stattfinden. Infolge dessen kann ein unbekannter gewonnener Dispersitätszustand nicht aufrechterhalten werden.

5.3 Aerosil®90

Aus technischen Gründen sind mit dieser Modellschubstanz der reine Betrieb als Sichter ATP50 (minimaler Luftdurchsatz von $21 \text{ m}^3/\text{h}$) und der Betrieb als Strahlmühle AFG100 bei maximal 3 bar Mahlluftdruck (Luftdurchsatz $52 \text{ m}^3/\text{h}$) untersuchbar. In dieser Reihenfolge ist vergleichend auf den Betrieb als Sichter ATP50 und im einfachen Mühle-Sichter-Kreislauf als AFG100 zu schließen.

Versuchsreihe ATP50

Beginnend bei deaktiviertem Sichtrad ist beim Betrieb der Anlage als reiner Sichter (ATP50) ohne zusätzliche Mahlluft bei minimal möglichem Luftdurchsatz von $21 \text{ m}^3/\text{h}$ anhand der Volumenverteilung in Abbildung 43 a) eine nur langsam anwachsende Dispergierwirkung bis zur Drehzahl von 17500 U/min zu erkennen.

Das bis zu diesem Punkt maximal erreichbare Desagglomerationsniveau ist mit dem von Aerosil®200 vergleichbar (vgl. Abbildung 44, D_1 knapp 40 %). Zu verdeutlichen ist dieser Punkt mit der analogen Darstellung der Volumenanteile μ_3 in den einzelnen erreichbaren Desagglomerationsplateaus über den gesamten messbaren Partikelgrößenbereich (vgl. Abbildung 45). Diese mit steigendem Leistungseintrag nur allmählich ansteigende Zerkleinerungswirkung der mikronen Anteile der aufgegebenen Aerosolfraktion in den Bereich der submikronen Agglomerate zwischen 200 nm und $1 \mu\text{m}$ ist im Vergleich zu dieser Versuchsreihe mit Aerosil®200 besonders hervorzuheben.

Dies impliziert die agglomeratzerkleinernde Stoß- und Abrasionswirkung an der Sichtradaußenkante. Das heißt, diese Entwicklung der Partikelgrößenverteilung im Produktstrom kommt bis zu einer kritischen Sichtraddrehzahl von 17500 U/min einem selbstähnlichen Abrasionsprozess gleich (vgl. Abbildung 43 a)). Außerdem werden mit steigender Sichtradrotation stufenweise mehr Aggregatäste von den Agglomeraten abgebrochen und umverteilt.

Das beinhaltet anhand der Ergebnisse, dass sich zum einen auch mikrone Agglomerate auf die Größe submikroner Agglomerate im Bereich von $1 \mu\text{m}$ und kleiner spalten lassen. Zum anderen werden abgeschlagene Aggregatäste auf die Größe submikroner Agglomerate reagglomeriert.

In diesem Zusammenhang weisen die Mikronen Agglomerate anhand der erhaltenen Ergebnisse vom Aufgabeproduktstrom ausgehend eine gegenüber Aerosil®200 festere Agglomeratstruktur infolge einer geringeren Agglomeratporosität auf (vgl. Kapitel 2.1.2).

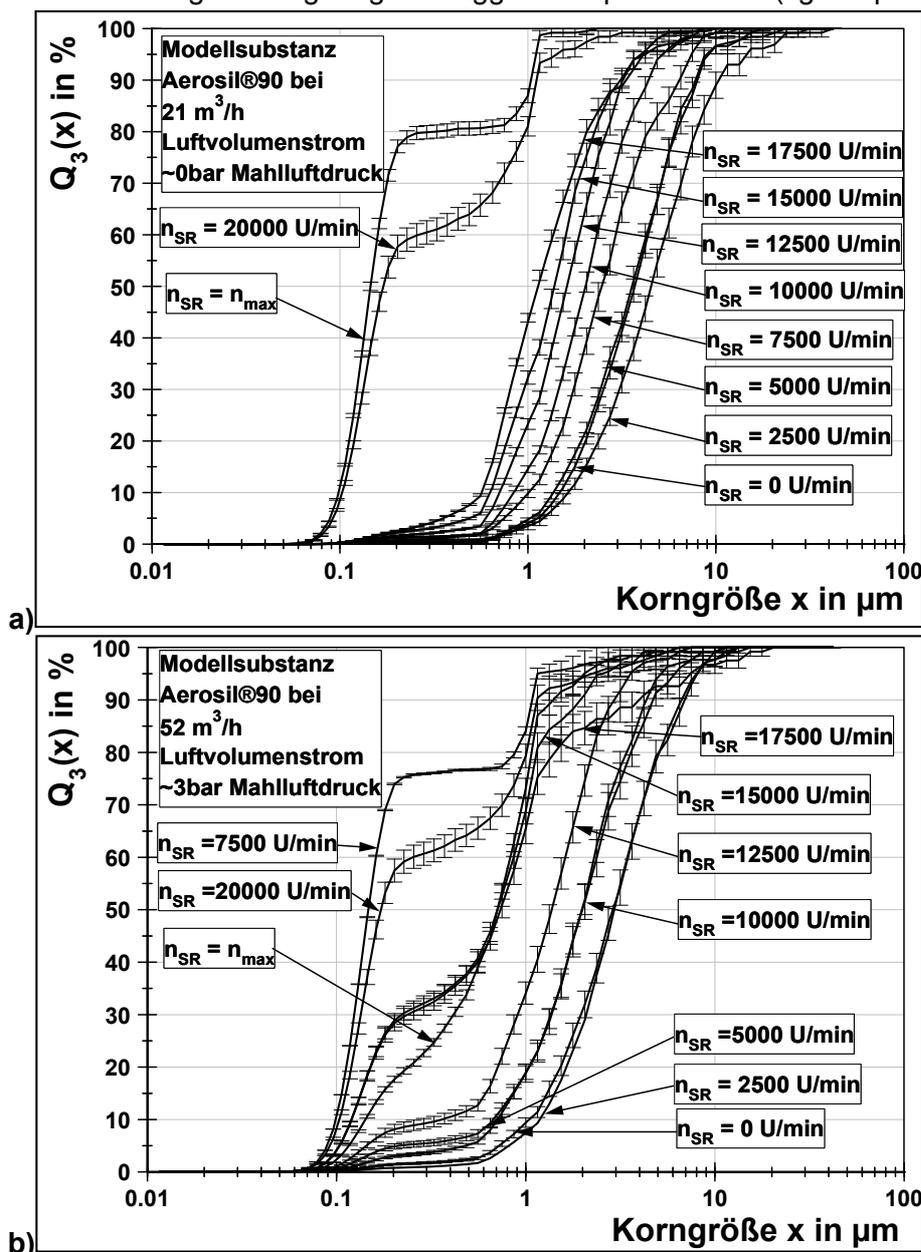


Abbildung 43: Einfluss der Sichtraddrehzahl auf die Dispersität der Produktaerosole bei verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®90

Wie beim Vergleich der Niveaus in Abbildung 42 mit Abbildung 44 sowie Abbildung 41 mit Abbildung 45 zu erkennen, hat bei den Versuchen mit Aerosil®200 schon der minimalste Eintrag mechanischer Energie durch das Sichtrad zum Erreichen eines vergleichbaren Desagglomerationsniveaus wie bei 17500 U/min bei Aerosil®90 ausgereicht.

Bei weiterer Steigerung der Sichtraddrehzahl (siehe Abbildung 43 a) und Abbildung 44) kommt es ab 20000 U/min infolge des weiter steigenden Leistungseintrages mit steigender Sichtraddrehzahl zum Aufbrechen eines Großteils der Agglomerate bis in den Bereich der Materialaggregate (zweites Plateau). An diesem Arbeitspunkt ergibt sich für die betrachtete Modellsubstanz ein kritischer Leistungseintrag durch das schnell rotierende Sichtrad, der den Sprung in der Dispersität bewirkt. Das heißt, ab dieser durch das Sichtrad eingetragenen Leistung werden die Bestandteile der Ausgangsagglomerate zum größten Anteil weit genug stabil voneinander entfernt, ohne dass es zu überwiegenden Reagglomerationsvorgängen kommt.

Somit liegen schon bei einer Drehzahl von 20000 U/min ca. 60 Vol.-% der Produktaerosolpartikel im Bereich kleiner gleich 200 nm (max. Aggregatgröße) vor.

Circa 80 Vol.-% der Produktaerosolpartikel/-agglomerate werden bei dieser Parameterkombination auf Größen kleiner 1 µm dispergiert. Davon liegen nur ca. 20 Vol.-% im Bereich zwischen 200 nm und 1 µm, dem ersten Plateau.

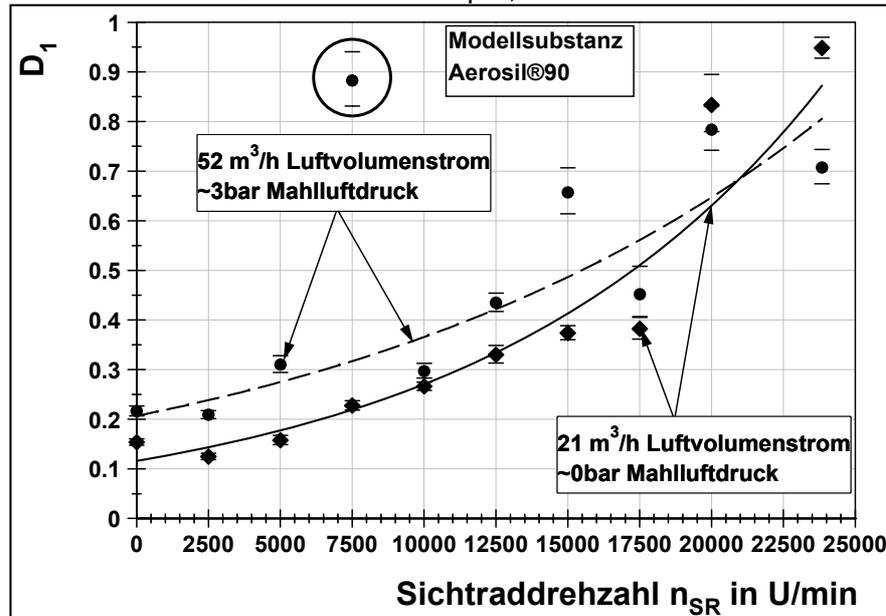


Abbildung 44: Desagglomerationsgrad D_1 in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®90

Erstaunliche 50 Vol.-% sind zu den Materialaggregatäten aufzubrechen und 10 Vol.-% des Ausgangsmaterials werden durch die wirkenden Kräfte an der Sichtradaußenkante bis auf die Primärpartikel aufgebrochen. Das heißt, 10 % werden über die Zerstörung der Aggregate bis auf ein drittes Plateau verschoben.

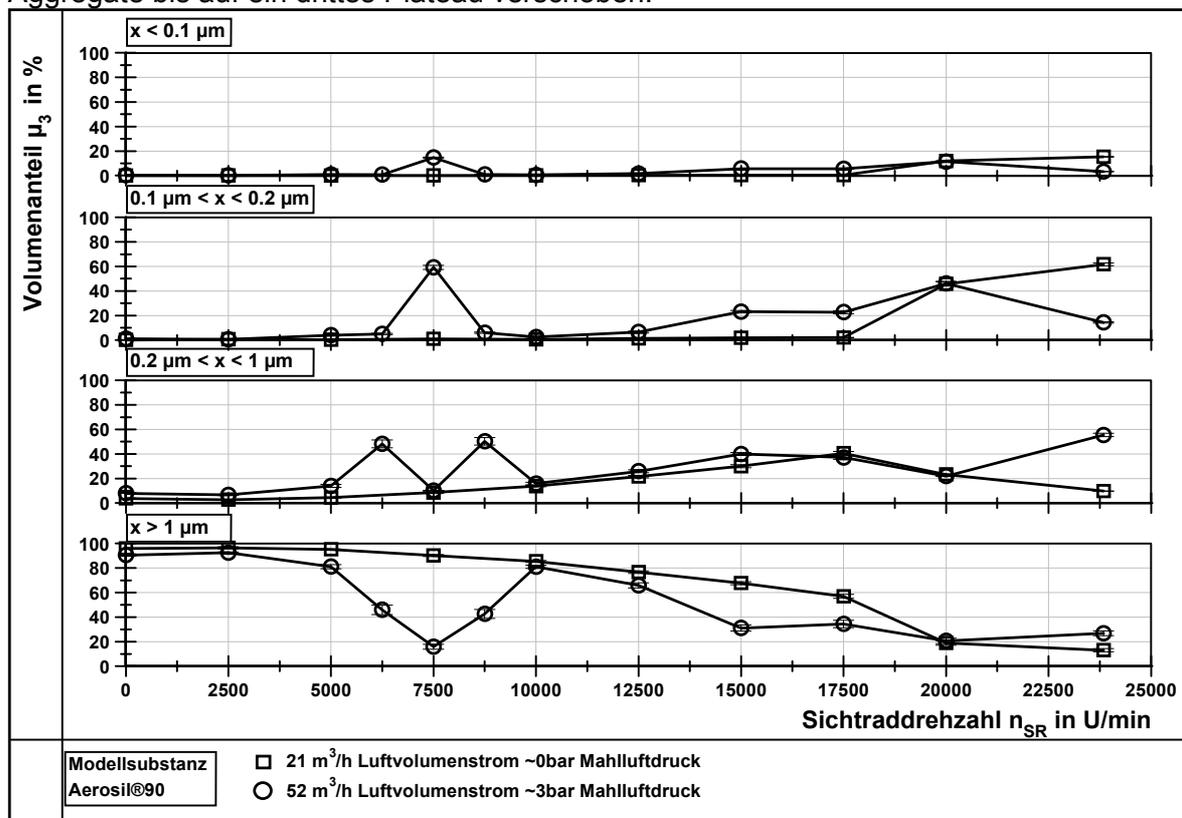


Abbildung 45: Volumenanteile in 4 definierten Größenbereichen in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und des Luftdurchsatzes für Aerosil®90

Die höchstmögliche Sichtradrotation bei einer Drehzahl von knapp 24000 U/min bewirkt diesbezüglich noch einmal eine Steigerung des Anteils in den Bereich kleiner gleich 200 nm um 20 Vol.-% auf 80 Vol.-%.

Davon liegen 60 % der Produktaerosolpartikel als Aggregate zwischen 0,1 µm und 0,2 µm sowie knapp 20 % als Primärpartikel kleiner 0,1 µm vor. Die Verbesserung der Dispersität des Produktaerosols bis in den Bereich eines dritten Plateaus steht also in direkter Abhängigkeit der durch das Sichtrad über seine Rotation eingetragenen Leistung. Insgesamt wird bei dieser Parameterkombination ein Produktaerosol mit gut 87 Vol.-% kleiner 1 µm Partikel-/Agglomeratgröße erreicht. Daraus resultiert ein geringer Anteil an submikronen Agglomeraten größer 200 nm von 7 Vol.-%.

Die deutlich zu erkennende und typische Bimodalität der feinsten Produktaerosolverteilungen zeigt bei 20000 U/min zu dem erheblichen Anteil von 60 Vol.-% kleiner gleich 200 nm ein weiteres Maximum, aber mit wesentlich geringerem Anteil von 23 Vol.-% im Partikel-/Agglomeratgrößenbereich von 0,2 bis 1,23 µm. Bei maximal möglicher Sichtraddrehzahl n_{max} von ca. 24000 U/min ergibt sich zu dem Maximum mit einem Anteil von 80 Vol.-% kleiner gleich 200 nm (max. Aggregatgröße) ein weiteres Maximum mit einem sehr geringen Anteil von weniger als 20 Vol.-% im Partikel-/Agglomeratgrößenbereich von 0,7 bis 2,3 µm. In dieser Klasse ist ein sehr geringer Anteil von 12,5 Vol.-% ungenügend zerstörter Agglomerate größer 1 µm bis ca. 2,3 µm enthalten. Mit dem ersichtlichen Fortschritt auf ein nächstes Plateau muss es sich dabei um wieder reagglomeriertes oder nicht genügend desagglomeriertes Material handeln. Damit ist die Möglichkeit denkbar, dass sich ein stabiler Zustand zwischen desagglomerierender und agglomerierender Wirkung einstellt.

Trotz dieses Anteils handelt es sich um ein zielgerechtes technisches sowie insgesamt um das feinste Produktaerosol mit Aerosil®90 (vgl. Abbildung 44, D_1 ca. 95 %) bei Einsatz des ATP50. Bemerkenswert ist auch der geringe, aber vorhandene Anteil zwischen 10 und 20 Vol.-% kleiner gleich 100 nm (kleinste Aggregatgröße) bei den Aerosolen auf dem Niveau eines zweiten Plateaus.

Zwischenresümee

Unter Berücksichtigung des aktuellen Stands des Wissens in der Fachliteratur war es bisher nicht gelungen, Feststoffaerosole auf ein derartiges Dispersitätsplateau zu verschieben.

Dies ist vor allem dem verwendeten Online-Messsystem zuzuschreiben, welches in dieser Form für einen solchen Anwendungsfall mit einem derart breiten Partikelgrößenmessbereich bisher nie zur Anwendung kam. Das heißt weiterhin, ähnliche Plateaus können möglicherweise auch mit anderen Desagglomerationsmethoden erzeugt werden. Ohne eine entsprechende Nachweismethode für eine klare Beweisführung sind derartige wissenschaftliche Untersuchungen jedoch nicht mit den hier gezeigten Ergebnissen vergleichbar. Offline durchgeführte Messungen und/oder für die Analyse von der Gas- in die flüssige Phase übertragene und nachbehandelte Systeme sollten auch nicht für einen konkurrierenden Vergleich verwendet werden, da diese nicht den Zustand des Produktes direkt nach der Beanspruchung im Prozess repräsentieren.

Versuchsreihe AFG100

Für einen Prozessluftvolumenstrom von $52 \text{ m}^3/\text{h}$ ist auf den ersten Blick keine eindeutige Tendenz in Abhängigkeit von der Sichtraddrehzahl erkennbar (vgl. Abbildung 43 b)).

Die Beschreibung des Verlaufs durch einen exponentiellen Anstieg des Desagglomerationsgrades D_1 mit steigender Sichtraddrehzahl (vgl. Abbildung 44) zeigt mit einer um ca. 20 % geringeren Bestimmtheit die gleiche Tendenz zum Ergebnisverlauf bei minimalem Luftdurchsatz.

Mit Hilfe der Darstellung der Volumenanteile in Abbildung 45 ist ein ähnliches Verhalten zu der Versuchsreihe mit der ATP50 erkennbar. Auffällig sind bei der Erörterung einer Tendenz 4 Punkte.

1. Bis zu einem kritischen Punkt weisen die Produktaerosole bei Einsatz der Beanspruchungszone höhere Dispersitäten gegenüber denen ohne Verwendung der Beanspruchungszone auf.
2. Dieser kritische Punkt bei 20000 U/min weist einen vergleichbaren Dispersitätswert wie bei $21 \text{ m}^3/\text{h}$ auf.
3. Nach diesem Punkt kommt es zu einer Umkehr der Dispersität bei maximaler Sichtradrotation gegenüber dem Ergebnis bei $21 \text{ m}^3/\text{h}$.

Das heißt, von Beginn an bis zu einem kritischen Punkt mit einem vergleichbaren Produktaerosol bei 20000 U/min zeigt der Einsatz der Beanspruchungszone in der Gegenstrahlmühle mit 3 bar Mahlluftdruck einen tendenziell positiveren Effekt auf das Dispergierergebnis. Dass bei Aerosil®90 der geringere Volumenstrom bis zu einem kritischen Punkt zu schlechteren Desagglomerationsergebnissen führt, muss also an einem anderen Desagglomerationsmechanismus in der Sichter mühle liegen. Vorstellbar ist eine gewisse Fluidisierung der zu beanspruchenden Agglomerate, die sich bei höherer als der kritischen Drehzahl infolge höherer turbulenter Verhältnisse am Abweiseradkorb negativ auf die Dispersität auswirken, da möglicherweise Reagglomerationsvorgänge gefördert werden.

4. Bei einer Drehzahl von 7500 U/min ergibt sich ein maximaler, vorerst als Ausreißer gekennzeichnete Punkt (vgl. auch Abbildung 44). Dieser weist einen erhöhten Anteil von Aggregaten und Primärpartikeln bei geringerem Leistungseintrag (vgl. Abbildung 37) auf gleichem Niveau gegenüber der Einstellung bei minimalem Luftdurchsatz und maximaler Sichtradrotation (vgl. auch Abbildung 45) auf. Ob dieses reproduzierbare Produktaerosol für die Versuchsreihe eine Besonderheit bezüglich der Strömungsführung zum Sichtrad darstellt oder es sich tatsächlich um einen Ausreißer handelt, wird in weiterführenden Untersuchungen erörtert.

Weiterführende Untersuchungen

Für weiterführende Untersuchungen ist erstens der Drehzahlbereich um den Punkt bei 7500 U/min (Betrieb der Beanspruchungszone mit 3 bar Mahlluftdruck) und zweitens ein Luftdurchsatz zwischen 21 m³/h und 52 m³/h in Abhängigkeit von der Sichtradrotation an ausgewählten Punkten zu untersuchen.

Diese Untersuchungen geben einen genaueren Aufschluss darüber, in welcher Weise mit dem Einfluss der Mahlluft im Detail umzugehen ist.

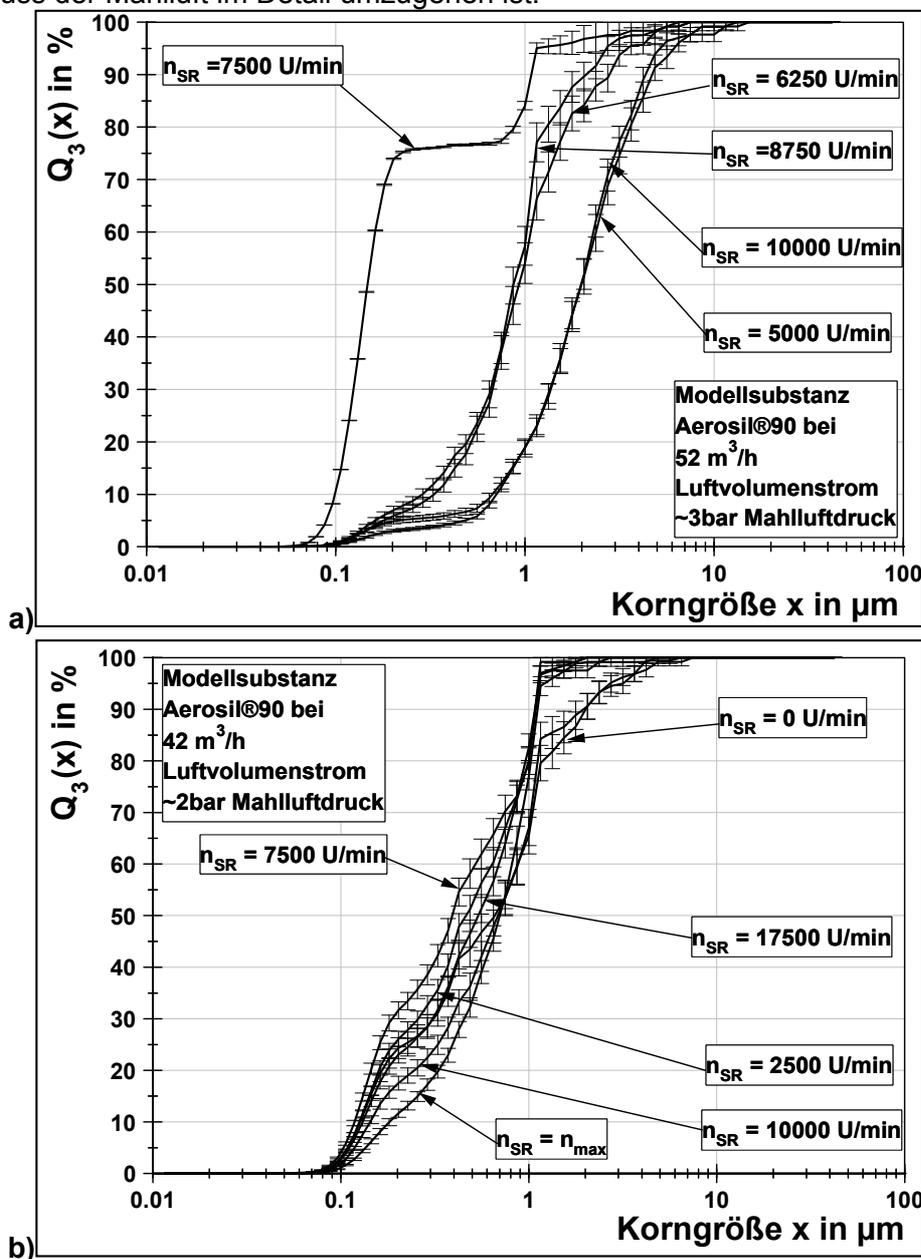


Abbildung 46: Entwicklung der Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ a) um 7500 U/min bei 3 bar und b) 2 bar Mahlluftdruck bei ausgewählten Sichtradrotationen

Der erste Schritt ist die nähere Auflösung der Versuchsreihe bei 3 bar Mahlluftdruck mit einer Sichtradrotation an den Punkten 6250 und 8750 U/min. Beim Betrachten der Kurven in Abbildung 46 a) mit steigender Drehzahl ist nicht mehr auf einen Ausreißer bei der Parameterkombination $p_{\text{ML}} = 3$ bar und $n_{\text{SR}} = 7500$ U/min zu schließen. Es ist ein Weg zur hohen Dispersität bei 7500 hin und über diese hinweg zu 5000 U/min zurück zu erkennen, um dann im nachfolgenden Verlauf des Desagglomerationsgrades D_1 (vgl. Abbildung 44) dem bisher bekannten Trend zu folgen. Das heißt, die Höhe und die Anteile der Art der eingebrachten Leistung stellen eine den Desagglomerationsprozess begünstigende Konstellation infolge der Strömungsführung zum Sichtrad dar.

Diese Konstellation führt zu einem maximal möglichen Überwinden der interpartikulären Wechselwirkungen und Trennen der Aerosolteilchen im Prozessraum bis in die Messzone des WIDE-RANGE-Messgerätes.

In Abbildung 46 b) ist die Versuchsreihe bei einem für Strahlmühlen minimal zu fahrenden Vordruck von 2 bar mit Zylinderdüsen (Druckverhältnis p_K/p_0 unter 0,528) bei ausgesuchten Sichtraddrehzahlen anhand der Partikelgrößenverteilung dargestellt. Analog zum Einsatz der Strahlmühle bei 3 bar ergibt sich keine klare Tendenz in Abhängigkeit von der Sichtraddrehzahl. Auch liegen die reproduzierbaren Verteilungen alle auf einem ähnlichen Grenzniveau zwischen erstem und zweitem Desagglomerationsplateau. Für eine nähere Erörterung werden die gewonnen Ergebnisse bei 2 bar Mahlluftdruck ($42 \text{ m}^3/\text{h}$ Gesamtluftdurchsatz) im Vergleich zu den beiden anderen Luftdurchsätzen in Abbildung 47 bis Abbildung 49 gegenübergestellt.

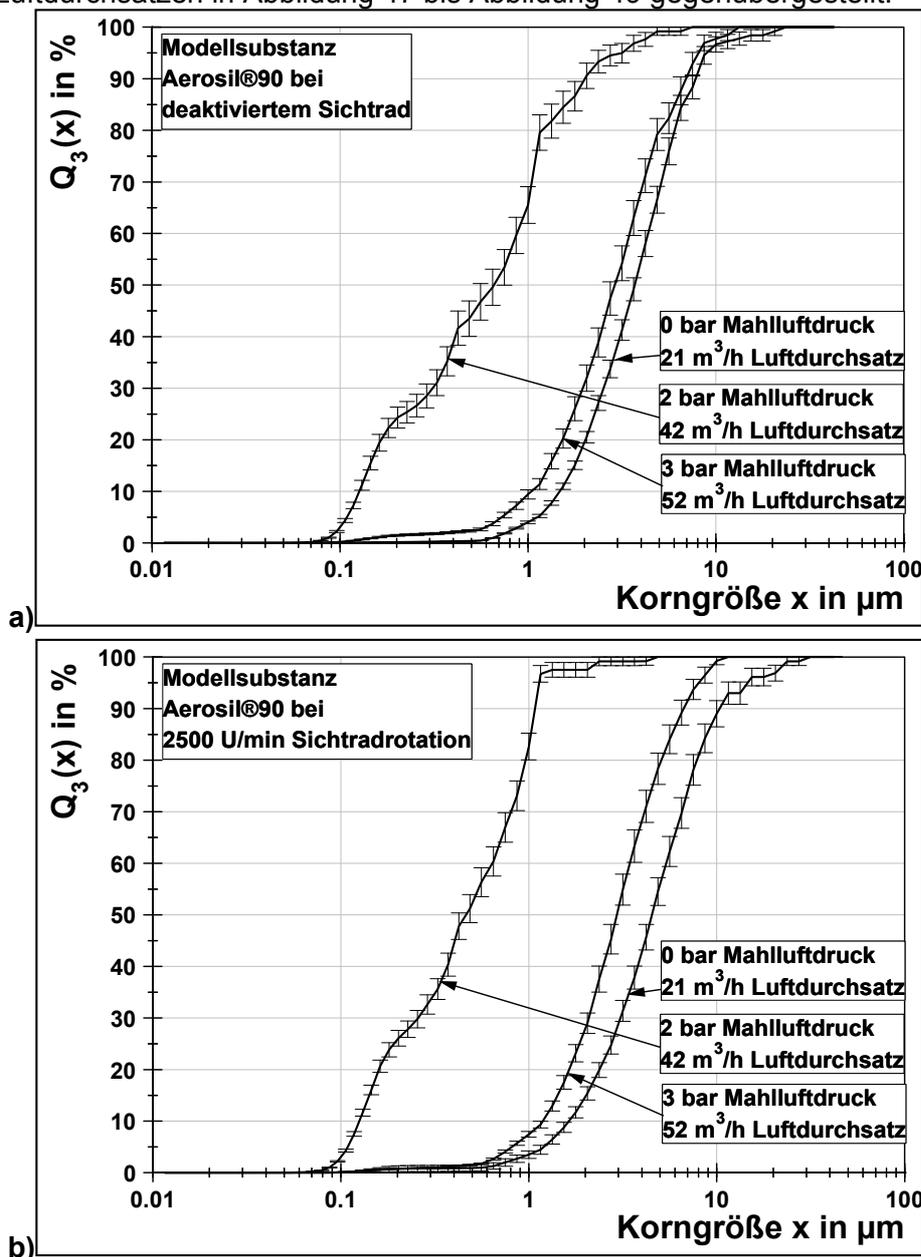


Abbildung 47: Vergleich Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ in Abhängigkeit vom Luftdurchsatz [=f(Mahlluftdruck)] für a) deaktivierte und b) 2500 U/min Sichtraddrotation.

Für eine vergleichende Betrachtung bietet es sich an, mit den Versuchen bei 7500 U/min zu beginnen (vgl. Abbildung 48 a)). Hier ergibt sich mit steigendem Luftdurchsatz eine eindeutige reproduzierbare Abhängigkeit zu einer maximal möglichen Dispersität des zuvor als Ausreißer entlasteten Punktes bei maximal möglichen 3 bar Mahlluftdruck. Das impliziert mit Einsatz der Beanspruchungszone und Steigerung des Mahlluftdrucks eine eindeutige Wirkung bei gewählter Sichtraddrotation.

Das heißt, die mit der Mahlluft eingebrachte Leistung wird dissipiert. Mit den Drehzahlen unter 7500 U/min bei beiden gewählten Einstellungen im Vergleich ergibt sich eine Regelmäßigkeit (vgl. Abbildung 47 a) und b)).

Die Steigerung des Mahlluftdurchsatzes führt zu einem kritischen Druck, bei dem eine maximale Dispersität erreicht wird. Dabei handelt es sich um den Vordruck, bei dem die Überschallbedingung für einen Freistrahл gerade erfüllt ist. Bei dem für diese Versuche mit Aerosil®90 maximal möglichen Druck ergibt sich eine verminderte Dispersität, die mit dem Ergebnis ohne Mahlluft vergleichbar ist. Infolge der turbulenten Verhältnisse mit steigendem Mahlluftdruck ergeben sich bei Steigerung auf 3 bar Reagglomerationserscheinungen, die insgesamt zu einem gröberem Aerosol führen.

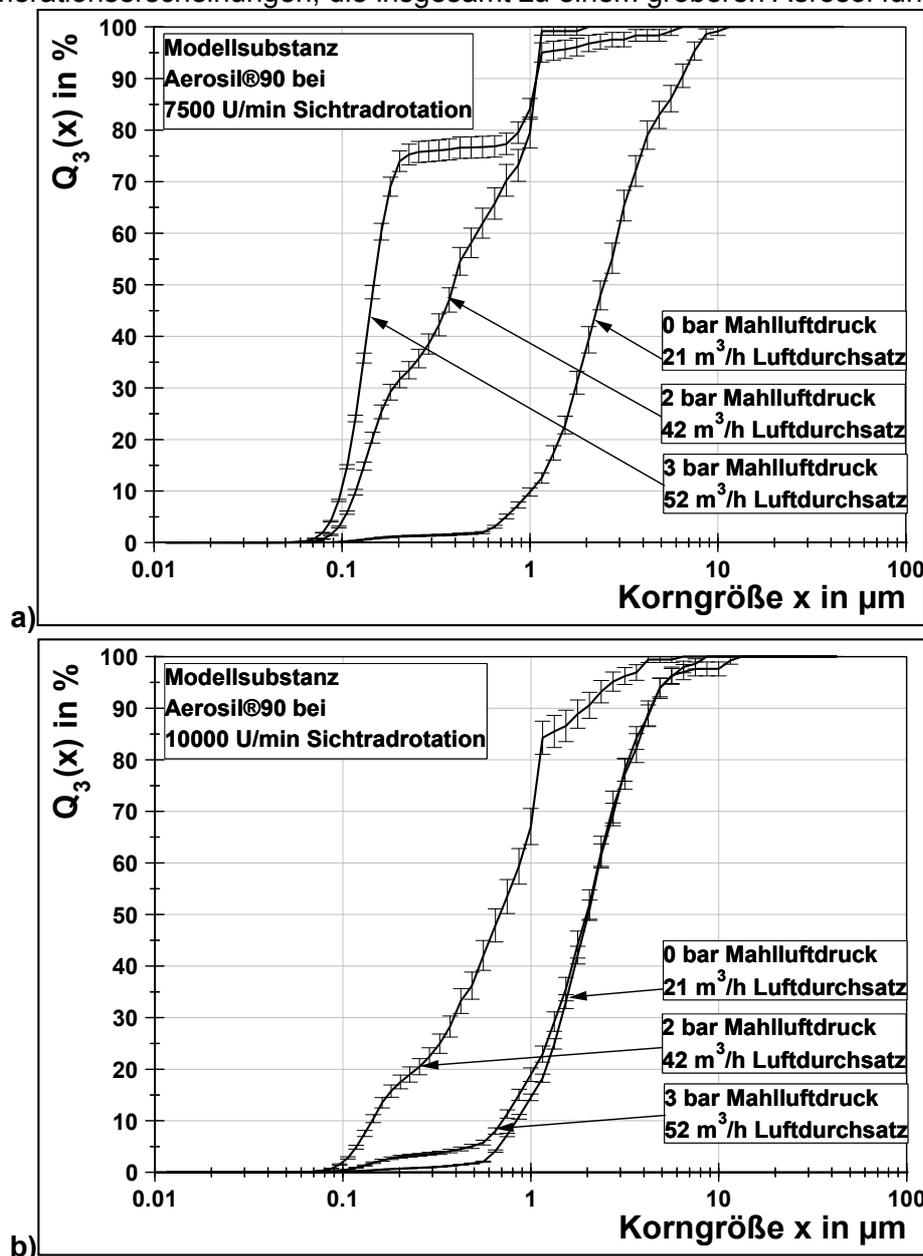


Abbildung 48: Vergleich Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ in Abhängigkeit vom Luftdurchsatz [=f(Mahlluftdruck)] für a) 7500 U/min und b) 10000 U/min Sichtradrotation.

Über den kritischen Punkt bei 7500 U/min hinaus, bei dem sich ein eindeutiger Zusammenhang mit logisch ableitbaren Effekten feststellen lässt, ergibt sich bis zur kritischen Drehzahl von 17500 U/min im oberen Mittelfeld des möglichen Drehzahlbereichs über den Punkt bei 10000 U/min ein ähnliches Bild wie bei den beiden kleinsten Sichtraddrehzahlen (vgl. Abbildung 49 a) und Abbildung 48 b)).

Bei 17500 U/min ist im Vergleich von 2 und 3 bar Mahlluftdruck ein stufenweises Fortschreiten der Desagglomerationswirkung in einem engeren Rahmen der beiden Mahlluftdrücke erkennbar. Dieses Ergebnis stützt eine tatsächlich vorliegende Maximaldispersität bei 7500 U/min, die sich im Drehzahlbereich um diesen Punkt ergibt. Mit den Ergebnissen zur Dispersität bei maximaler Sichtradrotation und den drei Luftdurchsätzen im Vergleich zu den Ergebnissen bei 7500 U/min ist ein Umkehreffekt in ungefähr gleichem Abstand zu erkennen (vgl. Abbildung 49 b) mit a) sowie Abbildung 48 und Abbildung 47).

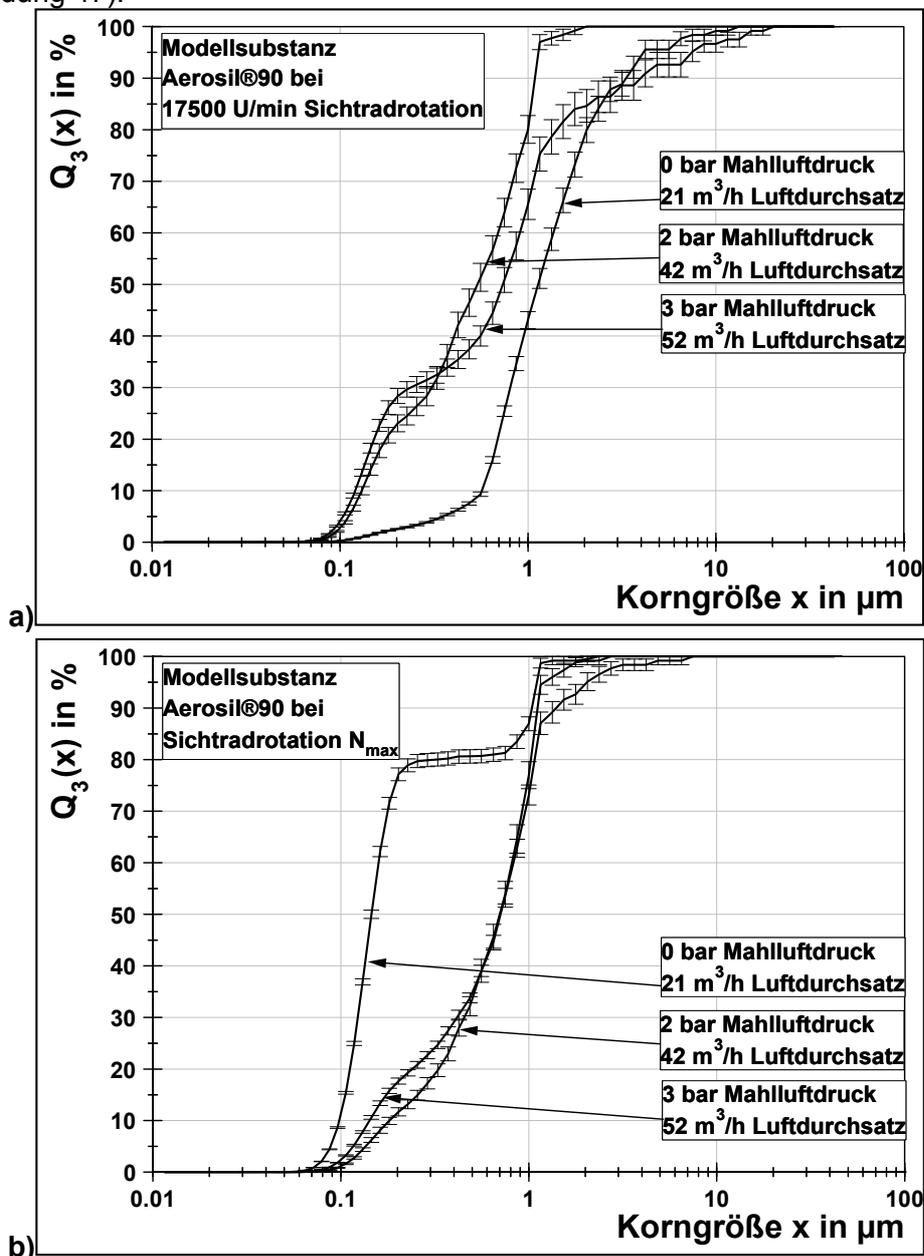


Abbildung 49: Vergleich Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ in Abhängigkeit vom Luftdurchsatz [=f(Mahlluftdruck)] für a) 17500 U/min und b) maximale Sichtradrotation.

Das heißt, aus energetischer Sicht ist mit einer maximalen Drehzahl bei reinem Sichterbetrieb mit 1 kW Leistungseintrag gegenüber einer geringen, aber kritischen Sichtradrotation bei 7500 U/min und Einsatz der Beanspruchungszone mit 3 bar Mahlluftdruck mit ca. 1,3 kW Leistungseintrag ein vergleichbares maximal dispergiertes Aerosol herstellbar.

Zwischenresümee

Für eine nähere Erörterung der Ergebnisse ist in nachfolgenden Forschungsarbeiten die Aufgabe gestellt, eine explizite strömungsmechanische Untersuchung des Prozessraumes unter denselben Bedingungen abzubilden, da die reine Betrachtung des Leistungsinputs nicht zur vollständigen Klärung der ablaufenden Effekte ausreicht, sondern lediglich Modellvorstellungen zulässt. Hier ist vor allem der Bereich der Beanspruchungszone und der Transportströmung im Mittelteil des Prozessraumes gemeint. Fakt ist, dass die für die Dispergiertechnik gewonnenen positiven Erkenntnisse nicht zufällig, sondern reproduzierbar unter vergleichbaren, genauen Bedingungen erzeugt sind. Derartige Untersuchungen wurden in Zusammenhang mit der verwendeten Sichtermühle bisher nicht publiziert und stellen ein eigenes Forschungsthema dar.

5.4 Aerosil®OX50

Anhand der Partikelgrößenverteilung in Abbildung 50 und der Volumenanteile in den einzelnen erreichbaren Desagglomerationsplateaus in Abbildung 51 liegen alle reproduzierbar nachgewiesenen Aerosole mit Aerosil®OX50 auf dem gleichen erreichbaren Desagglomerationsplateau.

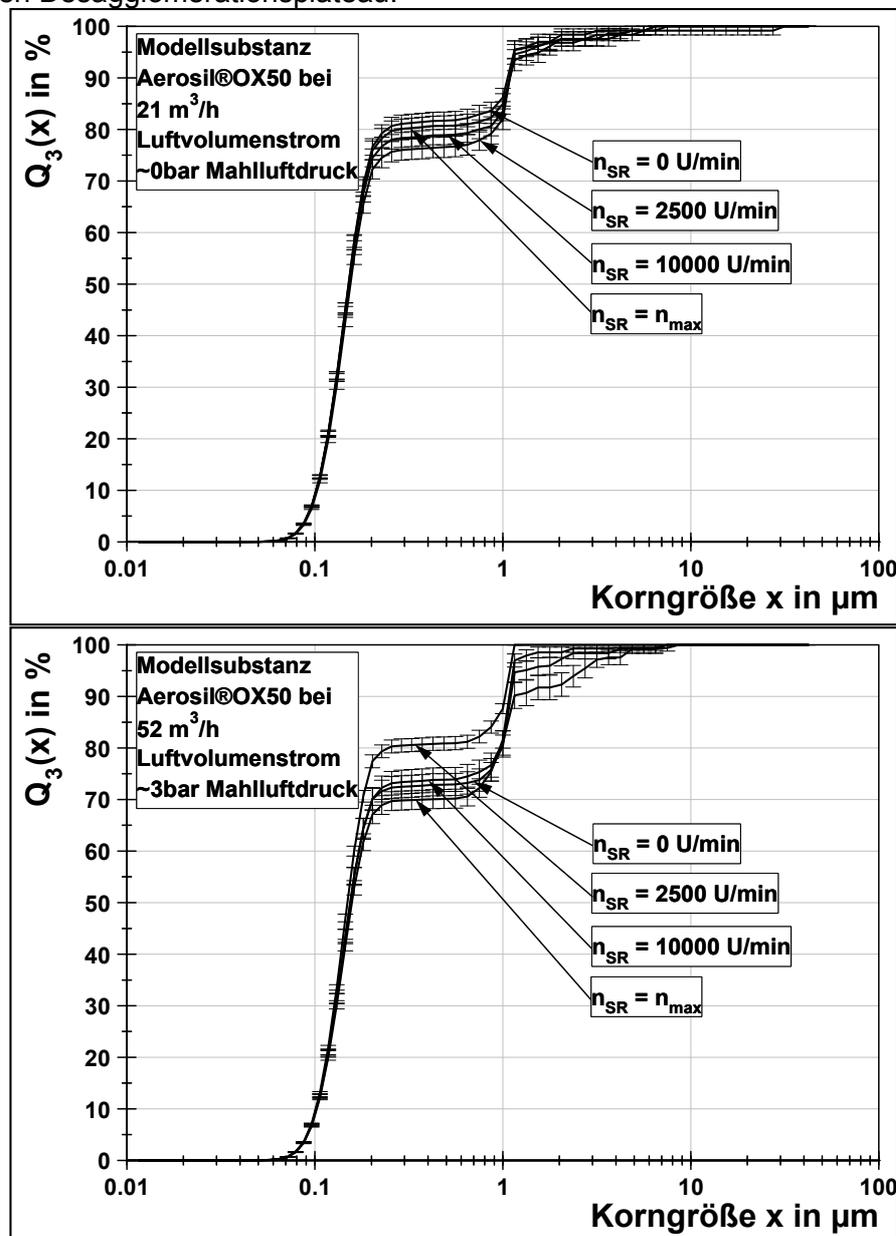


Abbildung 50: Einfluss der Sichtraddrehzahl auf die Dispersität der Produktaerosole bei verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®OX50

Im Detail zeichnet der Einsatz der Sichter­mühle insgesamt eine nur marginale und schwer zu tendenzierende Wirkung als Agglomerate zerstörendes Organ ab.

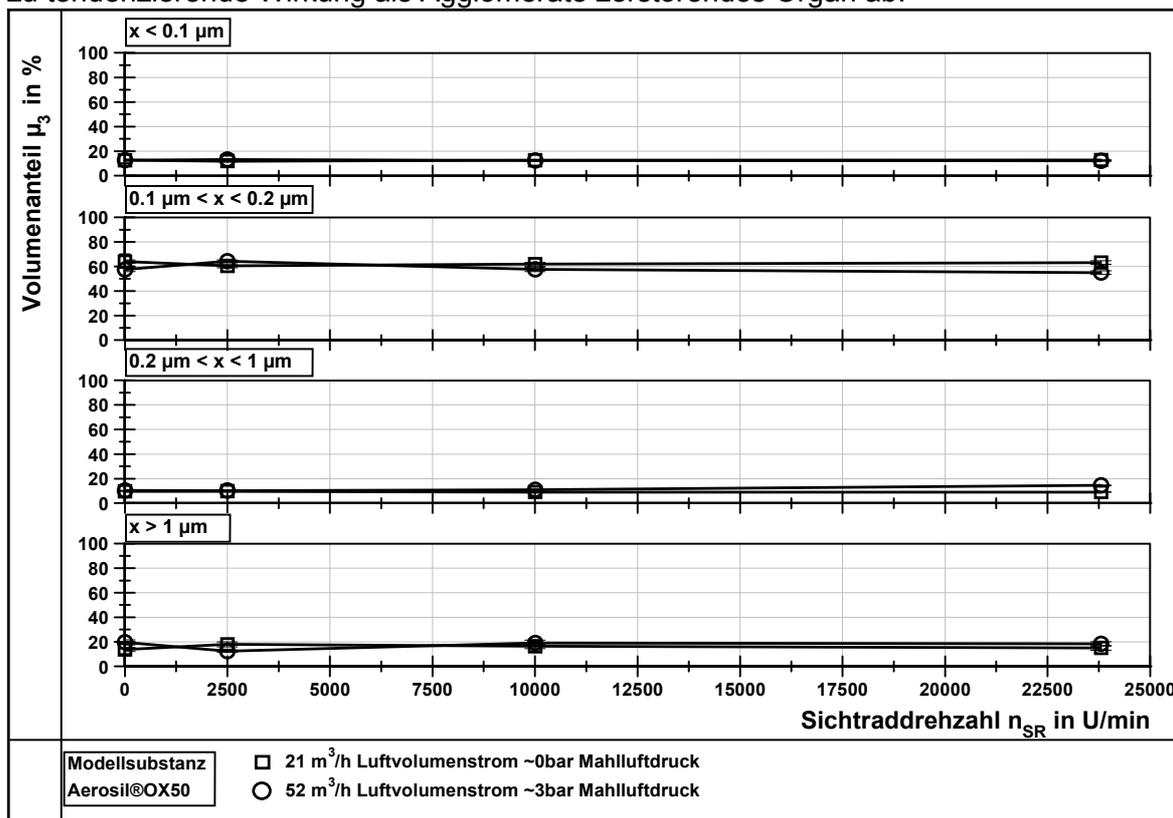


Abbildung 51: Volumenanteile in 4 definierten Größenbereichen in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und des Luftdurchsatzes für Aerosil®OX50

Der Desagglomerationsgrad D_1 in Abbildung 52 zeigt in einem gering differierenden Verlauf einen Umschlag mit steigender Sichtraddotation von anfangs höheren Dispersitäten bei 3 bar zu 0 bar zu einem etwas feineren, aber statistisch nicht signifikant unterschiedlichen Produktaerosol in Anlehnung an die Ergebnisse mit Aerosil®90. Analog zu den feinsten Aerosolen mit Aerosil®90 ist generell ein deutliches Aufbrechen der Agglomerate bis in den Bereich der Materialaggregate zu verzeichnen.

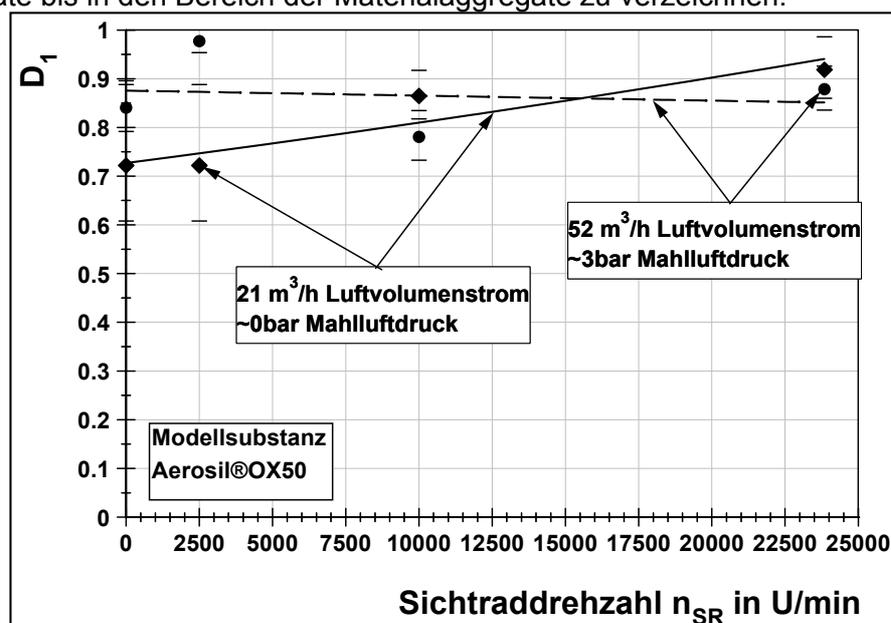


Abbildung 52: Desagglomerationsgrad D_1 in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®OX50

Das feinste sich von den anderen abgrenzende Produktaerosol ($p_{ML} = 3 \text{ bar}$, $n_{SR} = 2500 \text{ U/min}$) nimmt in der Darstellung in Abbildung 52 den Wert D_1 nahe 1 für den maximal möglichen Dispersitätszustand mit der Modellschubstanz an [$Q_3(x=0,2 \mu\text{m})$ ca. 80 Vol.-%].

Mit einem Volumenanteil von 90 % bei einer Partikelgröße von $1 \mu\text{m}$ und 10 % Volumenanteil zwischen $1 \mu\text{m}$ und $1,15 \mu\text{m}$ stellt es insgesamt das feinste produzierbare Aerosol mit den drei untersuchten Modellschubstanz dar. Unter Berücksichtigung des Einflusses der Sichtertermühle ist das Erreichen eines zweiten Plateaus primär für alle mit Aerosil®OX50 produzierten Aerosole durch das Schergefälle im verwendeten Ejektor aus dem RODOS-System der Fa. Sympatec verursacht. Mit dem Einsatz der Strahlmühle kann keine Plateauverschiebung erreicht werden. Es kommt vereinzelt zu Umverteilungen der Feinanteile im Aggregatgrößenbereich zu größeren Agglomeraten und zurück. Das ist auf stochastische Effekte (Reagglomeration und Desagglomeration) während des Prozesses zurückzuführen.

Bei dieser kompaktesten der drei Modellschubstanz Aerosil®OX50 ist mit dem Einsatz der Sichtertermühle unter verschiedenen Prozessbedingungen (p_{ML} , n_{SR}) gegenüber der reinen Wirkung des Ejektors kein Sprung auf ein nächstes, drittes Plateau, also der vollständigen Zerstörung der Aggregate und weiter der Primärpartikel, festzustellen. Die Steigerung des Feinanteils im Partikelgrößenabschnitt kleiner 200 nm bis zur minimalen Aggregatgröße von 100 nm kommt durch die Desagglomeration der größeren Agglomerate aus den obersten mit Agglomeraten gefüllten Klassen mit der Sichtertermühle zustande. Die hauptsächlich resultierenden Aggregate werden so in die jeweilige Klasse umverteilt. Der Anteil kleiner gleich 100 nm beträgt bei allen Aerosolen mit dieser Modellschubstanz, wie den feinsten auf dem Niveau befindlichen Aerosolen mit Aerosil®90, ca. 10 Vol.-%. Dieser Anteil ist technisch bemerkenswert, zeigt aber keinen Sprung auf ein nächstes Plateau (vgl. Abbildung 51).

Bezüglich der statistischen Gleichheit der Ergebnisse ist es denkbar, dass ein Sprung auf ein nächstes Desagglomerationsplateau erreicht wird, da es infolge der Transportströmung und der damit verbundenen Interaktionszeit zwischen den am Prozess beteiligten Partikeln von der Beanspruchungszone zum Abweiserad zu erheblichen Reagglomerationsvorgängen und damit zu einem Produktaerosol auf einem stabilen Partikelgrößenniveau im Bereich von 100 bis 200 nm , also wie nachgewiesen, kommt.

Zwischenresümee

Aerosil®OX50 stellt als gröbste der untersuchten Substanzen das am einfachsten zu dispergierende Aerosol dar.

Der dafür verantwortliche Ejektor (primäre Wirkung für Plateausprung) ist laut den Untersuchungen von Stintz [STI2005] einer der bis dato effektivsten bekannten und kommerziell erhältlichen Trockendispergierer, wobei vergleichbare Dispersitätsniveaus mit feinen Schüttgütern bisher nie allein durch Strömungskräfte erreicht wurden. Der Nachweis derartiger Dispersitäten ist auf das verwendete WIDE-RANGE-Partikelgrößenmesssystem zurückzuführen. Bei den bisher publizierten Untersuchungen mit einem solchen Ejektor ist eine derartige Nachweismethode mit einem vergleichbaren Messbereich nicht erwähnt.

Somit ist, wie bereits angemerkt, mit der im Rahmen der Arbeit entwickelten WIDE-RANGE-Methode auf Basis der Erkenntnisse der Arbeit von Frihmelt [FRI1999] ein erheblicher Sprung für die gesamte Dispergiertechnik gelungen. Nur mit einer entsprechend breit arbeitenden Nachweismethode können Aussagen über den Erfolg oder Misserfolg einer Desagglomerationsmethode getroffen werden.

5.5 Vergleich des Desagglomerationsverhaltens der Modellsubstanzen

Anhand der Diagrammdarstellungen in Abbildung 53 sind die Zusammenhänge im Desagglomerationsverhalten zusammengefasst. Dazu wird der Kehrwert D_1^* des Desagglomerationsgrades D_1 (vgl. Formel 51) gebildet. Bei einem Wert von D_1^* gleich 1 ist die Desagglomeration nach den Vorgaben als zielgerecht zur Erreichung eines Desagglomerationsplateaus unterhalb von einem Mikrometer zu werten. Entspricht D_1^* einem Wert größer 1, so liegt die Dispersität des Produktaerosols auf einem Niveau über der Zieldispersität. Dieser Wert entspricht der oberen Partikelgröße der Verteilung in Mikrometer bei einem Verteilungswert Q_3 von 95 %.

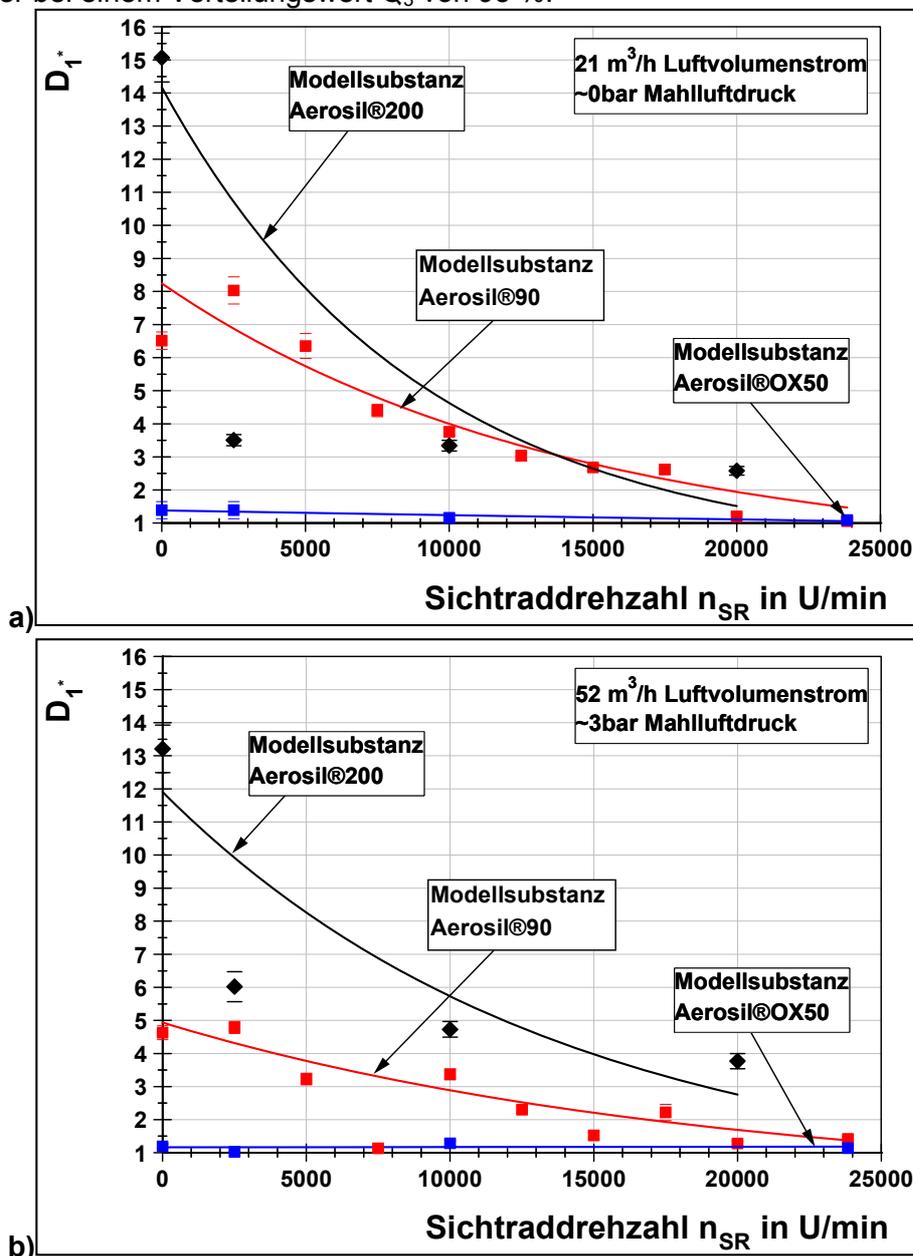


Abbildung 53: $D_1^* = 1/D_1$ (Wert entspricht der oberen Partikelgröße in μm bei $Q_3 = 95\%$ der Partikelgrößenvolumenverteilung) in Anhängigkeit der Sichtraddrehzahl und Modellsubstanz im Betrieb a) als Sichter ATP50 und b) als Strahlmühle AFG100 mit einem Mahlluftdruck von 3 bar

Der Verlauf von D_1^* in Abbildung 53 a) bei reinem Betrieb als Sichter bei minimalem Luftdurchsatz zeigt für die einzelnen Modellsubstanzen einen unterschiedlich intensiven Desagglomerationsfortschritt mit steigender Sichtraddrehzahl.

Zwischen den einzelnen Substanzen ist bezüglich der Desagglomerationswirkung bei vergleichbarer Desagglomerationsenergie mit gröber werdendem Ausgangsmaterial der sonst chemisch gleichen Aerosil®-Produkte ein leichteres Desagglomerieren bis in den Bereich eines zweiten Desagglomerationsplateaus nachweisbar.

Eine Ausnahme für diesen grundsätzlichen Trend besteht bei Aerosil®90 gegenüber Aerosil®200. Bis zu einer kritischen Sichtradrotation wird bei Aerosil®90 eine höhere Bindungsenergie als Zerkleinerungsenergie wirksam, die sich stufenweise bis zu einer kritischen Drehzahl bei 17500 U/min dem Dispersitätsniveau von Aerosil®200 angleicht (vgl. Kapitel 5.3). Dies liegt wahrscheinlich an einer geringeren Agglomerat-Porosität von Aerosil®90 vor der Beanspruchung im Vergleich mit den Aerosil®200-Agglomeraten.

Die Aerosil®200-Agglomerate müssen also eine so hohe Porosität aufweisen, dass das bloße Aktivieren des Sichtrades mit minimaler Drehzahl einen Sprung zu einer Dispersität auf einem ersten Plateau im submikronen Bereich gegenüber deaktiviertem Sichtrad bewirkt. Erst mit Überschreiten einer kritischen Sichtradrotation von mehr als 17500 U/min gelingt mit Aerosil®90 ein Sprung auf ein nächstes Plateau im submikronen Bereich (vgl. Kapitel 5.3). Mit Aerosil®200 ist dieser Sprung bei fortschreitendem Energieeintrag nicht möglich. Diese werden infolge steigender Sichtradrotation nur minimal besser desagglomeriert. Dies ist höchstwahrscheinlich auf wesentlich stärker wirkende Reagglomerationsprozesse gegenüber den Bindungsenergien bei Aerosil®90 zurückzuführen. Stand des Wissens ist, dass ab Partikelkonzentrationen um 10^{11} Partikel/m³ eine Agglomeration dispergierter Partikel einsetzt [ZAH1976], [ZAH1977]. In Anhang 1 ist dazu die mit dem WIDE-RANGE-System bestimmte Gesamtpartikelkonzentration in Partikel/m³ für die jeweiligen Versuchsreihen aufgetragen. Auffällig ist, dass die ermittelten Anzahlkonzentrationen weit über der bisher in der Literatur bekannten Grenze von 10^{11} Partikel/m³ liegen. Generell sind bei höheren Dispersitäten im Vergleich insgesamt höhere Partikelzahlen zu verzeichnen. Der bisher diskutierte Haupttrend einer effektiveren Desagglomeration bei feiner werdendem Ausgangsmaterial wird in der Darstellung in Abbildung 53 im Vergleich mit Anhang 2 bestätigt. Deshalb ist es umso erstaunlicher, dass vor allem bei den Untersuchungen mit Aerosil®OX50 solch hohe Partikelkonzentrationen bei gleichzeitig hohem Desagglomerationsplateau vorliegen.

Die Resultate mit Aerosil®OX50 zeigen ein konstantes, zielgerechtes Desagglomerationsniveau bei einem Wert von D_1^* nahe eins (vgl. Abbildung 53 a)). Aufgrund der gröberen im Agglomeratverbund beteiligten Partikel gegenüber den beiden anderen Modellsubstanzen ist die Anzahl an Kontaktstellen so gering, dass ein kritischer Wert unterschritten wurde, der eine vergleichsweise geringe Bindungsenergie im Agglomerat zur Folge hat, so dass schon die Desagglomerationswirkung im Aufgabeejektor zu einer fast vollständigen Zerstörung der Agglomerate vor allem auf einem Niveau im Bereich der Materialaggregate führt. Die mit großer Wahrscheinlichkeit ablaufenden Reagglomerationsprozesse beziehen sich dabei vor allem auf einen Anteil der sumikronen Agglomerate größer 200 nm. Eine Reagglomeration der Partikel im Bereich kleiner als 100 nm zu Größen im Bereich der Agglomerate ist dabei aber nicht ausgeschlossen. Von den Bindungsenergien zwischen den Primärpartikeln im Aggregatverbund ausgehend ist aber die erste Variante wahrscheinlicher (vgl. Kapitel 6.2).

Die Dispersitäten der Produktaerosole mit hohen Volumenanteilen im Bereich der Materialaggregate sind infolgedessen im Zusammenhang mit der Nachweismethode als Fortschritt für die Dispergiertechnik zu werten.

Bei Einsatz der Beanspruchungszone als Strahlmühle AFG100 mit einem Mahlluftdruck von 3 bar (vgl. Abbildung 53 b)) ergibt sich bezüglich der Ergebnisse mit der größten Modellsubstanz Aerosil®OX50 kein Fortschritt zu einem höheren Dispersitätsniveau. Hier kann ein Einfluss der Strahlmühle auf das Desagglomerationsverhalten ausgeschlossen werden.

Beim Vergleich der beiden Versuchsreihen mit Aerosil®200 und Aerosil®90 ist ein merklicher Unterschied vor allem bei den Sichtraddrehzahlen kleiner 17500 U/min gegenüber dem Verlauf ohne Beanspruchungszone zu erkennen.

Durch die Mahlluft scheint es bei den Versuchen mit Aerosil®90 gelungen zu sein, eine Fluidisierung der in den Prozessraum eingebrachten Materialagglomerate zu bewirken. Somit haben die Materialagglomerate eine gegenüber den Versuchen ohne Mahlluft geringere Dichte vorzuweisen, welche es ermöglicht, die interpartikulären Wechselwirkungen infolge einer kleineren inneren Zugfestigkeit der Agglomerate mit der folgenden Beanspruchung durch das Sichtrad zu überwinden. Inwieweit von den durch die 3 bar Mahlluftdruck eingebrachten 1 kW Leistung in diese Fluidisierung und somit Auflockerung der Agglomerate umgesetzt wird, ist aus den Versuchsergebnissen nicht abzuleiten.

Dem gegenüber ist mit dem erhöhten Luftdurchsatz bei Aerosil®200 eine Verminderung des Desagglomerationserfolges infolge der erhöhten Schleppkraft zu verzeichnen. Das ist mit einer geringeren Verweilzeit und somit einer geringeren die Agglomerate zerstörenden Wirkung des Sichtrades im Vergleich zum Prozess ohne Mahlluft zu erklären.

Die volumenspezifische Oberfläche der Produktaerosole mit Aerosil®OX50 liegt relativ konstant unabhängig von den variierten Prozessgrößen bei maximaler Dispersität auf einem zweiten Plateau in einem Wertebereich von minimal 35 und maximal 38 m^2/cm^3 (vgl. Abbildung 54).

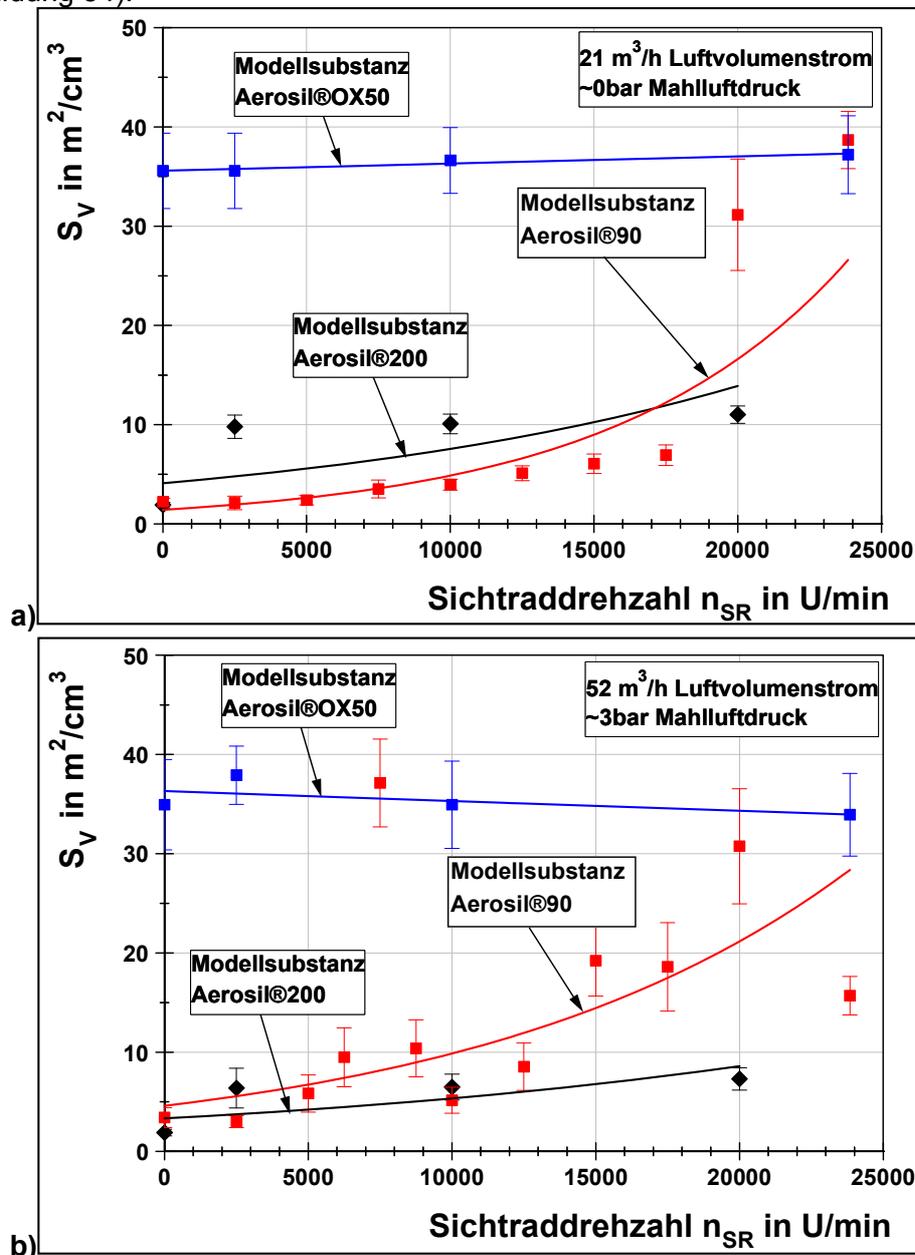


Abbildung 54: Volumenspezifische Oberfläche in Anhängigkeit der Sichtraddrehzahl und Modellsubstanz bei Betrieb a) als Sichter ATP50 und b) als Strahlmühle AFG100 mit einem Mahlluftdruck von 3 bar

Bei Aerosil®90 ist das nach dem im Vorstehenden erörterten Desagglomerationsverhalten komplexer.

Bei reinem Betrieb als Sichter bis zur kritischen Sichtradrotation von 17500 U/min entwickelt sich die spezifische Oberfläche (vgl. [DIN2006]) von ca. 2 bis ca. 7 m²/cm³ (vgl. Abbildung 54 a)). Darüber hinaus liegen die Werte auf dem Niveau von Aerosil®OX50. Das ist ein Unterschied von Faktor fünf bis zwanzig zur spezifischen Oberfläche bei minimaler Dispersität.

Bei den Produktaerosolen mit Aerosil®200 liegen die Werte bei Einsatz als ATP50 auf konstant 10 m²/cm³, also ca. ¼ der maximalen Oberfläche bei reinem Betrieb des Sichters bei Produktaerosolen mit maximaler Dispersität (vgl. Abbildung 54 a)). Ohne Sichter liegt der Wert analog zu Aerosil®90 auf ca. 2 m²/cm³.

Mit Sichter und bei 3 bar laufender Beanspruchungszone mit Aerosil®200 ist eine gut halb so große Oberfläche möglich (vgl. Abbildung 54 b)), was auf die diskutierte erhöhte Schleppkraft des zusätzlichen Durchsatzes an Transportfluid zurückzuführen ist.

Ohne Wirkung des Sichters liegt der Wert, analog zur Versuchsreihe bei minimalem Luftdurchsatz, auf ca. 2 m²/cm³.

Bei Aerosil®90 kommt es infolge der Mahlluft zu der diskutierten Fluidisierung und somit zu einer erhöhten volumenspezifischen Oberfläche mit steigender Sichtradrotation. Die Produktaerosole mittlerer Dispersität bei Aerosil®90 unter Wirkung der Mahlluft weisen ca. die Hälfte der maximal erreichbaren spezifischen Oberfläche bei ca. 20 m²/cm³ auf.

Mit Ausnahme von 7500 U/min liegen die volumenspezifischen Oberflächen unterhalb von 15000 U/min auch im Bereich unter 10 m²/cm³ bis ca. 6250 U/min. Bei den Sichtradrotationen davor sind die Dispersitäten nicht höher als bei Aerosil®200, aber im Vergleich zum reinen Betrieb als Sichter ATP50 leicht erhöht.

Zwischenresümee

Ein feineres Primärkorn im Agglomeratverbund impliziert also eine hohe Wirksamkeit der interpartikulären Wechselwirkungen und somit die der verminderten Dispergierbarkeit. Erst bei Überwinden der wirkenden Anziehungskräfte und Distanzhalten der zu trennenden Agglomeratkomponenten ist es möglich, eine Dispersität wie bei den beiden gröberen Substanzen infolge einer kleineren inneren Zugfestigkeit des Agglomerates zu erreichen. Die Ursache liegt nicht allein in der einzubringenden Leistung durch die Sichter-mühle, sondern auch in Reagglomerationserscheinungen beim Transport des Produktaerosols nach der Beanspruchung. Daraufhin ist zu prüfen, inwieweit die Stabilität der hergestellten Aerosole nach der Beanspruchung aufrechterhalten werden kann (vgl. Kapitel 5.6).

5.6 Prozessstabilität

Die Ausführungen in diesem Kapitel dienen einer Vertrauensprüfung gegenüber der quasi kontinuierlich ablaufenden Produktion von technischen Aerosolen.

Dazu ist der Verlauf der Hauptprozessparameter Mahlluftdruck (Haupteinfluss auf Luftdurchsatz) und der Sichtraddrehzahl im Zusammenhang mit der Prozessregelgröße Mahlraumdruck über der Zeit zu betrachten. Im Fokus stehen die technisch wichtigen Versuchsreihen beim jeweils feinsten Produktaerosol.

Alle Nebeneinflussgrößen, wie Luftdurchsatz für Sichtradmotorlagerspülung und Sichtradspaltspülung, Aufgabeejektor, Verdünnungssystem, Temperatur und Feuchte des Transportmediums Luft, werden als konstant vorausgesetzt und auf Grund ihrer verfahrenstechnisch geringeren Bedeutung in die Diskussion nicht mit einbezogen. Ein möglicher Einfluss dieser Größen ist trotzdem zu prüfen. Infolge der aufgenommenen Sensordaten ist von keinem relevanten Einfluss dieser Größen auszugehen. Der sich ergebende Druckverlust in hauptsächlichlicher Abhängigkeit vom Sichtrad in der Transportleitung nach dem Prozessraum wird bezüglich der Online-Messung über eine Neukalibration der Teilstromentnahme kompensiert. Der sich ergebende Einfluss auf die Dispersität ist aus energetischer Sicht marginal (vgl. Abbildung 37 b)).

Des Weiteren ist der Verlauf der Dispersität anhand des ersten Moments der Volumenverteilung $M_{1,3}$ (mittlere Partikelgröße der Verteilung, siehe DIN ISO 9276 Blatt 2) über der Zeit zu diskutieren.

In Anlehnung an die VDI-Richtlinie 2066 [VDI1993a] sind Online-Messungen der Partikelgrößenverteilung der einzelnen hergestellten Produktaerosole nach ca. 2/3 der Länge nach dem Einlauf in die Transportleitung durchzuführen, was im vorliegenden Fall ca. 1 m Transportleitung entspricht. Stand des Wissens zur Stabilität von technischen Aerosolen ist, dass ab Partikelkonzentrationen um 10^{11} Partikel/m³ eine Agglomeration dispergierter Partikel innerhalb von Bruchteilen einer Sekunde einsetzt [ZAH1976], [ZAH1977]. An diesem Punkt ist zu klären, inwieweit eine Reagglomeration der nachgewiesenen Produktaerosole nach einer definierten Transportstrecke stattfindet. Dazu sind exemplarisch an ausgewählten Versuchen Online-Messungen unter äquivalenten Bedingungen durchzuführen. Die Wahl fällt auf die jeweils feinsten und technisch wichtigsten Aerosole. Diese sind an einer Messstelle nach festgelegten 7 m Transportstrecke zu vermessen und mit denen nach 1 m Transportleitung zu vergleichen sowie im Zeitverhalten gegenüberzustellen.

Mit einem Vergleich der Partikelgrößenverteilungen an diesen zwei Messstellen ist eine Aussage zur Stabilität der produzierten technisch wichtigen Aerosole zu treffen.

Diesbezüglich ergeben sich mit den beiden wesentlichen eingestellten Luftdurchsätzen (reiner Sichterbetrieb bei 21 m³/h, Anwendungsbeispiel als Sichter mühle 52 m³/h) die in Tabelle 4 dargestellten Durchströmzeiten in der Transportleitung in Abhängigkeit der Länge. Der in Klammern stehende Wert entspricht der mittleren Gesamtverweilzeit inkl. der Mahlraumdurchströmungszeit.

Tabelle 4: Durchströmzeit bis zur jeweiligen Messstelle in Abhängigkeit vom Luftdurchsatz und dem durchströmten Volumen.

Länge der Leitung in m	1	7
Normluftdurchsatz in m ³ /h	Durchströmzeit in Transportleitung in sec (inkl. Mahlraumvolumen)	
21	0,14 (0,59)	0,97 (1,42)
52	0,06 (0,24)	0,39 (0,57)

Verlauf der Hauptprozessparameter und des Mahlraumdruckes im Zusammenhang mit der erzielbaren Dispersität

Wie in Kapitel 4 beschrieben wird der Prozess über den Mahlraumdruck p_{MR} geregelt. Dazu ist für alle Versuchsreihen ein leichter Unterdruck von 7,5 mbar über den gesamten Prozesszeitraum aufrechtzuerhalten. Dies ist über den Soll-/Ist-Vergleich des Mahlraumdruckes und einer damit verbundenen Regelung der Leistung des am Ende der Prozesskette befindlichen Seitenkanalgebläses gewährleistet. Dabei handelt es sich um einen PID-Regler (Proportional-Integral-Derivative controller), bei dem für eine entsprechende Regelung die Anteile der einzelnen Glieder eingestellt werden müssen. Das Finden der jeweiligen Parameter stellt sich diesbezüglich als sehr komplex heraus. So ist es notwendig, für jede Parameterkombination auf empirische Weise die genauen Parameter einzustellen. Ausgehend von Richtwerten aus der Literatur stehen diese für alle durchgeführten Versuchsreihen fest. Somit ergeben sich die in den Anhängen dargestellten Verläufe des Mahlraumdruckes für ausgewählte Messreihen für jeweils minimale und einen maximalen und teilweise mittlere Werte für die beiden Hauptprozessparameter Sichterrotation n_{SR} und Mahlluftdruck p_{ML} (siehe Anhang in Kapitel 9.2). Die Auswahl bezieht sich auf die durchgeführten Versuche im Zusammenhang mit einer verlängerten Transportleitung bei 7 m. Die Werte werden als in der Praxis üblicher Wert mit jeweils 10 Hz, also 10 Werten pro Sekunde, aufgenommen. Das teilweise zu erkennende Schwanken der Sichterzahl resultiert aus der Messmethode über einen magnetisch induktiven Drehzahlsensor für eine digitale Erfassung dieser, der mit dem Luftkühlungsrad des Elektromotors zusammenarbeitet und 4 Signale pro Umdrehung erhält.

Die Messung funktioniert auf 10 U/min genau, was ein Zittern im Verlauf erkennen lässt. Die über die Anlagenregelung eingestellte Drehzahl im Frequenzumrichter ist als konstant und einflussfrei anzusehen. Die Schwankungen des Mahlluftdrucks sind auf die Druckluftversorgung für die gesamte Anlage aus dem Reservoir zurückzuführen. Durch das Leerfahren des Reservoirs bis auf einen kritischen Druck und dem anschließenden Auffüllen dieses durch den reaktivierten Kompressor resultiert im Netzdruck eine gewisse Hysterese, die aus energetischer Sicht keinen Einfluss darstellt.

Aus Sicht eines konstanten Mahlraumdrucks p_{MR} wird permanent ein konstanter Saugbetrieb und somit ein konstanter Transport durch die Anlage gewährleistet. Einzig bei hohen Betriebsdrehzahlen und Mahlluftdrücken ergibt sich eine gewisse Einschwingphase und teilweise auch Nachregelphasen.

Beim Betrachten der Dispersität im Anhang 9.2 ergeben sich grundsätzlich bei den Messungen in Anlehnung an die VDI 2066 gleichmäßig produzierte Produktaerosole (Plateau), die mit erkennbaren, aber in ihrer Wirkung marginalen Schwankungen der Prozessparameter über den Produktionszeitraum erhaben sind.

Die gleichmäßigen Verläufe stärken somit die in den Kapiteln 5.2 bis 5.4 getroffenen Aussagen über die bei der jeweils eingestellten Parameterkombination produzierbaren Produktaerosole. Zu beachten ist nur, dass die Messfrequenz der Prozessgrößen von 10 Hz, also 10 Messungen pro Sekunde, nicht mit denen der Partikelgrößenmessungen übereinstimmen, was in der messgerätespezifischen Mindestdauer von ca. 7 Minuten für eine Messung mit dem SMPS zu begründen ist.

Zum Beweis, dass mit den jeweils nachgewiesenen Prozessbedingungen tatsächlich die korrekten Dispersitäten einhergehen, ist am Beispiel für 0 bar Mahlluftdruck und 2500 U/min Sichtradrotation mit Aerosil®90 mit Messungen nach 1 m Transportleitung eine gewollte Veränderung des Mahlraumdrucks (Sollwert, rote Linie) von -7,5 auf ca. -18 mbar in Abbildung 55 (siehe auch Anhang 11) zu erkennen. Beim Rückgang auf den Sollwert von -7,5 mbar ist ein für die dargestellten Versuchsreihen üblicher Nachregelvorgang zu beobachten.

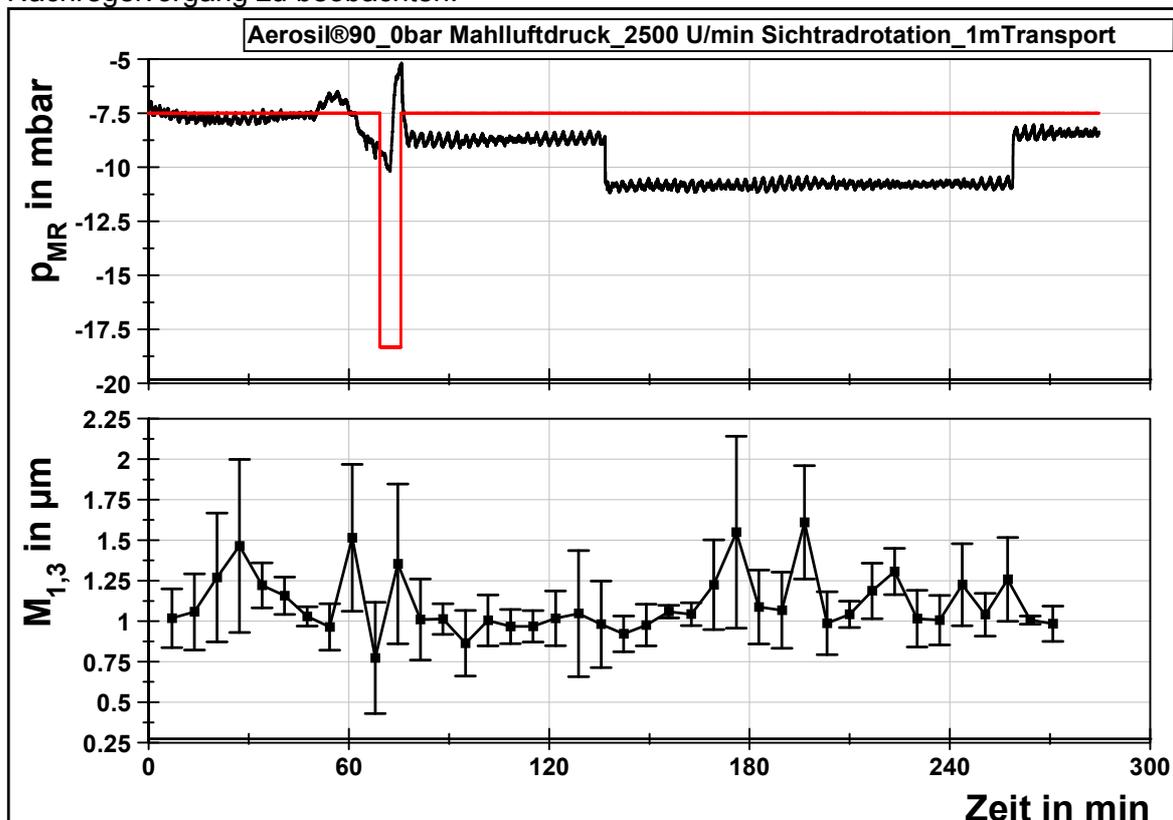


Abbildung 55: Mahlraumdruck p_{MR} und erster Moment der Partikelgrößenverteilung $M_{1,3}$ (mittlere Partikelgröße) über der Zeit für Versuch mit Aerosil90 bei $21 \text{ m}^3/\text{h}$ Luftdurchsatz und 2500 U/min Sichtradrotation bei einer Teilstromentnahme nach einem Meter Transportleitung

Am Verlauf der Dispersität anhand des ersten Moments der Partikelgrößenvolumenverteilung in Abbildung 55 (siehe auch Anhang 33) ist im gleichen Zeitbereich eine leichte Veränderung im Plateau zu erkennen. Allerdings ist diese Schwankung im Gesamtbild als marginal festzuhalten.

Aerosolstabilität

Zur Prüfung der Transportstabilität stehen Messungen nach einer Transportstrecke von festgelegten 7 m an ausgesuchten Punkten im Fokus.

Zum Vergleich mit den Bedingungen zu den Hauptprozessparametern sind im Anhang 9.2 alle äquivalenten Verläufe mit aufgeführt. Für alle identischen Versuche im Vergleich zu denen bei 1 m Transportstrecke können konstante Bedingungen mit vergleichbaren Schwankungen seitens der Hauptprozessparameter und der Prozessregelungsgröße p_{MR} bestätigt werden.

Der Einfluss auf die Dispersität der feinsten Aerosole bei verlängerter Transportstrecke ergibt bei dem mit *Aerosil®200* und $21 \text{ m}^3/\text{h}$ Luftdurchsatz sowie einer Sichtradrotation von 20000 U/min nachgewiesenen Produktaerosol im Vergleich mit dem äquivalenten Versuch nach 7 m Transportleitung eine Verschlechterung des Desagglomerationsgrades D_1 von durchschnittlich 39 % auf 34 %. Bezieht man den Standardfehler bei 7 m von 5 % und 2 % bei 1 m Transportleitung mit ein, ergibt sich statistisch gesehen kein entscheidender Unterschied.

Unter Berücksichtigung der gesamten Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ zeigt sich eine mehrmodale Verteilung über fast den gesamten Messbereich des WIDE-RANGE-Partikelgrößenmesssystems (vgl. Abbildung 56 a)). Dies betrifft vor allem im feinen Partikelgrößenbereich zwischen 70 nm und 200 nm (max. Aggregatgröße) einen erhöhten Anteil von gut 30 Vol.-% gegenüber der Messung nach 1 m Transportleitung.

Bei beiden Transportlängen ergibt sich bis zu einer Partikelgröße von 540 nm ein Anteil von fast 35 Vol.-%. Danach verläuft die Verteilung bei 7 m ($t_M = 0,97 \text{ s}$) im größeren Partikelgrößenbereich, was auf eine verstärkte Reagglomeration der zuvor bei 1 m Leitung ($t_M = 0,14 \text{ s}$) im Partikelgrößenbereich von 100 bis 1000 nm nachgewiesenen Partikel hindeutet.

Der erhöhte Anteil von gut 30 Vol.-% zwischen 70 nm und 200 nm in der Aerosolpartikelverteilung nach 7 m Transportwegleitung zeigt allerdings ein deutliches Aufbrechen von Agglomeraten bis auf Partikelgrößen im Bereich der Aggregate. Dieser deutliche Anteil an Feingut im submikronen Bereich ist möglicherweise auf profilbedingte Scherströmungen im Randbereich der Transportleitung zurückzuführen. Eine eindeutige Aussage lässt sich anhand der Partikelgrößenverteilung unter Berücksichtigung der aufgenommenen Prozessparameter nicht machen. In der oberen Diagrammdarstellung in Anhang 31 ist deshalb die Dispersität des Produktaerosols über der Messzeit im Vergleich zwischen beiden Messstellen aufgetragen. Die Ergebnisse mit einer Teilstromentnahme nach einer Transportstrecke von 1 m zeigen, wie weiter oben schon diskutiert, über die gesamte Prozessdauer ein stabiles Produktaerosol im statistisch sicheren Rahmen.

Die ermittelte Dispersität nach 7 m Transportleitung deutet auf den ersten Blick an einigen Punkten eine Reagglomeration an. Unter Berücksichtigung des angezeigten Standardfehlers (Fehlerbalken) und dem Verlauf von $M_{1,3}$ im Mittel ist von starken Schwankungen im Dispersitätszustand über den Produktionszeitraum auszugehen. Das heißt, nach 7 m Transportstrecke sind keine konstanten und statistisch sicheren Dispersitätszustände nachweisbar.

Die anderen verglichenen Versuchsreihen zeigen ein analoges Bild im Verhalten gegenüber der Messstelle nach einem Meter (siehe Anhang 31 und Anhang 32).

Die teilweise marginal höheren Dispersitäten sind kein Indiz für ein der Zielstellung gegenüber besseres Produktaerosol, da eine Produktionsstabilität für einen Einsatz in der Praxis gewährleistet sein muss.

Mit der Modellschubstanz *Aerosil®90* wird der Unterschied zwischen beiden Online-Messstellen anhand der Messreihe bei $21 \text{ m}^3/\text{h}$ sowie maximaler Sichtradrotation quantifiziert.

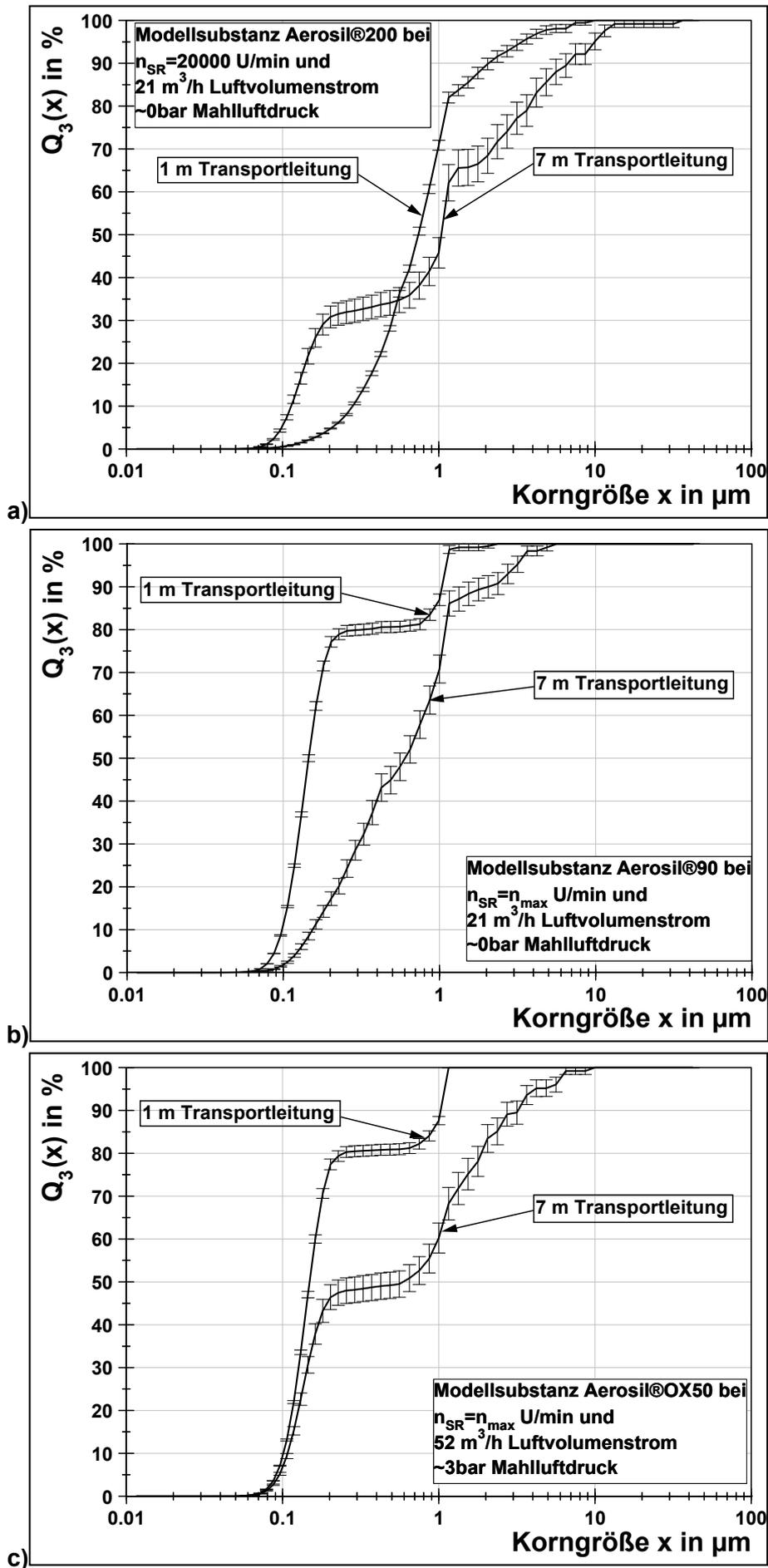


Abbildung 56: Einfluss Transportleitungslänge auf die Dispersität für das jeweils feinste Produktaerosol der drei Modellsustanzen für 1 und 7 Meter Transportleitung

Der Vergleich der Volumenverteilungen in Abbildung 56 b) zeigt eine deutliche Reagglomeration der Produktaerosolpartikel nach 7 m Transportleitung. Dies betrifft einen Großteil der Partikel im Größenbereich der Aggregate und Primärpartikel (kleiner 200 nm).

Der Volumenanteil der Partikel im Größenbereich zwischen 200 nm Aggregatgröße und ca. 1 μm ist diesbezüglich nach 7-facher Verweilzeit in der Transportleitung um ca. 50 Vol.-% gestiegenen (vgl. Abbildung 56 b)). Der Volumenanteil in den Klassen über 1 μm Partikelgröße hat damit einen Zuwachs von ca. 12 %. Die Reagglomeration bezieht sich somit auf die zuvor vollständig aufgebrochenen Agglomerate (II. Plateau). Der Desagglomerationsgrad D_1 verschiebt sich von 95 % (+/- 2 %) auf 82 % (+/- 5 %). Trotz der stärkeren Schwankungen bei einem Nachweis nach 7 m Transportleitung zu dem stabilen Verlauf bei einem Nachweis nach 1 m Transportstrecke zeigt der Verlauf von $M_{1,3}$ über der Messzeit einen sich abgrenzenden Verlauf auf einem höheren Niveau (vgl. Anhang 33). Auffällig beim Betrieb der Strahlmühle mit einem Mahlluftdruck von 3 bar ist der Vergleich bei 7500 U/min Sichtradrotation.

Hier ergibt sich der erste Moment auf einem 10-fach schlechteren Dispersitätsniveau gegenüber der Messung bei vergleichsweise starken Schwankungen über der Produktionszeit (vgl. Anhang 35).

Bei der Rotation mit 2500 U/min und Betrieb als Strahlmühle mit 3 bar ergibt sich ein weniger starker Unterschied, allerdings mit ähnlichem Schwankungsbereich (vgl. Anhang 34).

Erst bei sehr hohen bis maximalen Drehzahlen (vgl. Anhang 34 und Anhang 35) ergibt sich ein gleichmäßiger Verlauf über der Zeit mit abschnittweisen Plateaus und wenigen, aber deutlichen Ausreißern. Allerdings zeichnet sich bei den Messungen nach einem Meter Transportleitung generell ein plateauhafter Verlauf ab, was für eine minimal mögliche Transportstrecke spricht.

Die Dispersitätsveränderungen der Aerosole mit *Aerosil®OX50* in Abhängigkeit der Transportleitungslänge sind am Beispiel bei 2500 U/min Sichtradrotation und Strahlmühlenbetrieb mit 3 bar als Sichtertermühle in Abbildung 56 c) dargestellt. Hierbei ist nach einer Transportleitungslänge von 7 m eine deutliche Verschiebung des Desagglomerationsgrades D_1 der Partikel in den Bereich größerer Agglomerate von ca. 36 %-Punkten von 98 % (+/- 2 %) auf 62 % (+/- 8 %) zu verzeichnen. Bei genauer Betrachtung der Verteilungssumme $Q_3(x)$ fällt nach 7 m Transportweg ein Anteil von fast 50 Vol.-% kleiner gleich der maximalen Aggregatgröße von 200 nm auf. Das bedeutet einen Verlust von gut 30 Vol.-% in diesem Größenbereich infolge von Reagglomerationsvorgängen auf der längeren Transportstrecke. Dieser Anteil von ca. 30 Vol.-% ist fast vollständig in den Größenbereich über 1 μm Partikelgröße reagglomert. Die Bimodalität der Verteilung bleibt dabei erhalten.

Der Verlauf von $M_{1,3}$ über der Messzeit zeigt bei einem Meter Transportleitung wiederholt ein gleichmäßiges Bild (vgl. Anhang 37). Unter Berücksichtigung des angezeigten Standardfehlers (Fehlerbalken) und dem Verlauf von $M_{1,3}$ im Mittel ist nach 7 m Transportstrecke auch von starken Schwankungen im Dispersitätszustand über den Produktionszeitraum auszugehen. Allerdings verläuft der überwiegende Teil der Dispersitätszustände auf einem gegenüber 1 m Transportleitung höher agglomerierten Niveau. Wegen der starken Schwankungen ist bei verlängerter Transportleitung davon auszugehen, dass der gleichmäßige Dispersitätszustand bei einem Meter Transportstrecke nicht gehalten werden kann. Bei den anderen Prozesseinstellungen mit *Aerosil®OX50* ergibt sich reproduzierbar ein ähnliches Bild, da sie alle nach einem Meter Transportleitung auf ca. dem gleichen Dispersitätsniveau liegen (vgl. auch Anhang 36 und Anhang 37).

Fakt ist, dass die technisch interessanten Aerosole ($Q_3(x=1\mu\text{m}) \rightarrow 100$ Vol.-%) für längere Transportwege stabilisiert werden müssen. Auf dem Weg der Aerosolpartikel durch die Beanspruchungszone und das Sichtrad vergehen mit den gegebenen Luftdurchsätzen im Minimum ca. 0,24 Sekunden und eine nachträgliche Stabilisierung der Aerosolpartikel ist nicht mehr sinnvoll. Wenn eine Stabilisierung unvermeidlich ist, muss diese im Bereich der Beanspruchung erfolgen (vgl. Abbildung 57).

Bei einer Stabilisierung z.B. mittels unipolarer Aufladung muss die prinzipbedingte Maximalbelastung beachtet werden (z.B. [UNG2004]).

Weiter ist für diese Lösung auch ein entsprechender kostenaufwendiger Nachweis für die sehr kleinen Oberflächenladungen der am Prozess beteiligten Aerosolpartikel notwendig (vgl. Abbildung 57), um eine mögliche Aufladung und die Ladungsstabilität zu prüfen. Eher vorstellbar ist eine sterische Stabilisierung durch entsprechende Additive. Eine Studie im Zusammenhang mit der verwendeten Modellschutzklasse steht allerdings noch aus.

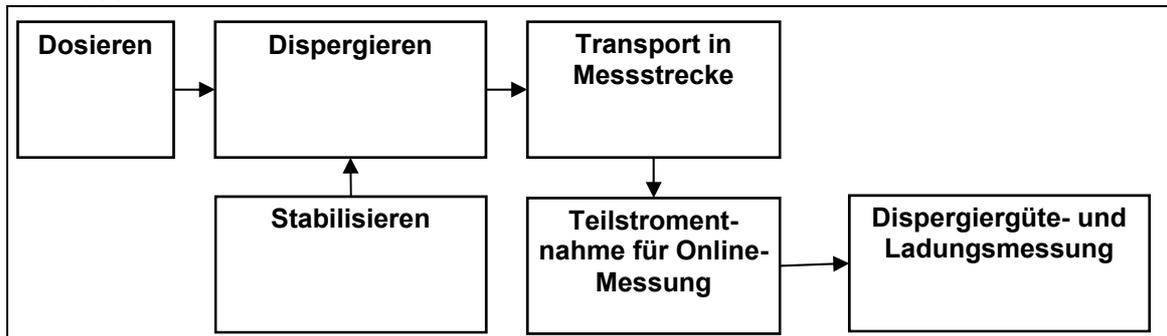


Abbildung 57: Schema der Prozesskette zur Herstellung stabiler Aerosole mittels trockener Dispergierung sowie Stabilisierung und Ladungsmessung

Kann man jedoch auf eine längere Transportstrecke verzichten, ist eine Weiterverarbeitung des Aerosols mit quantitativ hohen Feinheiten für alle drei Modellschutzklassen problemlos einzurichten.

6 Modellvorstellungen zum untersuchten Desagglomerationsprozess

Die Ergebnisse in Kapitel 5 lassen auf einen merklichen Einfluss der Granulometrie des Ausgangsmaterials auf die Dispersität des Produktaerosols schließen. Die Hauptidee aus den im Kapitel diskutierten Ergebnissen ist, dass mit größer werdendem Aerosil® im Ausgangszustand ein leichteres Zerkleinern der Agglomerate erreicht wird. Bei Aerosil®OX50, also dem größten der drei Materialien, ist der Einfluss der Strahlmühle generell marginal. Ein deutlicher Einfluss findet erst bei Aerosil®90 statt. Ein klarer Trend ist hier bei reinem Betrieb des Sichters zu erkennen. Die Versuchsreihe mit Einsatz der Mahlluft zeigt bis zu einer kritischen Drehzahl prinzipiell einen ähnlichen Verlauf, leicht zu feineren Produktaerosolen hin verschoben. Mit Drehzahlen nahe und bis zu der maximalen Drehzahl kommt es noch einmal zu einem Plateauwechsel. Bei 20000 U/min ergibt sich ein kritischer Punkt bei dem statistisch sicher das gleiche Produktaerosol hergestellt wird. Bei Aerosil®200 ist der Grundeinfluss des Sichters noch deutlicher zu erkennen, auch wenn eine Steigerung der Sichterzahl auf ein technisch mögliches Maximum bei besagten Versuchsreihen keine Verbesserung der Quantität und Qualität des Produktaerosols bewirkt.

Bezüglich der Überlegungen zu einem verallgemeinerten Modell ergeben die gefundenen Zusammenhänge einen hohen Komplexitätsgrad. Im Wesentlichen müssen deshalb Modellvorstellungen, vor allem für sehr spezielle Trendabweichungen, formuliert werden. Prinzipiell ist es sinnvoll, eine modellbasierte Agglomeratfestigkeit (in Anlehnung an die Ausführungen in Kapitel 2.1.2) einer vom Desagglomerationsorgan (Sichtrad) ausgehenden Beanspruchungsintensität gegenüber zu stellen. Unter Berücksichtigung der real vorherrschenden Bedingungen und der hohen Komplexität der in Kombination ablaufenden Prozesse in der Strahlmühle muss ein Modell, welches allgemeine Aussagen zulässt, auf jeden Anwendungsfall angepasst werden. Der Nachteil einer solchen Methode ist, dass die Handhabbarkeit für die Anwendung in der Praxis gering ist.

Im Folgenden werden deshalb für allgemeine Zusammenhänge Randbedingungen und ein entsprechend einfaches Modell formuliert.

6.1 Vorbetrachtungen

Der Fokus mit den gewonnenen Erkenntnissen (vgl. Kapitel 5) liegt auf einer Wirkung des schnell rotierenden Abweiserades. Modelle für die Zusammenhänge am Abweiserad finden sich in der Literatur viele (vgl. Kapitel 2.3.2).

Im Folgenden wird ergänzend dazu eine einfache Berechnungsvorschrift für die Zusammenhänge am Abweiserad hergeleitet, um zu zeigen, welche Unterschiede zwischen einem Prozess mit massiven Partikeln und lockeren Agglomeraten bestehen.

Die Neuerung mit dieser Betrachtungsweise besteht in Ihrer Gültigkeit über den gesamten Bereich der Strömungsverhältnisse nach Reynolds von laminar bis turbulent inklusive dem vielfach beschriebenen Übergangsbereich. Im Vergleich werden die einfachen Zusammenhänge für den laminaren und den turbulenten Strömungsbereich gegenübergestellt. Ausgangspunkt für den Grundzusammenhang sind die in Abbildung 58 visualisierten Zusammenhänge.



Abbildung 58: Modellvorstellung Abweiserad

Die Trennung findet am Einzelpartikel im Gegenstrom an der Korbradaußenkante (radial beschauelt) statt. Der visualisierte Partikel ist für ein besseres Verständnis versetzt zur Korbradaußenkante mit den wirkenden Kräften dargestellt. Die im Trennpunkt am Partikel wirkenden Kräfte durch Sichtrad (Fliehkraft) und Transportmedium (Schleppkraft) sind jeweils durch die modellbedingt resultierenden Geschwindigkeiten berücksichtigt.

Basis für die Herleitung eines Prozessmodells ist das einfache Kräftegleichgewicht in Formel 53. Die am Gleichgewicht beteiligten Kräfte Zentrifugalkraft F_Z , Widerstandkraft des Fluids F_W und dem Auftrieb F_{AT} (infolge des Dichteunterschieds zwischen Partikel- und Fluidichte) sind in den Formel 54 bis Formel 56 definiert.

$$\vec{F}_Z + \vec{F}_W + \vec{F}_{AT} = 0$$

Formel 53

$$\vec{F}_Z = m_P \cdot \vec{a}_Z(r) = \rho_P \cdot V_P \cdot \vec{a}_Z(r)$$

Formel 54

$$\vec{F}_{AT} = m_G \cdot \vec{a}_Z(r) = \rho_{G,N} \cdot V_P \cdot \vec{a}_Z(r)$$

Formel 55

$$\vec{F}_W = c_W(\text{Re}_{x,r}) \cdot A_P \cdot \frac{\rho_{G,N}}{2} \cdot \vec{v}_m(r) \cdot v_m(r)$$

Formel 56

Auf Basis dieser einfachen Kräftebilanz aus Fliehkraft und Schleppkraft des Transportfluids (vgl. Formel 53) am Einzelpartikel sowie den in Abbildung 58 visualisierten Zusammenhängen gilt an der Sichtradaußenkante folgende Bedingung in Formel 57:

$$\mathbf{x}_T \leftrightarrow \mathbf{v}_m(\mathbf{x}_T) = \mathbf{u} \leftrightarrow \dot{V}_G$$

Formel 57

Das Grobgut folgt dabei der Sinkgeschwindigkeit v_m (als Funktion der Trennpartikelgröße x_T) im Zentrifugalkraftfeld und das Feingut der Strömung (Volumendurchsatz \dot{V}_G) an der Sichtradaußenkante mit der Geschwindigkeit u .

Dabei gelten für die folgenden Modellbetrachtungen die Einflussgrößen

- Material
 - Trennpartikelgröße x_T
 - Partikeldichte ρ_P
- Maschine
 - Sichtradradius r_{SR}
 - Sichtradhöhe H_{SR}
 - Schaufelbreite B_S
 - Schaufelabstand A_S
- Prozess
 - Sichtraddrehzahl n_{SR}
 - Luftluftvolumenstrom \dot{V}_G
 - Luftdichte $\rho_{G,N}$
 - Luftzähigkeit $\eta_{G,N}$

Bezüglich *laminarer Bedingungen*, also Reynolds-Zahl < 1 , folgt aus der Kräftebilanz, den oben genannten Bedingungen sowie:

$$c_W = \frac{24}{\text{Re}} = \frac{24 \cdot \eta_G}{x_T \cdot v_m \cdot \rho_G},$$

Formel 58

$$v_{SR} = 2 \cdot \pi \cdot r_{SR} \cdot n_{SR}$$

Formel 59

bzw.

$$a_z = 4 \cdot \pi^2 \cdot r_{SR} \cdot n_{SR}^2$$

Formel 60

und

$$u = \frac{\dot{V}_G \cdot (B_S + A_S)}{2 \cdot \pi \cdot r_{SR} \cdot A_S \cdot H_{SR}}$$

Formel 61

die Berechnungsvorschrift für die Trennpartikelgröße nach Formel 62:

$$x_T = \sqrt{\left[\frac{9}{4 \cdot \pi^3} \right] \cdot \eta_{G,N} \cdot \dot{V}_{G,N} \cdot \left[\frac{1}{(\rho_P - \rho_{G,N})} \right] \cdot \left[\frac{(B_S + A_S)}{r_{SR}^2 \cdot A_S \cdot H_{SR}} \right] \cdot \left[\frac{1}{n_{SR}^2} \right]}$$

Formel 62

Ein Modell für den Bereich vollausgebildeter Turbulenz, also für Reynolds-Zahlen größer 1000, und einem daraus resultierenden und konstanten c_W -Wert von 0,44 ergibt sich mit den sonst zum laminaren Modell gleichen Bedingungen in Formel 63.

$$x_T = \frac{1}{48 \cdot \pi^4} \cdot \frac{\dot{V}_G^2 \cdot \rho_{G,N}}{(\rho_P - \rho_{G,N})} \cdot \frac{(B_S + A_S)^2}{r_{SR}^3 \cdot A_S^2 \cdot H_{SR}^2} \cdot \frac{1}{n_{SR}^2}$$

Formel 63

Der Übergangsbereich zwischen laminarem und turbulentem Bereich birgt bezüglich der Berücksichtigung des Widerstandsbeiwertes c_W für den Modellkörper Kugel als Partikel eine Vielzahl von Näherungslösungen (z.B. in [KÜR1966]) und lässt somit unüberschaubar viele komplexe Modelle zur Berechnung des Trennschnitts für einen Abweiseradsichter zu.

Ein wichtiges Problem diesbezüglich stellt der Zusammenhang in Formel 64 dar,

$$c_W = f(Re) = f\left(\frac{x_T \cdot v_m \cdot \rho_{G,N}}{\eta_{G,N}}\right)$$

Formel 64

da wiederum

$$v_m = f(x_T)$$

Formel 65

ist.

Motivation ist es deshalb, einen einzigen Zusammenhang zu beschreiben, welcher die Betrachtung der Verhältnisse unter Berücksichtigung der jeweiligen Strömungsbedingungen in separaten Zusammenhängen überflüssig macht.

Dies gelingt über eine numerische Lösung des Zusammenhangs von Archimedes-Zahl Ar und Omega-Zahl Ω [GRA1983], [FÜC2010a].

Diese werden mit den Parametern der Modellvorstellung folgendermaßen gebildet:

$$Ar \sim Re^2 \cdot c_W \rightarrow f(x_T); \neq f(v_m)$$

Formel 66

$$\Omega \sim \frac{Re}{c_w} \rightarrow f(v_m); \neq f(x_T)$$

Formel 67

Das heißt, die Archimedes-Zahl ist eine Funktion von x_T und nicht von v_m und bei der Omega-Zahl umgekehrt.

Damit besteht eine Verbindung zwischen Trennpartikelgröße x_T und Sinkgeschwindigkeit v_m wie in Formel 68 verdeutlicht.

$$x_T \leftrightarrow Ar \leftrightarrow \Omega \leftrightarrow v_m$$

Formel 68

Unter Berücksichtigung der vorstehenden Bedingungen ergibt sich eine Berechnungsvorschrift über den gesamten Reynolds-Bereich für den Trennschnitt an der Sichtradaußenkante nach folgender Gleichung:

$$x_T = \frac{10 \cdot \left[a \cdot \lg \left(\frac{\dot{V}_G^3 \cdot \rho_{G,N}^2 \cdot (B_S + A_S)^3}{32 \cdot \pi^5 \cdot r_{SR}^4 \cdot n_{SR}^2 \cdot A_S^3 \cdot H_{SR}^3 \cdot (\rho_P - \rho_{G,N}) \cdot \eta_{G,N}} \right)^2 + b \cdot \lg \left(\frac{\dot{V}_G^3 \cdot \rho_{G,N}^2 \cdot (B_S + A_S)^3}{32 \cdot \pi^5 \cdot r_{SR}^4 \cdot n_{SR}^2 \cdot A_S^3 \cdot H_{SR}^3 \cdot (\rho_P - \rho_{G,N}) \cdot \eta_{G,N}} \right) + c \right] \cdot \eta_{G,N}^2}{4 \cdot \pi^2 \cdot r_{SR} \cdot n_{SR}^2 \cdot (\rho_P - \rho_{G,N}) \cdot \rho_{G,N}}^{\frac{1}{3}}$$

Formel 69

Neben den wesentlichen Einflussgrößen zu Material, Siebter und Prozess (analog zu Zusammenhängen in Formel 62 und Formel 63) stehen die Konstanten a, b und c für die Berechnung des numerischen Zusammenhangs nach einer Näherung mit einem Polynom zweiter Ordnung zwischen Archimedes-Zahl Ar und Omega-Zahl Ω . Die Konstanten nehmen dazu folgende Werte an:

$$a = 0,0696$$

$$b = 0,8961$$

$$c = 1,9993$$

Die Bestimmtheit des Zusammenhangs liegt bei 99,9 %.

Abbildung 59 a zeigt anhand eines Beispiels mit dem Siebter ATP50 der Fa. Alpine (Stahlsiebter) und den Materialeigenschaften des in der Feststoffverfahrenstechnik weitverbreiteten Referenzmaterials Kalkstein die Zusammenhänge für laminare, turbulente Bedingungen und die aus den Berechnungen für den Gesamtbereich nach Formel 69. Was für alle Zusammenhänge gleichermaßen gilt ist, dass mit steigender Zentrifugalkraft infolge steigender Siebterrotation ein feinerer Trennschnitt resultiert.

Bis auf die Siebterrotation sind die anderen variablen Parameter in den Modellgleichungen im gewählten Beispiel konstant.

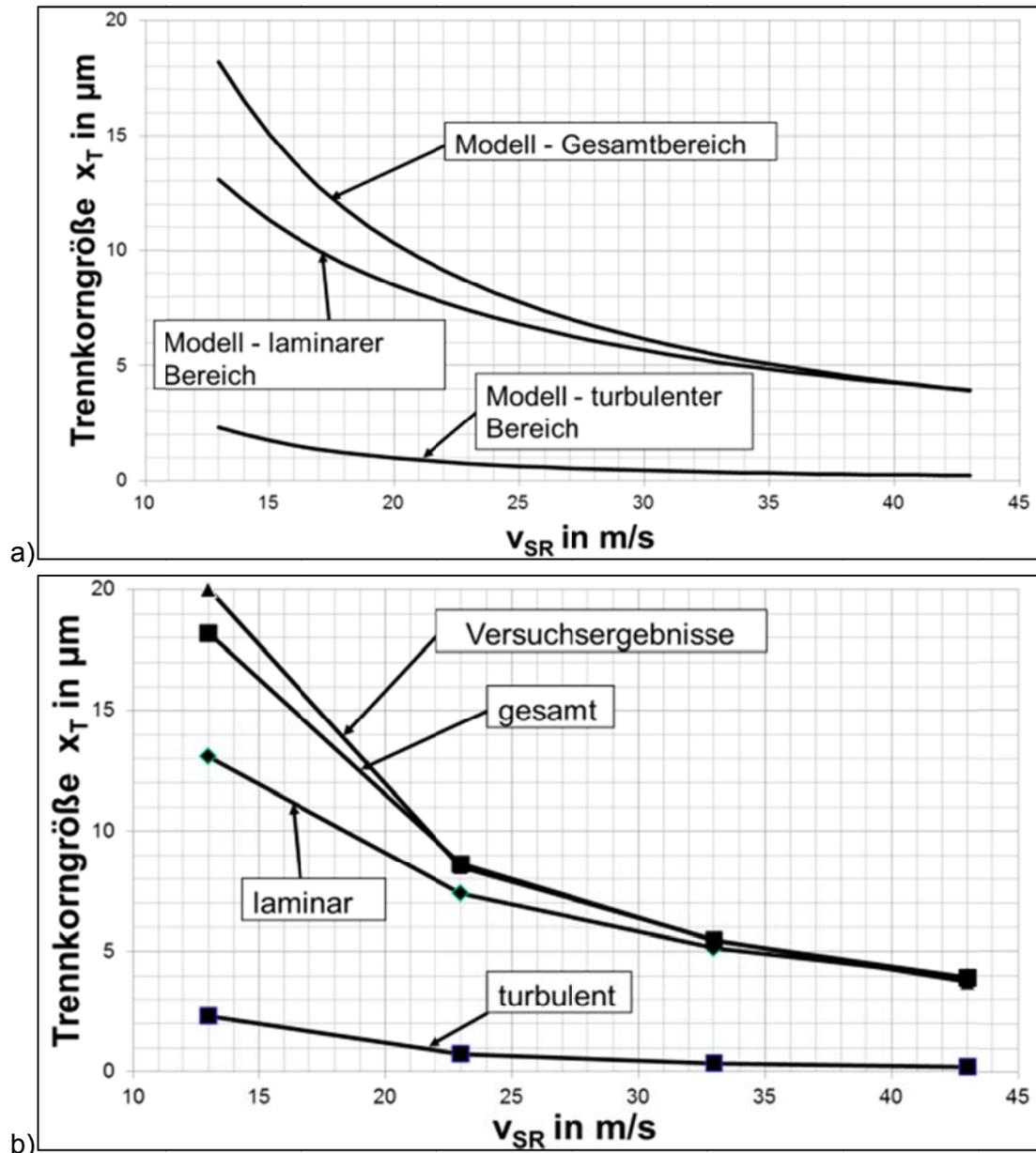


Abbildung 59: a) Modellrechnungen, Beispiel ATP 50 Kalkstein; Luftvolumenstrom $1,6 \text{ m}^3/\text{min}$ und b) Vergleich Modell und Versuch, Beispiel ATP 50 Kalkstein $< 100 \mu\text{m}$; Luftvolumenstrom $1,6 \text{ m}^3/\text{min}$ [FÜC2010a]

In Tabelle 5 ist der allgemeine Einfluss einiger wichtiger variabler Parameter aus allen Modellen auf den Trennschnitt zusammengefasst. Hierbei gilt immer, dass nur jeweils die eine Einflussgröße verändert wird und die anderen Parameter konstant sind.

Wesentlich ist die Schleppkraft des Fluids entgegen der Fliehkraft infolge der Sichtradrotation durch das Sichtrad zum Auslass. Unter sonst konstanten Bedingungen wird die Schleppkraft durch den Volumendurchsatz des Transportfluids (meist Luft) beeinflusst und steigt, wenn dieser steigt. Diese Abhängigkeiten werden auch durch das komplexe Modell von Husemann bestätigt. In seinem Modell findet der Einfluss weiterer Parameter auf den Trennschnitt und die Trennschärfe über die Berechnung der Trennfunktion Berücksichtigung (vgl. Kapitel 2.3.2).

Die dargestellten Modellrechnungen sind ergänzend durch experimentelle Studien unter den auch für die Modellrechnungen verwendeten Bedingungen in Abbildung 59 b dargestellt. Die dargestellten Versuchsergebnisse liegen dabei in einem statistisch sicheren Rahmen aus jeweils fünf Mal wiederholten Versuchsreihen mit einem vernachlässigbar kleinen Fehlerintervall von $\pm 2 \%$.

Die Ergebnisse des gewählten Beispiels zeigen, dass die höchste Übereinstimmung zwischen dem Modell für den Gesamtbereich und den experimentellen Ergebnissen besteht.

Tabelle 5: Einfluss einiger Modellparameter auf die Trennpartikelgröße

Modellparameter	sinkt ↓ oder steigt ↑	Trennpartikelgröße x_T
<ul style="list-style-type: none"> • Material <ul style="list-style-type: none"> ○ Partikeldichte ρ_P 	↑	sinkt
<ul style="list-style-type: none"> • Maschine <ul style="list-style-type: none"> ○ Sichtradius r_{SR} ○ Sichtradhöhe H_{SR} ○ Schaufelbreite B_S ○ Schaufelabstand A_S 	↑ ↑ ↓ ↓	sinkt
<ul style="list-style-type: none"> • Prozess <ul style="list-style-type: none"> ○ Sichtraddrehzahl n_{SR} ○ Luftluftvolumenstrom \dot{V}_G ○ Luftdichte $\rho_{G,N}$ 	↑ ↓ ↓	sinkt

Danach kommt der Zusammenhang für den laminaren Bereich ($Re_x < 1$). Das Modell für den turbulenten Bereich ($Re_x > 1000$) liegt deutlich von den experimentellen Daten zu feineren Trennschnitten hin entfernt.

Der Grund hierfür ist anhand der Re -Zahl für das gewählte Beispiel zu begründen (vgl. Abbildung 60). Zur Erläuterung der Abbildung 60: Mit steigender Sichtradiumsgeschwindigkeit ergibt sich im experimentellen Ergebnis eine kleinere Trennkorngröße und damit eine kleinere Re -Zahl für diese Partikelgröße (vgl. Formel 64).

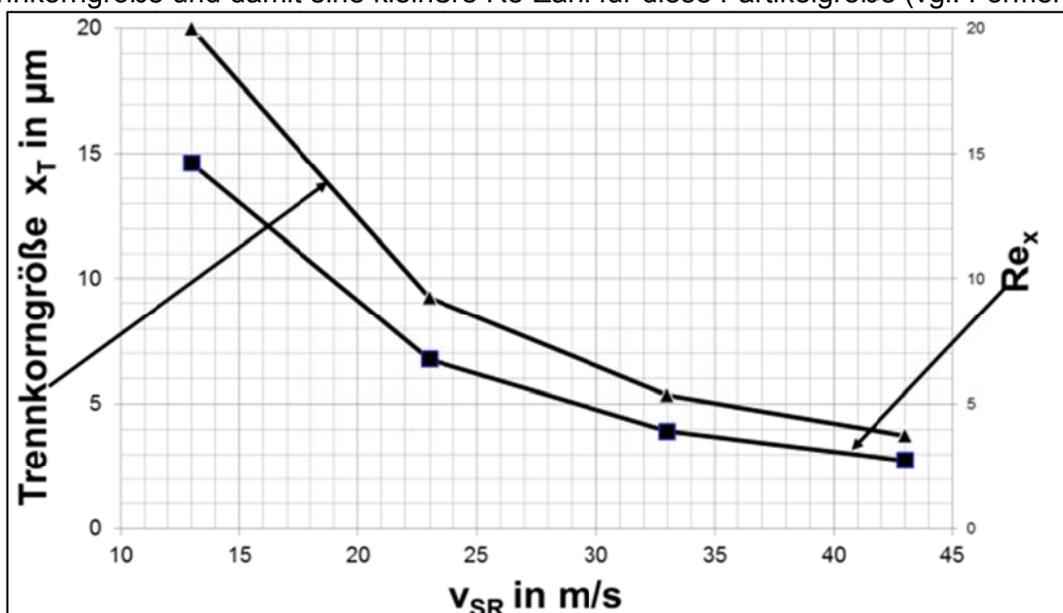


Abbildung 60: $Re(x)$ und x_T , Beispiel ATP 50 Kalkstein $< 100 \mu m$; Luftvolumenstrom $1,6 m^3/min$ [FÜC2010a]

Die Re -Zahlen für das Beispiel liegen zwischen 2,5 und 15. Für die höchsten Sichtradiumsgeschwindigkeiten v_{SR} ergeben sich Re -Zahlen nahe dem laminaren Bereich, weshalb sich die Modellrechnungen nah an den experimentell ermittelten Trennschnitten orientieren.

Es ist zu beachten, dass die Re -Zahl mit der sich bei einer bestimmten Sichtradiumsdrehung ergebenden Trennpartikelgröße im Zusammenhang steht. Mit steigender Re -Zahl geht der Zusammenhang von laminarem Modell zu Experiment bis über den turbulenten Bereich immer weiter auseinander, da die Strömungsverhältnisse vom laminar nahen Bereich immer weiter in einen Übergangsbereich abweichen.

Für eine einfache Vorausberechnung der Trennpartikelgröße x_T ist das aufgestellte Modell nach Formel 69 eine gute Grundlage für die praktische Kontrolle von Klassierprozessen mit Abweiseradsichtern. Die Gleichungen enthalten dabei die wesentlichen Einflussgrößen zu Material, Sieber und Prozess.

Für ein scale up und eine breite industrielle Anwendung mit technischen Sichern sind wahrscheinlich Anpassungsparameter sowie Vergleichsuntersuchungen mit anderen Sichtgütern und Abweiseradsichtertypen notwendig [FÜC2010a].

Wird außer der Trennpartikelgröße x_T die Trennschärfe benötigt, ist das nur über die Prozessmodellierung mit Hilfe der Trennfunktion möglich (vgl. Kapitel 2.3.2).

Erweitert man das Modell in Formel 69 mit dem Parameter Partikelporosität, um eine Variation der Partikeldichte zu betrachten, ergibt sich mit dem minimal möglichen Luftdurchsatz und mittleren bis maximalen Sichtradrotationen für den verwendeten Sieber ATP50 der Fa. Alpine am Beispiel der Modellschubstanz Aerosil® ein Zusammenhang wie in Abbildung 61 dargestellt.

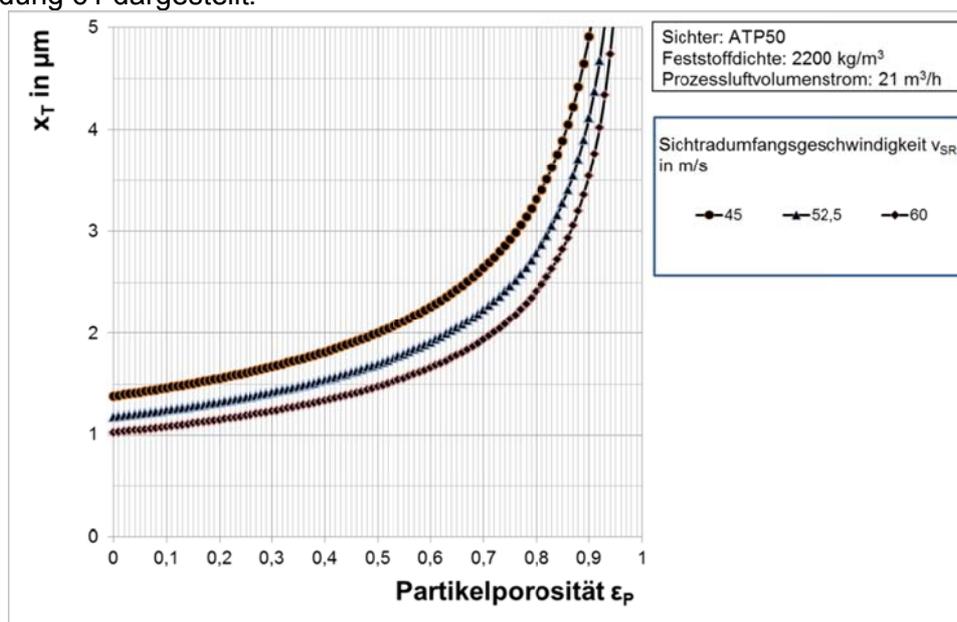


Abbildung 61: Trennpartikelgröße x_T nach Modell Formel 69 auf eine Abhängigkeit der Partikelporosität erweitert für das Beispiel der Sichtung von Aerosil® mit dem Sieber ATP50 bei minimalem Luftdurchsatz

Für eine deutlichere Auflösung ist die Ordinate der Diagrammdarstellung bei $x_T = 5 \mu\text{m}$ abgeschnitten. Der hauptsächliche Anteil des dabei am Prozess beteiligten minimalen Transportfluiddurchsatzes von $21 \text{ m}^3/\text{h}$ Luft ergibt sich aus der Spülung des Antriebsmotorlagers vom Sieber und des Spalts am Sieberdring zum Auslass, damit kein Material ungesichtet den Prozessraum verlassen kann. Nach den Modellvorstellungen bewirkt die Verringerung des Luftdurchsatzes eine Verminderung der wirkenden Schleppkraft durch das Transportfluid. Bei den dargestellten Ergebnissen resultieren also infolge der minimal möglichen Schleppkraft mit dem Sieber ATP50 Trennschnitte über der technisch interessanten Grenze von $1 \mu\text{m}$.

Es ist deutlich zu erkennen, dass selbst mit maximaler Sieberrotation auch im Bereich sehr kleiner Partikelporosität von 10 % unter Berücksichtigung der bekannten Modellvorstellungen zur Sichtung am Abweiserad keine Unterschreitung der Trennkorngröße von $1 \mu\text{m}$ möglich ist.

Für mittlere bis hohe Partikelporositäten gehen die vorliegenden Trennpartikelgrößen weit von dieser Grenze bei $1 \mu\text{m}$ zu höheren Trennschnitten hin weg, da die Wirkung der Fliehkraft gegenüber der Schleppkraft in Folge der stark sinkenden Trägheit der immer poröseren Partikel überwiegt. Für theoretische Porositäten bei 99 % ergeben sich Trennschnitte je nach Sieberumfangsgeschwindigkeit bei 45 m/s von $21 \mu\text{m}$, bei ca. 52 m/s von ca. $16 \mu\text{m}$ und bei 60 m/s von $14 \mu\text{m}$.

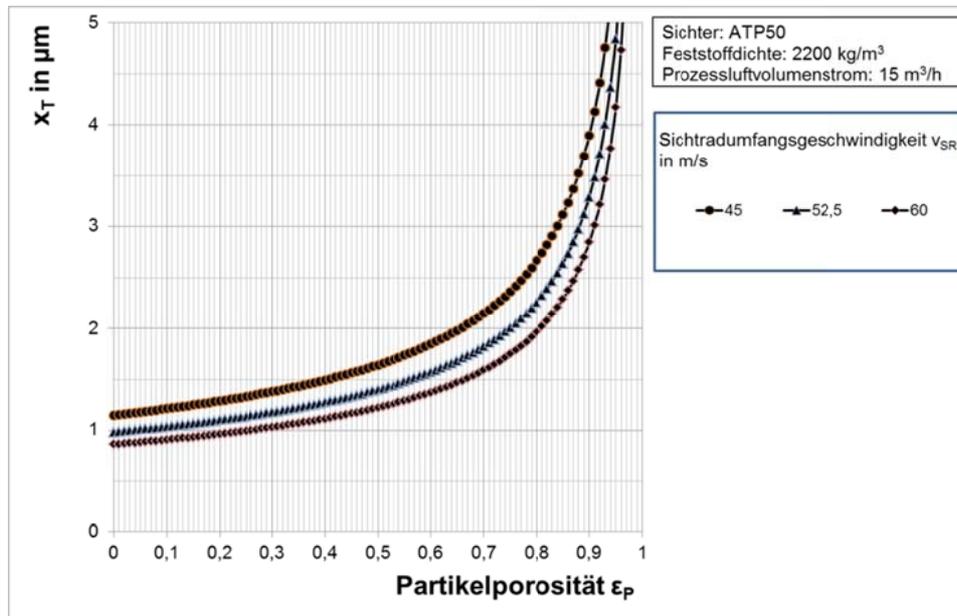


Abbildung 62: Trennpartikelgröße x_T nach Modell Formel 69 auf eine Abhängigkeit der Partikelporosität erweitert für das Beispiel der Sichtung von Aerosil® mit dem Siebter ATP50 bei einem theoretischen Luftdurchsatz von $15 \text{ m}^3/\text{h}$

Selbst wenn angenommen wird, dass man diese auf ein Minimum reduzierten Ströme stufenweise noch weiter senken könnte, ergäben sich Verläufe wie in Abbildung 62 bis Abbildung 64 dargestellt. Hier ist der zu Abbildung 61 identische Zusammenhang mit stufenweise gesenktem Luftdurchsatz in jeweils separaten Diagrammdarstellungen zusammengestellt. Erst wird der Luftdurchsatz für das Gedankenexperiment auf 15 (vgl. Abbildung 62), dann auf 10 (vgl. Abbildung 63) und schließlich auf theoretische $1 \text{ m}^3/\text{h}$ (vgl. Abbildung 64) gesenkt.

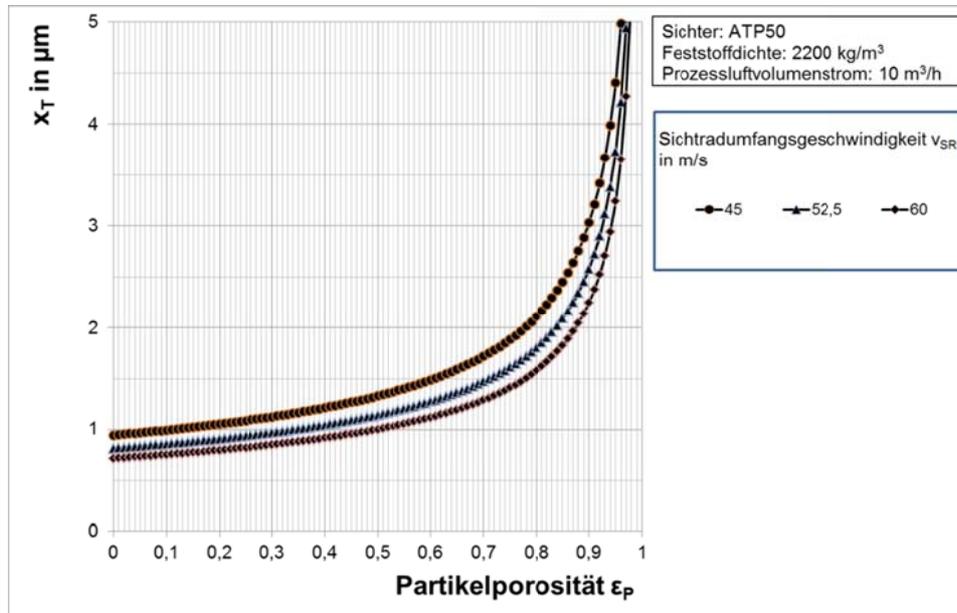


Abbildung 63: Trennpartikelgröße x_T nach Modell Formel 69 auf eine Abhängigkeit der Partikelporosität erweitert für das Beispiel der Sichtung von Aerosil® mit dem Siebter ATP50 bei einem theoretischen Luftdurchsatz von $10 \text{ m}^3/\text{h}$

Bei $15 \text{ m}^3/\text{h}$ ist es rein theoretisch möglich, bei maximaler Siebterrotation und Porositäten kleiner 20% Trennpartikelgrößen kleiner $1 \mu\text{m}$ zu erreichen.

Unter sonst gleichen Bedingungen mit $10 \text{ m}^3/\text{h}$, also ca. der Hälfte des in den empirischen Untersuchungen minimal möglichen Luftdurchsatzes, ist die Grenze von $1 \mu\text{m}$ mit Porositäten kleiner 50% unterschreitbar. Und bei mehr als Faktor 20 kleinerem Luftdurchsatz ist dies bei Porositäten von kleiner 90% möglich.

Bei einem Materialsystem wie Aerosil® handelt es sich um flockige Agglomerate mit unbekannter Porosität, aber sehr wahrscheinlich mit einer Porosität von mehr als 20% bis über 90% . Ohne eine fundierte Online-Analyse der Porositäten können in diesem Punkt nur Hypothesen aufgestellt werden.

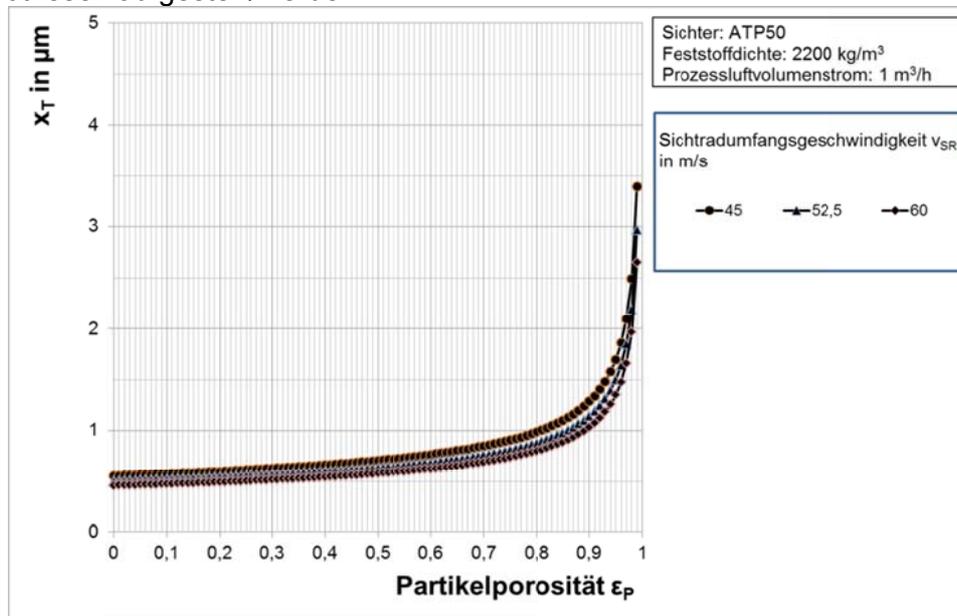


Abbildung 64: Trennpartikelgröße nach Modell Formel 69 auf eine Abhängigkeit der Partikelporosität erweitert für das Beispiel der Sichtung von Aerosil® mit dem Sieber ATP50 bei einem theoretischen Luftdurchsatz von $1 \text{ m}^3/\text{h}$

Fakt ist allerdings, um die Gültigkeit der bekannten Zusammenhänge bei realen Prozessen und unter den gegebenen Bedingungen mit der Produktklasse Nanopartikelflocken aufrechtzuerhalten, wären die zu schaffenden Prozessbedingungen so extrem vom technisch Möglichen abweichend, dass selbst wenn sich die Agglomerate durch den permanenten Einfluss der zahlreichen Teilprozesse nicht dynamisch verändern, ein Ziel wie der Trennschnitt unter $1 \mu\text{m}$ nicht erreichbar ist. Und doch zeigen die experimentellen Ergebnisse mit Aerosil®, dass mit der verwendeten Anlage unter den technisch möglichen Bedingungen ein Dispersitätsplateau weit unterhalb des Schnitts bei $1 \mu\text{m}$ deutlich erreicht wird. Daran anknüpfend ist im Folgenden für eine erweiterte Betrachtung zu klären, welche Faktoren für dieses Ergebnis verantwortlich sind.

6.2 Modellbetrachtungen

Aus dem Vorstehenden in Kapitel 6.1 geht hervor, dass bezüglich einer Agglomeratezerstörenden Wirkung der Strahlmahlanlage eine Erklärung der gefundenen Zusammenhänge nur mit einer auf das wesentliche beschränkten Betrachtungsweise möglich ist.

Bei den rein theoretischen Betrachtungen im Folgenden handelt es sich um eine Gegenüberstellung der das Agglomerat zusammenhaltenden Energie E_B und einer das Agglomerat zerstörenden Energie E_D . Die Grundidee geht auf den primären Einfluss des schnell rotierenden Sichtrades infolge der Stoßwirkung zwischen Agglomerat und Sichtradboden an der Korbaußenkante zurück. Um eine Agglomeraterstörung zu erreichen, muss also folgende Bedingung erfüllt sein:

$$E_D > E_B$$

Formel 70

Für eine Desagglomerationswirkung des Sichtrades muss die auf das Agglomerat wirkende Energie durch die Sichtradrotation E_D und der daraus resultierende Widerstand des rotierenden Sichtradkorbes gegenüber der Agglomerat-zusammenhaltenden Energie E_B größer sein.

Die Energie durch das rotierende Sichtrad ist dabei definiert mit:

$$E_D = E_{SR} = \frac{m_{Ag}}{2} \cdot v_{rel}^2$$

Formel 71

Hierin bedeuten m_A die Masse des Agglomerates und v_{rel} die Relativgeschwindigkeit zwischen rotierendem Sichtradkorb und Agglomerat.

E_D ist die das Agglomerat zusammenhaltende Energie zwischen den Primärpartikeln. Auf eine genauere Berücksichtigung der Agglomeratstruktur, z.B. der Aggregate und Primärpartikel, sowie der fraktalen Betrachtung wird, da es keine einfache Verbesserung zum Verständnis der Verhältnisse liefert, verzichtet.

Somit ergibt sich in Anlehnung an den Ansatz von Rumpf (vgl. Kapitel 2.1.2) für eine innere Zugfestigkeit von Agglomeraten eine das Agglomerat zusammenhaltende Haftenergie im Agglomerat zu:

$$E_B = E_{H,Ag} = \sigma_{Z,Ag} \cdot A_{Ag} \cdot x_{Ag}$$

Formel 72

$$E_{H,Ag} = F_{H,PP} \cdot \frac{(1 - \varepsilon_{Ag}) \cdot k_{Ag}}{A_{O,PP}} \cdot A_{Ag} \cdot x_{Ag}$$

Formel 73

Hierin steht $\sigma_{Z,Ag}$ für die innere Zugfestigkeit eines Agglomerates und darin $F_{H,PP}$ für die Gesamthafkraft zwischen zwei gleichgroßen, kugelförmigen, als solche definierte, Primärpartikel. $A_{O,PP}$ meint die Oberfläche eines Primärpartikels im Verbund. A_{Ag} ist die Bezugsfläche, x_{Ag} die Bezugsgröße und ε_{Ag} die Porosität des Agglomerates sowie k die Koordinationszahl. Die Bestimmung der Koordinationszahl ist für komplexe Agglomeratstrukturen nach dem aktuellen Stand des publizierten Wissens nicht bekannt. Näherungsweise wird in der Literatur der Zusammenhang

$$k_{Ag} = \frac{\pi}{\varepsilon_{Ag}}$$

Formel 74

verwendet.

Bezogen auf die Gesamtmasse des Agglomerates A ergibt sich die Bedingung aus Formel 70 zu folgender Ungleichung:

$$v_{rel}^2 > \frac{3 \cdot F_{H,PP}}{\rho_P \cdot \varepsilon_{Ag} \cdot x_{PP}^2}$$

Formel 75

Damit stehen sich auf Seiten der Beanspruchung eine massespezifische Desagglomerationsenergie $E_{m,D}$ und eine das Agglomerat zusammenhaltende Bindungsenergie $E_{m,B}$ gegenüber. Somit steckt hinter Formel 75 der Zusammenhang wie in Formel 76 zusammengefasst.

$$E_{m,D} > E_{m,B}$$

Formel 76

Für die Desagglomeration an der Sichtradaußenkante wird vorausgesetzt, dass die Geschwindigkeit des an der Sichtradaußenkante beanspruchten Agglomerats null ist und die Relativgeschwindigkeit v_{rel} somit mit der Sichtradamfangsgeschwindigkeit berechnet wird.

Die genaue Betrachtung am Materialsystem SiO_2 liefert unter den folgenden weiteren Bedingungen den Zusammenhang für die massespezifischen Energien $E_{m,D}$ und $E_{m,B}$ in Abbildung 65.

Für die durchzuführende Berechnung wird als primär wirkende Anziehungskraft zwischen den Primärpartikeln die VdW-Kraft F_{vdw} (vgl. Kapitel 2.1) vorausgesetzt.

$$F_{H,PP} = F_{vdw} = \frac{k_L \cdot x_{PP}}{32 \cdot \pi \cdot a^2}$$

Formel 77

Mit der Haftkraft in Formel 77 ergibt sich der Zusammenhang zu:

$$v_{rel}^2 > \frac{K}{\rho_P \cdot \epsilon_{Ag} \cdot x_{PP}}$$

Formel 78

mit

$$K = \frac{3 \cdot k_L}{32 \cdot \pi \cdot a^2}$$

Formel 79

Hinter der Konstante K verbergen sich die als konstant anzunehmenden Haftbedingungen. Man könnte z.B. auch bei Einbeziehen von feuchter Luft die resultierende Adhäsionskraft infolge einer Flüssigkeitsbrücke F_V nach Formel 2 berücksichtigen.

Die Modellrechnungen mit dem System SiO_2 - SiO_2 beschränken sich diesbezüglich auf die Haftwirkung der Van-der-Waals-Kräfte, da der Feuchtigkeitseinfluss im Strahlmahlprozess ausgeschlossen wird.

Unter Berücksichtigung, dass die Parameter in K und die Rohdichte des betrachteten Materials konstant sind, ergeben sich zwei für ein Material variable Größen, die in folgender Abhängigkeit für einen Desagglomerationsprozess stehen

$$v_{rel}^2 \sim \frac{1}{\epsilon_{Ag}} \cdot \frac{1}{x_{PP}}$$

Formel 80

Die Zusammenhänge in Formel 80 zeigen, dass die für die Desagglomeration eines definierten Agglomerats notwendige Energie umgekehrt proportional der Wurzel der Agglomeratporosität und umgekehrt proportional der Größe der im Agglomeratverbund zusammenhaftenden Primärpartikel ist.

Mit den sich ergebenden Darstellungen in Abbildung 65 lässt sich für das Modellsystem folgendes ableiten.

Je größer die Porosität der Agglomerate ist, desto kleiner ist die für die Desagglomeration notwendige Energie. Das liegt daran, dass mit wachsender Porosität und unter sonst konstanten Bedingungen weniger Kontaktstellen im Agglomerat für eine Haftbindung zur Verfügung stehen.

Und wird unter sonst konstanten Bedingungen ein Wachsen der Primärpartikelgröße betrachtet, ergibt sich damit die gleiche Wirkung.

Diese aus dem Modell abzuleitende Tendenz ist mit den tendenziellen Aussagen der Untersuchungsergebnisse in Kapitel 5 konform.

Je größer das Ausgangsmaterial, desto besser können Agglomerate bei gleichem Energieeinsatz auch bis in den Bereich der Aggregate aufgebrochen werden. Am Beispiel von Aerosil®90 ($x_{PP} = 20 \text{ nm}$) und Anwendung der Anlage als Sichter ATP50 ist ein Aufbrechen der submikronen Agglomerate bei einer Drehzahl von mehr als 17500 U/min zu beobachten. Das entspricht nach den errechneten Zusammenhängen einer massespezifischen Beanspruchungsenergie von mehr als $2000 \text{ m}^2/\text{s}^2$. Das würde bedeuten, wenn man die Vereinfachung voraussetzt, dass die Agglomerate aus den gleichen Primär-Partikeln bestimmter Größe aufgebaut sind, handelt es sich um Agglomerate (vor der Beanspruchung) mit einer theoretischen Porosität von ca. 20 %. Bei vergleichbarer Porosität der Agglomerate mit Aerosil®200 ($x_{PP} = 12 \text{ nm}$) liegt die zum Aufbrechen der Agglomerate notwendige spezifische Energie unter diesen definierten Bedingungen mindestens um ca. $1500 \text{ m}^2/\text{s}^2$ höher als bei Aerosil®90. Die bei der Versuchsreihe mit Aerosil®200 maximal gefahrene Sichtraddrehzahl von 20000 U/min ermöglicht den Sprung auf ein nächstes Desagglomerationsplateau nicht. Selbst bei der maximal einstellbaren Drehzahl von 23840 U/min ist es unwahrscheinlich, ein nächstes Desagglomerationsplateau im Größenbereich der Materialaggregate zu erreichen, da die mit dem Sichtrad maximal einzubringende massespezifische Beanspruchungsenergie nur um ca. $300 \text{ m}^2/\text{s}^2$ höher ist.

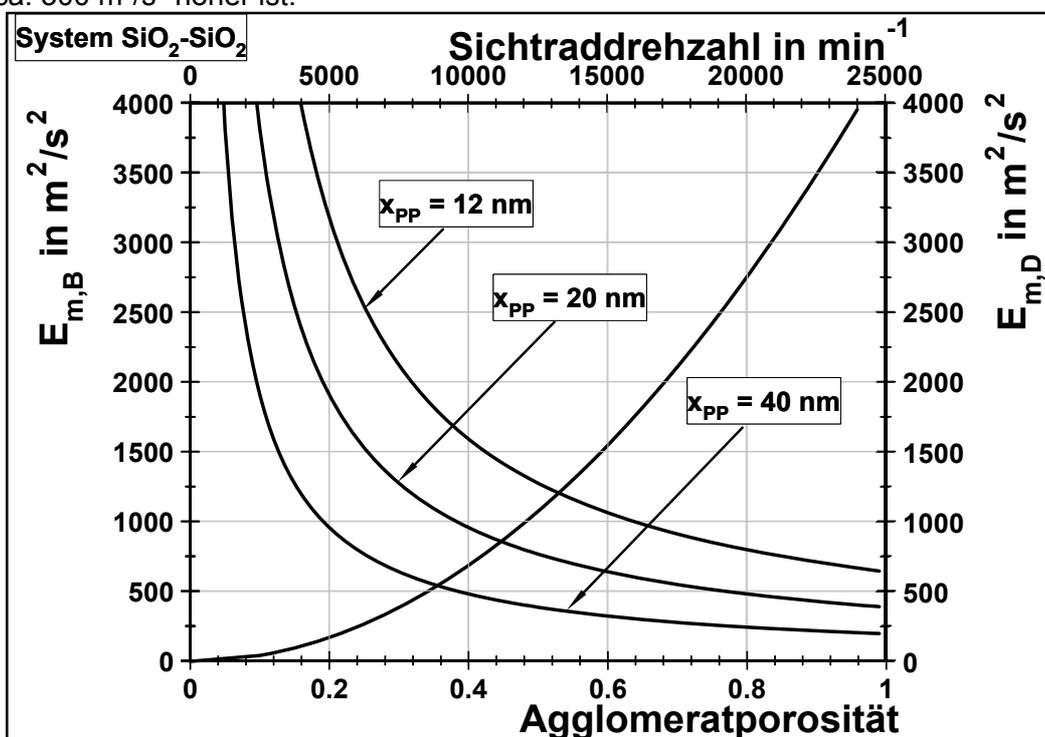


Abbildung 65: Massespezifische Bindungsenergie in Abhängigkeit einer bestimmten Agglomeratporosität gegenüber einer desagglomerierend wirkenden Beanspruchungsenergie $E_{m,D}$ infolge der Sichtradrotation

Bei der größten der drei Modellsubstanzen mit einer vorausgesetzten Primärpartikelgröße x_{PP} von 40 nm und vergleichbarer Porosität sowie Prozessbedingungen ist eine um mindestens die Hälfte geringere spezifische Beanspruchungsenergie zum Aufbrechen der Agglomerate notwendig. Dass das Erreichen der maximalen Desagglomeration mit Aufbrechen der Materialaggregate auch bei diesem Material nicht möglich ist, liegt an dem Fakt, dass die Bindungsenergie in den Sinterbrücken um den Faktor 10^4 höher ist als bei einfachen VdW-Kräften. Die Zusammenhänge in Abbildung 65 zeigen, dass mit der verwendeten Anlage ein solches Energie-Niveau zum Zerstören der Aggregate theoretisch nicht erreicht werden kann.

Auch wenn die mit dem Modell gezeigten Zusammenhänge möglicherweise nicht genau mit den in der Realität vorherrschenden komplexen Bedingungen übereinstimmen und alle in der Desagglomerationsanlage ablaufenden Prozesse berücksichtigt, bestätigen diese dennoch die mit den experimentellen Untersuchungen gewonnenen Ergebnisse und zeigen weiterhin die im Experiment festgestellten Grenzen der Anlage für den erreichbaren Desagglomerationserfolg auf.

Bei Anpassung der wirkenden Beanspruchungs- und Haftbedingungen für den jeweiligen Anwendungsfall und experimenteller Untersuchungen zum Vergleich mit den real vorherrschenden Zusammenhängen ist diese Art der Gegenüberstellung zwischen Agglomerat-haltenden und -zerstörenden Bedingungen zulässig.

Eine wissenschaftlich fundierte Aussage zu den komplex miteinander verbundenen Zusammenhängen in der Strahlmühle bezogen auf eine Anwendung als Desagglomerationsorgan ist zum momentanen Zeitpunkt nicht möglich.

Dazu muss der in der Anlage ablaufende Gesamtprozess mit modernen Methoden der Strömungsanalyse, vor allem im Bereich der Beanspruchungszone und der Umlaufströmung (vgl. Kapitel 2.3) durchgeführt werden und stufenweise von einfachen Zerkleinerungs- und Klassierprozessen im einfachen, geschlossenen Mühle-Sichter-Kreislauf mit Referenzmaterialien auf die Beanspruchung von komplex strukturierten Nanopartikelagglomeraten erweitert werden.

7 Zusammenfassung

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen die notwendigen Voraussetzungen für den zum trockenen Dispergieren notwendigen Desagglomerationsprozess nanoskaliger, kohäsiver Schüttgüter aus der Produktklasse Nanopartikelflocken (z.B. Aerosil® der Fa. Evonik, vgl. Kapitel 3) und dem Bewerten des Dispergiererfolgs. Damit wird ein Fortschritt über den bisherigen Stand des Wissens (vgl. Kapitel 2) im Fachbereich des Desagglomerierens für die Aufbereitungstechnik belegt.

Zu Beginn einer solchen Forschungsarbeit ist es wichtig, die Handhabung der Modellsubstanz Aerosil® und die verwendete Strahlmahlanlage AFG100 der Fa. Alpine kennen zu lernen. Daraus folgend wurde abgeleitet, dass eine Anpassung der Anlage hinsichtlich der Verarbeitung der neuen Produktklasse Nanopartikelflocken zur Zielerreichung notwendig ist (Kapitel 4). Die dabei entwickelte neue Dosiereinheit (modifiziertes Ejektorprinzip) lässt nach einer empirisch ermittelten Kalibrierkurve einen quasi konstanten Massestrom (stabiler Arbeitspunkt) auch kleiner Masseströme zu. Der Prozessraum wurde insoweit angepasst, dass der Test der Strahlmühle als Desagglomerator authentisch bleibt. Das zur Dispersitätsbeurteilung entwickelte WIDE-RANGE-Partikelgrößenmesssystem in Zusammenhang mit der als Schwerpunkt zu realisierenden Messstrecke wurde unter Berücksichtigung des Stands der Technik und des Wissens realisiert. Diese stellt damit eine wissenschaftlich wichtige Methode zum Nachweis von Partikelgrößen im Bereich zwischen 10 nm und ca. 40 µm dar (vgl. Kapitel 2.4 und 4.4). Eine detaillierte Untersuchung der Teilstromentnahme mit dem verwendeten Verdünnungssystem war nicht Gegenstand der Untersuchungen. Bezogen auf die mögliche Morphologie der hergestellten Produktaerosolagglomerate wird eine nähere Untersuchung des Sachverhalts allerdings für folgende Forschungsarbeiten empfohlen, um diese Wissenslücke für den Bereich der gesamten Arbeitsgemeinschaft der Partikelmesstechnik zu schließen.

Aus den Dispergierergebnissen mit der feinsten der drei Modellsubstanzen *Aerosil®200* geht bezüglich eines möglichen Einflusses der Strahlmühle/Sichtermühle primär hervor, dass der Dispergierereffekt und die damit verbundene Desagglomeration bis auf das Niveau eines ersten Plateaus im submikronen Partikelgrößenbereich durch das schnell rotierende Abweiserad hervorgerufen wird. Gemeint ist damit der reine Betrieb als Abweiseradsichter ATP50 der Fa. Alpine. Das Zuschalten der Beanspruchungszone und somit Erhöhen des Luftdurchsatzes ergab eine erhebliche Verminderung der Dispersität. Die gewünschte Energiedissipation der Mahlluft und das damit verbundene Überwinden der interpartikulären Wechselwirkungen kann für diese Substanz nicht bestätigt werden. Die maximale Dispergiergüte unter Berücksichtigung eines Aerosols mit Partikeln größtenteils im submikronen Bereich (200 nm und 1 µm) ist nur bei Einsatz des Sichters erreichbar. Dabei bewirkt die Steigerung von minimal möglicher auf eine maximale Rotation keinen Sprung auf ein nächstes Desagglomerationsplateau in den Bereich der Materialaggregate. Wesentlich ist also der reine Betrieb des Sichtrades.

Die Substanz *Aerosil®90* zeigt bezüglich des reinen Einsatzes mit dem Sichter ATP50 der Fa. Alpine (minimaler Luftdurchsatz) ein gegenüber dem von *Aerosil®200* abweichendes Verhalten. Hier kommt es mit steigender Sichtradrotation zu einem stufenweisen Umverteilen der Agglomeratverbände in die Bereiche feinerer Agglomerate ähnlich einem Abrasionsprozess. Über eine kritische Drehzahl von 17500 U/min hinaus zeichnet sich ein regelrechtes Aufbrechen der Agglomerate bis in den Bereich der Aggregate unter 200 nm und partiell der Primärpartikel ab. Der Einsatz der Mahlluft im Betrieb als AFG100 zeigt bis zu einer bei reinem Sichterbetrieb gleichen Sichtradrotation von 20000 U/min eine gewisse Energiedissipation infolge einer Scherwirkung der Mahlluft. Erstaunlich ist der große Dispergiererfolg bei einer Drehzahl von 7500 U/min, der mit dem bei Einsatz der ATP50 und maximaler Sichtradrotation vergleichbar ist. Eine genauere Auflösung um diese Parameterkombination in weiterführenden Untersuchungen zeigt einen Weg zu dieser hohen Dispersität und wieder auf einen gleichmäßigen Verlauf der Dispergiergüte auf geringerem Niveau, ähnlich dem bei reinem Sichterbetrieb, zurück. Hier zeichnet sich eine die Desagglomeration am Abweiserad begünstigende Strömungsführung ab.

Mit der Untersuchung eines minimal möglichen Mahlluftdrucks bei 2 bar wird dieses Ergebnis gestärkt (vgl. Kapitel 5.3).

Die dritte und grösste Modellsubstanz *Aerosil®OX50* stellt das am einfachsten zu desagglomerierende Material dar. Bei diesem Material wurde ein konstant feines Produktaerosol auf einem zweiten Desagglomerationsplateau mit erhöhten Volumenanteilen im Bereich der Materialaggregate unter 200 nm unabhängig von den variierten Prozessparametern der Strahlmühle nachgewiesen.

Der für diesen Plateausprung primär verantwortliche Aufgabeejektor ist nach Stintz [STI2005] einer der bis dato effektivsten bekannten und kommerziell erhältlichen Trockendispergierer. Vergleichbare Dispersitätsniveaus mit feinen Schüttgütern wurden bisher nie allein durch Strömungskräfte erreicht. Dieser Fakt ist auf das verwendete WIDE-RANGE-Partikelgrößenmesssystem zurückzuführen, welches einen breiten Nachweis von Primärpartikelgrößen bis hin zu den grössten vorkommenden Agglomeraten erlaubt. Bei den bisher publizierten Untersuchungen mit einem solchen Ejektor ist eine derartige Nachweismethode nicht erwähnt.

Somit ist mit der im Rahmen der Arbeit entwickelten WIDE-RANGE-Methode auf Basis der Erkenntnisse der Arbeit von Friehmelt [FRI1999] ein erheblicher Sprung für den Nachweis real vorliegender Dispersitäten gelungen. Nur mit einer entsprechend breit arbeitenden Nachweismethode können Aussagen über den Erfolg oder Misserfolg einer Desagglomerationsmethode getroffen werden.

Ein Vergleich der drei granulometrisch verschiedenen Substanzen lässt die Aussage zu, dass sich mit gröber werdendem Ausgangsmaterial aus der Produktklasse Nanopartikelflocken ein leichteres Aufbrechen der Agglomerate und Erreichen einer maximalen Dispersität auf einem zweiten Plateau bestätigen lässt. Grund hierfür ist die geringere Agglomeratfestigkeit mit steigender Primärpartikelgröße des Ausgangsmaterials, was ein Zerstören der Agglomerate bei vergleichbarem Energieeintrag begünstigt.

Mit den in Kapitel 6.2 dazu abgeleiteten Modellvorstellungen wird die Grundaussage zu den erkannten prinzipiellen Zusammenhängen im Dispergierverhalten der drei Modellsubstanzen bestätigt.

Die in der Vorstudie in Kapitel 6.1 erörterten Zusammenhänge zur modellhaften Erklärung der Vorgänge am Abweiserad haben mit der Erweiterung zu einem Modell für den gesamten Reynoldsbereich (Strömungsverhältnisse) gezeigt, dass diese nicht mit den experimentellen Ergebnissen erklärbar sind. Die mit dem Modell unter realen Bedingungen berechneten Trennpartikelgrößen in Anhängigkeit von Prozess- und Materialparametern liegen dabei, in Abhängigkeit vergleichbarer Prozessparameter, über den experimentell teilweise weit unten im submikronen Partikelgrößenbereich nachgewiesenen Trennpartikelgrößen.

Bezüglich der *Prozessstabilität* geht es auf der einen Seite um die zeitnahe Kontrolle der prozessrelevanten Parameter Mahlluftdruck und Sichtradrotation im Zusammenhang mit der Prozessregelgröße Mahlraumdruck. Zusammengefasst ist seitens der erfassbaren Prozessgrößen von keinem schwankungsbedingten Einfluss auszugehen.

Auf der anderen Seite ist für eine Weiterverarbeitung des Produktaerosols in einem nachfolgenden Prozessschritt (z.B. Coating) wesentlich, über welche Transportstrecke ein in der Beanspruchungszone erzeugter Dispersitätszustand aufrechterhalten werden kann. In Anlehnung an die Transportleitungslänge zwischen Prozessraum und Gas-/Feststoff-Trennung und den geltenden Richtlinien ist ein Nachweis der Dispersität nach ca. 1 m Transportleitung durchgeführt worden. Zum Prüfen der Aerosolstabilität wurde eine erweiterte Transportstrecke mit einer Messstelle nach 7 m gewählt. Es hat sich herausgestellt, dass eine Stabilisierung für einen längeren Transport der verschiedenen technisch interessanten Produktaerosole in einem Anschlussprozess notwendig ist. Bei direkter Weiterverarbeitung der hergestellten technisch interessanten Produktaerosole mit einer maximalen Transportstrecke von 1 m spielen Stabilitätsprobleme keine Rolle, weshalb dann auf ein Stabilisierungskonzept verzichtet werden kann (vgl. Kapitel 5.6).

Das Verhalten der Produktklasse Nanopartikelflocken ist trotz allem deutlich komplexer als vorher vermutet.

Einerseits wurden die technischen Grenzen des untersuchten Strahlmahlverfahrens im einfachen Mühle-Sichter-Kreislauf für eine Desagglomeration von Nanopartikelagglomeraten erarbeitet und andererseits für die wissenschaftliche und praktische Verfahrenstechnikwelt wertvolle Erkenntnisse gewonnen, welche es unter bestimmten Voraussetzungen erlauben, entsprechend technisch interessante Aerosole herzustellen. Unter Berücksichtigung der bisherigen Erfahrungen aus der Literatur sind verschiedene Ergebnisse zu begründen (vgl. Kapitel 2.3). Andere reproduzierbare Zusammenhänge wiederum bedürfen einer tieferen Erforschung über die Aufgabenstellung dieser Arbeit hinaus.

Nachfolgenden Forschungsarbeiten ist mit den neu gewonnen Erkenntnissen und Erfahrungen im Bereich trockene Desagglomeration die Aufgabe gestellt, eine explizite strömungsmechanische Untersuchung des Prozessraumes unter denselben Bedingungen abzubilden, da die reine Betrachtung der gemessenen prozessrelevanten Größen und somit auch des Leistungsinputs nicht zur detaillierten und vor allem vollständigen Klärung der ablaufenden Effekte ausreichen, sondern lediglich einfache Modellvorstellungen zulassen.

Diese strömungsmechanischen Untersuchungen betreffen vor allem den Bereich der Beanspruchungszone und der Transportströmung im Mittelteil des Prozessraumes der Fließbettgegenstrahlmühle (vgl. Kapitel 2.3). Derartige Untersuchungen wurden in Zusammenhang mit der verwendeten Sichtermühle bisher nicht publiziert und stellen ein eigens Forschungsthema dar. Ein wesentlicher Punkt für das bisherige Ausbleiben und publizieren derartiger Untersuchungen ist der momentane noch nicht ausgereifte Stand der Technik auf diesem Gebiet und die Bereitwilligkeit der Industrie, in diese Art der Forschung die notwendigen Mittel zu investieren. Fakt ist, dass die für die Dispergiertechnik gewonnenen positiven Erkenntnisse nicht zufällig, sondern reproduzierbar unter vergleichbaren, genauen Bedingungen erzeugt sind.

Das Untersuchen weiterer Aggregate aus der Maschinensparte Sichter und Strahlmühlen, auch mit variabel einstellbarer Geometrie der prozessentscheidenden Elemente wie Aufgabeejektor, Mahlluftzufuhr und Sichtradgeometrie, ist auch zu empfehlen.

Weiterhin wesentlich für nachfolgende Forschungsarbeiten ist die Online-Analyse der Agglomeratmorphologie, welche für die vertiefte Interpretation der gewonnen Ergebnisse über die dynamische Veränderung der Agglomerate im Prozess hilfreich wäre. Bekannt sind bisher nur einige Prototypen, die eine Analyse komplexer Agglomeratstrukturen bisher nicht zulassen.

8 Verzeichnisse

8.1 Symbole

Formelzeichen

A	Fläche
AT	Agglomeratanteil
a	Abstand zwischen 2 Partikeln
C	Faktor, Molwärme
c	Konzentration, Faktor, Schergradient
D	Diffusionskoeffizient
d	Durchmesser
D_1	Desagglomerationsgrad
E_{el}	elektrische Feldstärke
E	Energie
e	Elementarladung
F	Kraft
f	Wahrscheinlichkeitsdichteverteilung
G	Quellglied
g	Erdbeschleunigung
I	Lichtintensität
I_0	Lichtintensität einfallendes Licht
K	Konstante
k	Koordinationszahl, Austragskoeffizient des Grobgutes, Spaltweite, Potentiometereinstellung
L	Länge
l	Austragskoeffizient des Feingutes
$M_{i,r}$	i-ter Moment der Verteilung der Mengengart r
m	Masse
m_V	volumenbezogene Partikelmasse
\dot{m}	Massenstrom
M	Molmasse
N	Anzahl, Drehzahl
n	Anzahl, Drehzahl, komplexer Brechungsindex
p	Druck
R	Gaskonstante
Re	Reynoldszahl
R_{mF}	Masseausbringen Feingut F
R_{mG}	Masseausbringen Grobgut G
$Q_r(x)$	Partikelgrößenverteilungssumme für die Mengengart r
$q_r(x)$	Partikelgrößenverteilungsdichte für die Mengengart r
q	Ladungsmenge
r	Radius
T	Temperatur
$T(x)$	Trennfunktion
t	Zeit
U	Spannung
u	Geschwindigkeit, Strömungsgeschwindigkeit
V	Volumen
\dot{V}	Volumenstrom
v	Geschwindigkeit

w	Verdünnungsfaktor
x	Partikelgröße
y	Ortskoordinate
Z	elektrische Mobilität
z	Ortskoordinate
α	dimensionsloser Größenparameter
β	Komponentenübergangsfunktion
Γ	verallgemeinerte Dichte
Δ	Differenz
δ	Beladung in Masse pro Volumeneinheit
ε	Porosität
η	dynamische Viskosität
θ	Streuwinkel
λ	Wellenlänge, mittlere freie Weglänge
$\mu_{r,i}$	Anteil einer Fraktion i in der Mengenart r
ρ	Dichte
σ	Spannung, Festigkeit
τ	Schubspannung, Verweilzeit
Φ	Polarisationswinkel
φ	relative Feststoffkonzentration
ψ	Benetzungswinkel
ω	Komponentenübergangsfläche pro Volumeneinheit
ϑ	kinematische Viskosität

Indizes

A	Feed
AT	Auftrieb
a	außen
Ab	Absaugung
Ag	Agglomerat
AL	Abluft
B	Bindung
C	Cunningham
D	Dispersion, Desagglomeration
Do	Dosier
Dü	Düse
DS	Dosierschnecke
Dy	dynamisch
el	elektrostatisch
F	Feingut
Fr	Fraktal
G	Gas, Grobgut
H	Haft
HS	Hauptstrom
i	innen, Klasse i
K	Kammer
KZ	Klassierzone
krit	kritisch
M	Mobilität
MR	Mahlraum
m	Sink

mo	mobil
max	maximal
min	minimal
N	Normzustand
O	obere, Ober
p	Druck, Zustand bei konstantem Druck
P	Partikel
PA	Produktaerosol
PP	Primärpartikel
ra	radial
rel	relativ
S	Schaufel
So	Sonde
Sp	Spalt
SR	Sichtrad
st	Strömung
T	Trenn
TG	Trägergas
TR	Treib
Tr	Trägheit
U	Umfang
V	Volumen, Zustand bei konstantem Volumen
W	Widerstand
γ	Adhäsion infolge Flüssigkeitsbrückenbindung
Z	Zug, Zentrifugal
0	Reservoir, Ausgangszustand

8.2 Literatur

- [AIT1888] Aitken, J.: On the number of dust Particles in the atmosphere. Proc. Royal Soc. Edinburgh (1888) 35
- [BAC2001] Bachmann, C., Klein, A.: Vergleich von Inline- und Online-Meßsystemen mit vorgeschalteter Probenahme. Aufbereitungstechnik 42 (2001) 6, S. 296-301
- [BAR1974] Bartak, J.: Staubprobenahme in strömenden Gasen – Zweidimensionaler Fall. Staub Reinhalt. Luft 34 (1974) 8, S. 295 – 300
- [BAU1993] Bauckhage, K: Nutzung unterschiedlicher Streulichtanteile zur Partikelgrößenanalyse in dispersen Systemen. Chem.-Ing.-Techn. 65 (1993) 10, S. 1200-1205
- [BEN1996] Benz M., Herold, H., Ulfik, B.: Performance of a fluidized bed jet mill as a function of operating parameters. International Journal of Mineral Processing 44-45 (1996), S. 507-519
- [BER1996] Bernhardt, C., Husemann, K., Fuhrmann, J.: Zur Dispergierung hydrophober Partikel für die granulometrische Analyse. GVC Fachausschusssitzung „Partikelmeßtechnik“, Schliersee 5. - 9.5.1996
- [BER1998] Bernhardt, C.: Die Partikelgrößenanalyse und ihre Apparaturen. Das Keramiker-Jahrbuch 1998 (1997), Bauverlag Wiesbaden und Berlin, S. 54-72
- [BLA1995] Blattner, J.: Fraktionsabscheidegradbestimmung mittels Streulichtpartikelzähler mit einem optisch begrenzten Meßvolumen. F. & S. 9(1995) 1, S. 26 – 28
- [BLU1996] Blum, J. et al.: The de-agglomeration and dispersion of small dust particles - principles and applications. Rev. Sci. Instrum. 67 (1996) 2, S. 589-595
- [BOH1967] Bohnet, M.: Staubgehaltsbestimmung in strömenden Gasen mit Absaug-Sonden – Einfluß der nicht-geschwindigkeitsgleichen Absaugung. Chem.-Ing.-Tech. 39 (1967) 16, S. 972 – 977
- [BOH1973] Bohnet, M.: Staubgehaltsbestimmung in strömenden Gasen. Chem.-Ing.-Tech. 45 (1973) 1, S. 18 – 24
- [BOH1996] Bohan, J. F.: Dry powder dispersion system for particle size analysis using aerodynamic time-of-flight. Powder handling&processing 8(1996)1, S. 59-61
- [BOR1997] Borggräfe, P., Trampe, A., Fissan H.: Eine neue Methode zur exakten Bestimmung der Fehlzählrate von optischen Partikelzählern. Gefahrstoffe Reinhaltung der Luft 57 (1997)
- [BÖT2000] Böttger, T.: Aufbau einer Anlage zur Beschichtung luftgetragener Aerosolpartikel mit H₂O und H₂SO₄. Diplomarbeit. Fachhochschule Aachen, 2000
- [BÜR1973] Bürkholz, A.: Eichuntersuchungen an einem Kaskadenimpaktor. Staub Reinhalt. Luft 33 (1973) 10, S. 397 – 401
- [BÜR1991] Bürkholz, A.: Untersuchungen zum Meßfehler bei nichtisokinetischer Entnahme, Teil 1 und Teil 2. Staub Reinhalt. Luft 51 (1991) 11, S. 395 – 400, Staub Reinhalt. Luft 51 (1991) 12, S. 439 – 443
- [BRO1966] Brossmann, R.: Die Lichtstreuung an kleinen Teilchen als Grundlage der Teilchengrößenbestimmung. Dissertation. Universität Karlsruhe (TH), 1966
- [CHE1999] Chen, D.-R., Pui, D. Y. H., Mulholland, G. W., Fernandez, M.: Design and testing of an aerosol/sheath inlet for high resolution measurements with a DMA. J. Aerosol Sci. 30 (1999), S. 983 – 1000
- [CHE2004] Cheng, X.: Abscheidung von Aerosolen mit strukturierten Packungen. Dissertation. Universität Stuttgart, 2004

- [DAN2004] Dankers, S.: Einsatz der laserinduzierten Glühtechnik zur Charakterisierung von Nanopartikeln unter produktionsnahen Bedingungen. Dissertation. Universität Erlangen-Nürnberg, 2004
- [DIN1992] DIN-Norm 66160: Messen disperser Systeme, 1992
- [DIN2006] DIN ISO 9276-2: Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen - Teil 2: Berechnung von mittleren Partikelgrößen/-durchmessern und Momenten aus Partikelgrößenverteilungen, 2006
- [DUN1998] Dunbar, C.A. et al.: Dispersion and characterization of pharmaceutical dry powder aerosols. KONA 16(1998), S. 7-45
- [DÜW1983] Düwel, U., Dannecker, W.: Neuartige Probenahmeeinrichtung zur Staubkonzentrationsmessung in Reingasen von Großfeuerungsanlagen zum Zwecke der Bestimmung anorganischer und organischer Staubinhaltsstoffe. Staub Reinhalt. Luft 43 (1983) 7, S. 277 – 284
- [ECK1997] Eckelmann, H.: Einführung in die Strömungsmeßtechnik. Stuttgart 1997: Teubner
- [EIC1993] Eichas, K.: Triboelektrische Sortierung im Feinstkornbereich. Disseration. TU Clausthal, 1993
- [FER2005] Ferge, T.: Untersuchungen zur on-line Analytik von Aerosolpartikeln aus anthropogenen Verbrennungsprozessen. Dissertation. TU München, 2005
- [FIS1987] Fissan, H.: Meßverfahren für submikrone Partikel in Aerosolen. Interne Arbeitssitzung des GVC-Fachausschusses „Partikelmesstechnik“ am 20./21. Mai 1987 in Würzburg
- [FRI1999] Friehmelt, R.: Aerosol-Meßsysteme: Vergleichbarkeit und Kombination ausgewählter on-line Verfahren. Dissertation. Universität Kaiserslautern, 1999
- [FÜC2006] Füchsel, S., et al.: Online-Messung hinter einer Fließbettgegenstrahlmühle, 12. Probenahmetagung Freiberg, 2006
- [FÜC2010a] Füchsel, S., Husemann, K., Peuker, U.A.: Vereinfachtes Modell für die Sichtung am Abweiserad. ProcessNet-Jahrestreffen Fachausschüsse "Agglomerations- und Schüttguttechnik", "Zerkleinern und Klassieren" und "Mischvorgänge", 22.- 23.02.2010, Fulda
- [FÜC2010b] Füchsel, S., et al.: Technische Aerosole hoher Feststoffbeladung mittels trockener Dispergierung. ProcessNet-Jahrestagung, 21.- 23.09.2010, Aachen
- [FÜC2011] Füchsel, S., Peuker, U.A., Husemann, K.: Online-Partikelgrößenmessung mit einem „WIDE-RANGE-System“ hinter einer Strahlmühle. ProcessNet-Jahrestreffen Fachausschüsse "Partikelmesstechnik" und "Grenzflächenbestimmte Systeme und Prozesse", 1.-2.03.2011, Clausthal-Zellerfeld
- [GAR1995] Gartz, K., Schmidt, F., Fissan, H.: Partikelverluste in turbulent durchströmten Probenahmeleitungen, Chem.-Ing.-Tech. 67 (1995) 12, S. 1641-1645
- [GAS1986] Gast, T., Kramm, U.: Gesichtspunkte zur Teilstromentnahme aus Abgaskanälen. Staub Reinhalt. Luft 46 (1986) 2, S. 56 – 59
- [GAU1970] Gauntner, J. W. ; Livingood, J. N. B. ; Hrycak, P.: *Survey of literature on Flow characteristics of a single turbulent jet impinging on a flat plate* / Lewis Research Center. Washington, D.C. : National Aeronautics and Space Administration, 1970. - NASA Technical Note. - TN D-5652
- [GEB1983] Gebhart, J.: Vergleichsmessungen an optischen Partikelzählern. Staub Reinhalt. Luft 43 (1983) 11, S. 439 – 447

- [GEG1973] Geguzin, Ja.E.: Physik des Sinterns. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1973
- [GIE1973] Giersiepen, G.: Maschinen und Apparate für die Feinstzerkleinerung. Aufbereitungstechnik 14 (1973) 5, S. 277- 284
- [GNE1962] Gnedenko, B.W.: Lehrbuch der Wahrscheinlichkeitsrechnung, Berlin 1962
- [GOT1994a] Gotoh, K. et al.: Improvement of the mixer-type powder disperser. Adv. Powder Technol. 5(1994)4, S. 323-337
- [GOT1994b] Gotoh, K. et al.: Effect of the impeller shape on the mixer-type disperser. Adv. Powder Technol. 5 (1994) 4, S. 353-364
- [GRA1983] Grassmann, P.: Physikalische Grundlagen der Verfahrenstechnik. Aus der Reihe. Grundlagen der chemischen Technik. 3., vollst. überarb. Aufl..Salle [u.a.]. Frankfurt a.M.,1983
- [GRI2008] Grimm Hausseminar "Nanopartikelmesstechnik" Februar 2008 in Ainring
- [GUT1995] Gutsch, A.: Agglomeration feinsten gasgetragener Partikel unter dem Einfluß elektrischer Kräfte. Dissertation. Universität Karlsruhe (TH), 1995
- [HAU1999] Haupt, O.: Röntgenfluoreszenzanalyse von Aerosolen und Entwicklung eines automatisierten Probenahme- und Analysensystems. Dissertation. Universität Hamburg, 1999
- [HEF1999] Heffels, C., et al.: Modellbasierte Präparationstechnik für disperse Systeme. Chem.-Ing.-Tech. 71(1999)9, S. 966-967
- [HEI2003] Heidenreich, S., Büttner, H., Ebert, F.: Aerosole und ihre technische Bedeutung. Chem.-Ing.-Tech. 75 (2003) 12, S. 1787-1809
- [HEL2004] Helsper, C.: Partikelmesstechnik. In: Gail, L., Horting, H.-P.: Reinraumtechnik. 2. überarbeitete und erweiterte Auflage. Heidelberg 2004: Springer-Verlag, S. 57-84
- [HIN1999] Hinds W.C.: Aerosol Technology. 2nd edition. New York 1999, J. Wiley & Sons, Inc.
- [HÖF1985] Höfl, K.: Zerkleinerungs- und Klassiermaschinen. Leipzig 1985: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie
- [HÜB1998] Hübner, T., Witt, W., Röthele, S.: In-line Laserbeugung mit innovativer Probenahme, Vortrag auf dem 1. Chemnitzer Verfahrenstechnischen Colloquium, 25. und 26. November 1998
- [HUM1996] Hummes, D., Stratmann, F., Neumann, S., Fissan, H.: Experimental Determination of the Transfer Function of a Differential Mobility Analyzer (DMA) in the Nanometer Size Range. Part. Part. Syst. Charact. 13 (1996) 5, S.327 – 332
- [HUS1979] Husemann, K.: Grundlagen der Prallfeinzerkleinerung unter besonderer Berücksichtigung der Vorgänge in Stiftmühlen, Dissertation B. Akademie der Wissenschaften der DDR, 1979
- [HUS1989] Husemann, K., Herrmann, R.: Neuartiger Sichter zur Klassierung feinsten Körnungen. Freiburger Forschungsheft A790 (1989),S. 57-67.
- [HUS1990] Husemann K.: Modellierung des Sichtprozesses am Abweiserad. Aufbereitungstechnik 31 (1990) 7, S. 359-366
- [HUS1998] Husemann K., May, I.: Modellierung der trockenen Gegenstromklassierung. Aufbereitungstechnik 39 (1998) 6, S. 279-286
- [HUS2003] Husemann, K.: Neuer Modellansatz für Abweiseradsichter mit Hilfe der Stoßtheorie. GVC Fachausschusssitzung „Partikelmeßtechnik“ und „Zerkleinern“, Freiburg 10.-11.4.2003
- [ICA2010] ICARE, Cloud-Aerosol-Water-Radiation Interactions, <http://www.icare.univ-lille1.fr/progra2>, Stand 01.06.2010

- [KAI1973] Kaiser, F.: Die Fließbettstrahlmühle. Chem.-Ing.-Tech. 45 (1973) 10a, S. 676-680
- [KAI1980] Kaiser, F., Nied, R.: Moderne Strahlmühlen. Aufbereitungstechnik 21(1980)10, S. 507-514
- [KAM2004] Kammler H. K.: Structure of Flame-Made Silica Nanoparticles by Ultra-Small-Angle X-ray Scattering. Langmuir 20 (2004) 5, S. 1915-1921
- [KAT1998] Katzer, M., Schmidt, E., Kasper, G.: On-line-Charakterisierung von submikronen Partikeln in hochkonzentrierten Systemen mittels Mobilitätsanalyse. Chem.-Ing.-Tech. 70 (1998) 1/2, S. 115 – 119
- [KAY1997] Kaye, B. H.: Generating aerosols. KONA 15(1997), S. 68-80
- [KNU1975] Knutson, E. O., Whitby, K. T.: Aerosol classification by electric mobility: apparatus, theory, and applications. J. Aerosol Sci. 6 (1975), S. 443-451
- [KOU1993] Kousaka, Y. et al: Dispersion of aggregate particles by acceleration in air stream. KONA (1993)11, S. 199-206
- [KRA2001] Kralchevsky P.A., Denkov N.D.: Capillary forces and structuring in layers of colloid particles. Colloid & Interface Science 6 (2001). S. 383 - 401
- [KRU1967] Krupp, H.: Particle adhesion – Theory and experiment. Advan. J. Colloid Interf. Sci., (1967) 1, S. 111 - 239
- [KÜR1966] Kürten, H., Raasch, J., Rumpf, H.: Beschleunigung eines kugelförmigen Feststoff Teilchens im Strömungsfeld konstanter Geschwindigkeit, Chem.-Ing.-Tech. 38 (1966) 9, S. 941-948
- [LAN2009] Langer, D.: Konstruktionsmethodische Auslegung eines Trockendispergierers. Dissertation. TU Clausthal, 2009
- [LES1970] Leschonski, K.: Prallmahlung in einer Sichter mühle unter Nutzung des gegenseitigen Teilchenstoßes. Chemie-Ingenieur-Technik 42/5 (1970), S. 264 – 270
- [LES1975] Leschonski, K., Alex, W., Koglin, B.: On-line-Meßverfahren der Teilchengrößenanalyse. Chem.-Ing.-Tech. 47 (1975) 3, S. 97-100
- [LES1978] Leschonski, K.: Die Online-Messung von Partikelgrößenverteilungen in Gasen und Flüssigkeiten. Chem.-Ing.-Tech. 50 (1978) 3, S. 194-203
- [LES1995] Leschonski, K. et al.: Dry Mechanical Dispersion of Submicron Particles. PARTEC 6th Europ. Symp. Charact. Nürnberg 1995, Preprints S. 161-166
- [LIN1999] Linnenberg, J.: Kontinuierliche Probenentnahme und Analytik partikelgebundener und filtergängiger Schwermetallemissionen in gereinigten Rauchgasen technischer Feuerungen. Dissertation. TU Clausthal, 1999
- [LIN2005] Linsenbühler, M.: Herstellung und Charakterisierung funktioneller Composite-Partikel. Dissertation. Universität Erlangen-Nürnberg, 2005
- [LIP1988] Lippek, E., Espig, D., Fiala, G.: Mathematisches Sichtermodell für die Simulation von Mahlanlagen. Freiburger Forschungshefte A 774(1988), S. 37-46
- [LÖD1988] Lödding, H., Koch, W., Mölter, W., Munzinger, F.: Verdünnungssysteme für die Messung hochkonzentrierter Aerosole mit optischen Partikelzählern. Staub Reinhalt. Luft 48 (1988), S. 341 – 344
- [MAH1997] Mahrenholtz, J., Schmitz, J. R., Benz, M.: Online-Messung der Partikelgrößenverteilung in der pneumatischen Förderung hinter einer Spiralstrahlmühle. Chem.-Ing.-Techn. 69 (1997) 6, S. 809 – 812
- [MAN1989] Mandelbrot, B.: Die fraktale Geometrie der Natur. Basel Boston Berlin 1989: Birkhäuser Verlag
- [MAS1996] Masuda, H., Gotoh, K.: Dry dispersion of fine particles. Colloid Surface A 109 (1996), S. 29-37

- [MCM2009] McMurry, P. H.: Rapid Characterization of Agglomerate Aerosols by In Situ Mass-Mobility Measurements. *Langmuir* 25 (2009) 14, S. 8248–8254
- [MIE1908] Mie, G.: Beiträge zur Optik trüber Medien, speziell kolloidaler Metallösungen. *Annalen der Physik* 25 (1908) 3. S. 377 – 445
- [MOL1967] Molerus, O.: Stochastisches Modell der Gleichgewichtssichtung, *Chem.-Ing. –Techn.* 39(1967) Nr.13, S. 792-796
- [MOL1969] Molerus, O., Hoffmann, H.: Darstellung von Windsichttrennkurven durch ein stochastisches Modell, *Chem.-Ing.-Techn.* 41 (1969) Nr.5/6, S. 340-344
- [MÖL1999] Mölter, L. Hochaufgelöste Einzelpartikelgrößenbestimmung. *GIT* (1999) 4, S. 364 – 366
- [MÖL2003] Mölter, L., Schmidt, M.: GMP-gerechte Qualitätssicherung: Neuentwickeltes optisches Aerosolspektrometer für Online-Partikelanalyse. *Verfahrenstechnik* 37 (2003) 1/2, S. 42 – 43
- [MÖL2004a] Mölter, L., Kessler, P.: Partikelgrößen- und Partikelanzahlbestimmung in der Außenluft mit zählenden Messverfahren. *Gefahrstoffe Reinhaltung der Luft* 64 (2004) 7/8, S. 319 – 323
- [MÖL2004b] Mölter, L., Kessler, P.: Partikelgrößen- und Partikelanzahlbestimmung in der Außenluft mit einem neuen optischen Aerosolspektrometer. *Gefahrstoffe Reinhaltung der Luft* 64 (2004) 10, S. 439 – 447
- [MUS1970] Muschelknautz, E., Giersiepen, G., Rink, N.: Strömungsvorgänge bei der Zerkleinerung in Strahlmühlen. *Chem.-Ing.-Techn.* 421(1970) 1, S. 6- 15
- [MÜH1995] Mühlenweg, H.: Entwicklung eines Streulichtmeßverfahrens zur Partikelgrößenanalyse in Gasströmungen. Dissertation. TU Clausthal, 1995
- [MÜS2002] Müschenborn, P., Kruis, F.E., Fissan, H., Amend, R., Mühlenweg, H., Gutsch, A.: Entwicklung eines prozesstauglichen Verfahrens zur Mobilitätsanalyse. *Chem.-Ing.-Tech.* 74 (2002) 5, S. 546
- [NAG1976] Nagel, O., Kürten, H.: Untersuchungen zum Dispergieren im turbulenten Scherfeld. *Chem.-Ing.-Tech.* 48 (1976) 6, S. 513-519
- [NAR1965] Narjes, L.: Anwendung neuartiger Nulldrucksonden zur quasiisokinetischen Staubprobenahme in Dampfkraftanlagen. *Staub* 25 (1965) 4, S. 148 – 153
- [NAT2007] Nattier, J., Fast, G., Kuhn, D.: Orts- und zeitaufgelöste Untersuchung der Ausbreitung und Mischung eines Freistrahls zu Selbstzündungsexperimenten. *Wissenschaftliche Berichte FZKA 7280*, 2007. Internet: bibliothek.fzk.de/zb/berichte/FZKA7280.pdf (Stand: 25.05.2009)
- [NIE1982] Nied, R.: Die Fließbett-Gegenstrahlmühle. *Aufbereitungstechnik* 23(1982)5, S. 236-242
- [NIE1999] Niedballa, S.: Dispergieren von feinen Partikeln in Gasströmungen - Einfluß von Dispergierbeanspruchung und oberflächenmodifizierenden Zusätzen. Dissertation. TU Bergakademie Freiberg 1999
- [NIE2002] Nied, R.: Strömungsmechanik und Thermodynamik in der mechanischen Verfahrenstechnik. Bonstetten: Dr.-Ing. Roland Nied Unternehmensberatung 2002.
- [OER2006] Oertel, H. jr., Böhle, M., Dohrmann, U.: *Strömungsmechanik – Grundlagen, Grundgleichungen, Lösungsmethoden, Softwarebeispiele*, 4., überarbeitete und erweiterte Auflage. Wiesbaden: Vieweg Verlag 2006
- [OSW2005] Oswald, M., Rößler, A., Menzel, F., Deller, K.: *Praxisnahe Charakterisierung von Aerosil*. Degussa AG Hanau-Wolfgang, 2005
- [PAH1993] Pahl, M. H.: *Zerkleinerungstechnik*. Köln 1993: Verlag TÜV Rheinland GmbH

- [PAL2006] Palas Aerosoltechnologie – Partikel- und Lasermesstechnik; Bedienungsanleitung Aerosolspektrometer welas 1000; Palas GmbH, Karlsruhe 2006
- [PAL2009] Palas Aerosoltechnologie – Partikel- und Lasermesstechnik; Bedienungsanleitung der Verdünnungsstufe VKL 10; Palas GmbH, Karlsruhe 2009
- [PET1999] Peters, R.: Laser-Lichtstreuung als Werkzeug zur Sub- μm Teilchengrößenbestimmung. GIT (1999) 4, S.356 – 357
- [POL1991] Polke, R. et al.: Preparation technology for fine particle measurement. Part. Part. Syst. Charact. 8(1991), S. 1-7
- [PRE1983] Preszler, L., Lajos, T., Marschall, J.: Neue Absaugsonde und Regeleinheit zur Teilstromentnahme aus staubbeladenen Gasen. Staub Reinhalt. Luft 43 (1983) 8, S. 332 – 336
- [PYA2001] Pyatenko, A. et al.: Dispersion of fine agglomerates under microgravity. AIChE Journal. 47(2001)12, S. 2696-2704
- [RAA1962] Raasch, J.: Die Bewegung und Beanspruchung kugelförmiger und zylindrischer Teilchen in zähen Rohrströmungen. 1. Europäisches Symposium Zerkleinern 10.-13.04.1962. Frankfurt am Main.
- [RAJ1990a] Rajathurai, A. M. et al.: A shock and expansion wave-driven powder disperser. Aerosol Sci. Tech. 12(1990)3, S. 613-620
- [RAJ1990b] Rajathurai, A. M.: Untersuchung zur Dispergierung und Desagglomeration von submikronen Partikelensembeln. Dissertation. Universität Duisburg 1990
- [REN2001] Ren, J. et al.: Electrostatic dispersion of fine particles in the air. Powder Technology (2001) 120, S. 187-193
- [RHE1998] Rheims, J.: Partikelanalyse mittels differentieller Streulichtmessung unter hoher räumlicher und zeitlicher Auflösung. Dissertation. Universität Bremen, 1998
- [RÖT1982] Röthele, S.: Verfahren zur geschwindigkeitsgleichen Absaugung mit Differenzdrucksonden. Staub Reinhalt. Luft 42 (1982) 1, S. 6 – 10
- [RÖT1999] Röthele, S., Puckhaber, M.: Inline- und Online-Partikelgrößenanalyse. LaborPraxis (1999), S. 88-93
- [RUD1991] Rudolph, A., Peters, Ch.: Partikelgrößenermittlung in Aerosolen. Cem. Tech. 43 (1991) 5, S. 182-187
- [RUM1959] Rumpf, H.: Beanspruchungstheorie der Prallzerkleinerung. Chemie-Ingenieur-Technik, 5 (1959), S. 323 – 337
- [RUM1962] Rumpf, H., Raasch, J.: Desagglomeration in Strömungen. 1. Europäisches Symposium Zerkleinern 10.-13.04.1962. Frankfurt am Main.
- [RUM1965] Rumpf, H.: Die Einzelkornzerkleinerung als Grundlage einer technischen Zerkleinerungswissenschaft. Chem.-Ing.-Techn.37 (1967), S. 187-202
- [RUM1967] Rumpf, H., Leschonski K.: Prinzipien und neue Verfahren der Windsichtung, Chem.-Ing.-Techn.39(1967), 1231-1241
- [RUM1970] Rumpf, H.: Zur Theorie der Zugfestigkeit von Agglomeraten bei Kraftübertragung an Kontaktpunkten. Chem.-Ing.-Techn. 42 (1970) 8, S. 538-540
- [RUM1974] Rumpf, H., Sommer, K., Stieß, M: Berechnung von Trennkurven für Gleichgewichtssichter, Verfahrenstechnik 8(1974) Nr. 9, 261-263
- [RÜP1968] Rüping, G.: Die Bedeutung der geschwindigkeitsgleichen Absaugung bei der Staubstrommessung mittels Entnahmesonden. Staub Reinhalt. Luft 28 (1968) 4, S. 137 – 144

- [SAG2001] Sager, C., Schmidt, F., Schmidt, K. G.: Untersuchungen zur Partikeldeposition in Probenahmeleitungen aufgrund verschiedener Transportmechanismen. *Gefahrstoffe* 61 (2001) 5, S. 207-211
- [SAC1991] Sachweh, B. A.: Erweiterung des Meßbereiches eines optischen Partikelzählers durch moderne, digitale Signalverarbeitungstechniken. Dissertation. Universität Kaiserslautern, 1991
- [SAC1996] Sachweh, B. A.: Messen, Konditionieren und Abscheiden feinsten Aerosolpartikel. Habilitationsschrift. Universität Kaiserslautern, 1996
- [SAS1973] Sastry, Kalanadh V.S. et al.: Mechanisms of agglomerate growth in green pelletization. *Powder Technology*.7 (1973) 2, S. 97-105
- [SCH1977] Schubert, H. et al.: *Mechanische Verfahrenstechnik*, 2., überarbeitete Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1977, S. 82-85, S.136-140
- [SCH1990] Schmidt-Ott, A. et al.: Scaling Behavior of Physical Parameters Describing Agglomerates. *J. Aerosol Sci.* 21 (1990) 6, S. 711-717
- [SCH1995] Schmidt, E.: Charakterisierung der dispersen Phase unterschiedlicher Gas/Partikel-Strömungen mittels eines Streulichtanalysators und eines Kaskadenimpaktors. *Chem.-Ing.-Techn.* 67 (1995) 5, S. 602-605
- [SCH1996] Schönert, K. et al.: Charge distribution and state of agglomeration after tribocharging fine particulate materials. *Powder Tech.* 86(1996), S. 41-47
- [SCH1997] Schöttmer, D.: Untersuchung des Ladungszustandes von Feststoffaerosolen. Dissertation. Universität Dortmund, 1997
- [SEM1998] Semleit, D.: Konzeption und Realisierung eines in-situ- und on-line-Meßverfahrens zur Partikeldetektion auf transparenten Oberflächen. Dissertation. Gerhard-Mercator-Universität - Gesamthochschule Duisburg, 1998
- [SEN1977] Senden, M. M. G., Tels, M: Trennschärfe und mittlere Teilchenverweilzeit im Gleichgewichtssichter. *Chem.-Ing.-Techn* (1977), S. 530
- [SEN1979] Senden, M. M. G.: Stochastic models for individual particle behavior in straight and zig zag air classifier, Ph. D. Thesis, Eindhoven University of Technology, 1979
- [SHI2009] Shin, W. et al., *J. Nanoparticle Res.* 2009,11,163
- [SPI2001] Spittler, M.: Untersuchungen zur troposphärischen Oxidation von Limonen: Produktgestaltung, Aerosolbildung und Photolyse von Produkten. Dissertation. Bergische Universität- Gesamthochschule Wuppertal, 2001
- [STE2010] Stenger, F.: Charakterisierung der Partikelstrukturbildung in einem gasdynamisch initiierten Prozess. *Chem.-Ing.-Tech.* 82 (2010) 9, S. 1465
- [STI2005] Stintz, M.: Technologie-relevante Charakterisierung von Partikeln und Partikelssystemen. Habilitation. TU Dresden. 2005
- [STO1993] Stoyan, D.: *Stochastik für Ingenieure und Naturwissenschaftler. Eine Einführung in die Wahrscheinlichkeitstheorie und die Mathematische Statistik.* Akademie Verlag GmbH, Berlin 1993.
- [TAS1999] Tasirin, S. M., Geldart, D.: Experimental investigation on fluidized bed jet grinding. *Powder Technology* 105 (1999) 337-341
- [UHL2000] Uhlemann, H., Möhrl, L.: *Wirbelschicht-Sprühgranulation.* Heidelberg: Springer Verlag 2000.
- [UNG2004] Unger, L. et al.: Unipolar field charging of particles by electrical discharge: effect of particle shape. *Journal of Aerosol Science* (2004) 35, S. 965 - 979
- [VDI1993a] VDI-Richtlinie 2066 Blatt 2: Manuelle Staubmessung in strömenden Gasen. Gravimetrische Bestimmung der Staubbiladung - Filterkopfgeräte, 1993

- [VDI1993b] VDI-Richtlinie 2066 Blatt 5: Staubmessung in strömenden Gasen-Fraktionierende Staubmessung nach dem Impaktionsverfahren-Kaskadenimpaktor, 1994
- [VDI1997] VDI-Richtlinie 3489 Blatt 3: Messen von Partikeln – Methoden zur Charakterisierung und Überwachung von Prüfaerosolen – Optischer Partikelzähler, 1997
- [VDI2006] VDI-Richtlinie 2066 Blatt 1: Staubmessung in strömenden Gasen. Gravimetrische Bestimmung der Staubbeladung, 2006
- [VET2004] Vetter, T.: Berechnung der Mie-Streufunktionen zur Kalibrierung optischer Partikelzähler. Diplomarbeit. Johannes Gutenberg-Universität Mainz, 2004
- [WEN2010] Weng, M.: Technical Note. Ingenieure Dr. Weng und Partner. aixprocess PartG. Aachen. 2010
- [WIE1986] Wiedensohler, A., Lütkeemeier, E., Feldpausch M., Helsper, C.: Investigation of the bipolar charge distribution at various gas conditions. J. Aerosol Sci. 17 (1986), S. 413-416
- [YAM1987] Yamada, Y et al.: Effects of particle dispersion and circulation system on classification performance. Powder Technol. 50(1987), S. 275-280
- [ZAH1976] Zahradnicek, A.: Untersuchung zur Dispergierung von Quarz- und Kalksteinfraktionen im Korngrößenbereich 0,5 - 10 µm. Dissertation Universität Karlsruhe, Universität Karlsruhe, 1976
- [ZAH1977] Zahradnicek, A., Löffler, F.: Desagglomeration von feinkörnigen Feststoffen in Gasströmungen. Verfahrenstechnik 11 (1977) 4, S. 229-232
- [ZEN1971] Zenker, P.: Untersuchungen zur Frage nicht geschwindigkeitsgleicher Teilstromentnahme bei der Staubgehaltsbestimmung in strömenden Gasen. Staub Reinhalt. Luft 31 (1971) 6, S. 252 – 256

8.3 Abbildungen

Abbildung 1:Agglomeratfestigkeit nach Rumpf mit der VdW-Kraft [RUM1970]	9
Abbildung 2:REM-Aufnahme eines Nanopartikelagglomerates hoher Porosität am Beispiel pyrogener Kieselsäure vom Typ Aerosil®200 der Fa. Evonik [ICA2010]	9
Abbildung 3:Einteilung disperser Systeme	11
Abbildung 4:Prinzipskizze Bürstendispergier.....	17
Abbildung 5:Modell Fließbettgegenstrahlmühle 100 AFG	20
Abbildung 6:Zerkleinerungsgrad in Abhängigkeit von der Strahlgeschwindigkeit für unterschiedliche Düsenentfernungen (SD) [TAS1999].....	23
Abbildung 7:Mittlere freie Weglänge und Bremsweg in Abhängigkeit vom Teilchendurchmesser nach Rumpf [RUM1959] aus [NIE2002].....	24
Abbildung 8:Prinzipskizze Turbulenter Freistrahle	24
Abbildung 9:Relativer Staubgehalt φ des Gases in der Sonde in Abhängigkeit von Absauggeschwindigkeit v_{Ab} , Hauptstromgeschwindigkeit v_{HS} , Partikelgröße x und Sondendurchmesser d_{So} [BOH1967], [BOH1973]	33
Abbildung 10:Übersicht Partikelgrößenmessmethoden [BER1998]	35
Abbildung 11:Schematische Darstellung des SMPS+C der Fa. Grimm [GRI2008].....	36
Abbildung 12:Prinzip der Streuung des einfallenden Lichtes [MÖL2004b].....	39
Abbildung 13:Relative Streulicht-intensität für monochromatisches Licht (z.B. Laserlicht) [VDI1997] (mittlerer Streuwinkel $\theta_0 = 45^\circ$, Empfängerapertur $\nu = 14^\circ$, $\lambda = 0,436 \mu\text{m}$, $n = \text{Brechungsindex}$)	40
Abbildung 14:Relative Streulicht-intensität für Weißlicht und 90° -Streuung [VDI1997] (mittlerer Streuwinkel $\theta_0 = 90^\circ$, Empfängerapertur $\nu = 24^\circ$)	40
Abbildung 15:a) opt. Messvolumenabgrenzung, b) aerodyn. Fokussierung des Aerosolstromes.....	41
Abbildung 16:Auswirkung des Koinzidenzfehlers auf die Partikelgrößenverteilung [PAL2006].....	42
Abbildung 17:Summenverteilung verschiedener monodisperser Aerosole [MÜH1995]	43
Abbildung 18:Prinzipskizze T-Blendensystem Weißlichtpartikelzähler welas1100 der Fa. Palas [PAL2006].....	44
Abbildung 19:Agglomeratdarstellung (REM) der verwendeten Modellsubstanzen.....	45
Abbildung 20:Anlagenschema	47
Abbildung 21:Verlauf der Prozessluftfeuchte über der Prozesszeit in % rel. L.F.	48
Abbildung 22:Prinzipskizze Dosiersystem	48
Abbildung 23:Kalibrierkurve des Schneckendosierers S210 der Fa. K-Tron Soder	50
Abbildung 24:Prinzipskizze Ejektor Fa. Sympatec	51
Abbildung 25:Reinluftdosierung mit der Strahlpumpe bei verschiedenen Spalteinstellungen	52
Abbildung 26:Ergebnisse der Massenstromkalibration in der Strahlpumpe für $k_{Sp} = 6$	53

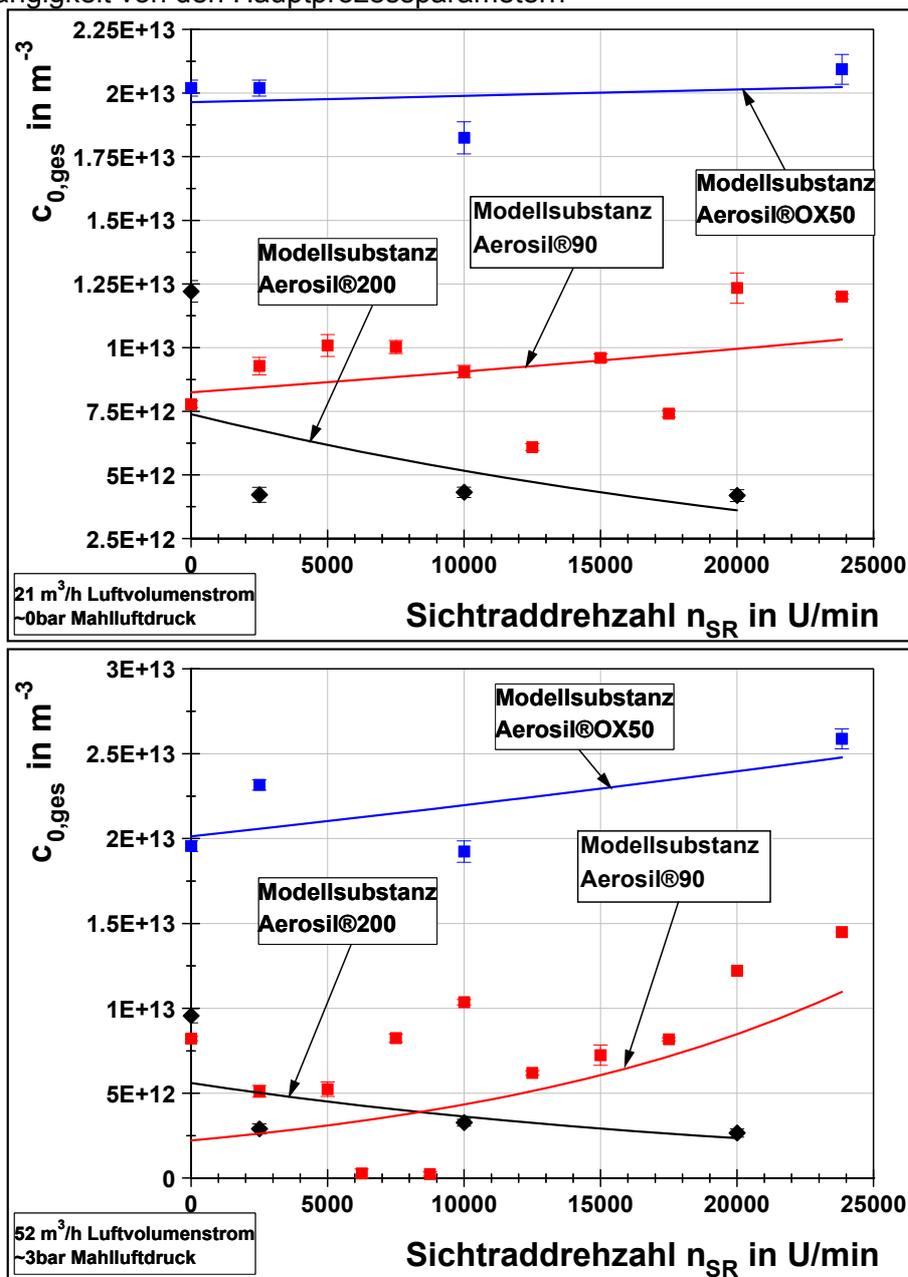
Abbildung 27:Räumliche Skizze der Fließbettgegenstrahlmühle 100 AFG nach Umbau - Ansicht von vorn	53
Abbildung 28:horizontale Strömungsverhältnisse a) ohne und b) mit Drallkreuz	55
Abbildung 29:Verdünnungsstufe VKL10 der Fa. Palas	56
Abbildung 30:Unterdruck in Messstrecke über der Versuchszeit für verschiedene Mahlluftdrücke und Sichtraddrehzahlen	57
Abbildung 31:Prinzipskizze der im Rahmen des Projekts realisierten Messstrecke.....	58
Abbildung 32:Beispiel für Messergebnis Anzahlkonzentration a) für die beiden Messgeräte einzeln und b) für die Kombinationsrechnung	60
Abbildung 33:Beispiel für Partikelgrößenverteilung analog zu Ergebnissen aus Abbildung 32 a) für Mengenart Anzahl und b) für Mengenart Volumen (oder Masse)	61
Abbildung 34:Partikelgrößenverteilung Aufgabefraktion Referenzmaterial Kalkstein.....	62
Abbildung 35:Beispielmessung Partikelgrößenverteilung a) Q_0 und b) Q_3 mit WIDE- RANGE-System mit Referenzmaterial Kalkstein bei Klassierung mit Siebter ATP50 bei max. Sichtraddrehzahl (Feingut aus Prozessraum).....	63
Abbildung 36:Beispielmessung Partikelanzahlkonzentration mit WIDE-RANGE-System mit Referenzmaterial Kalkstein bei Klassierung mit Siebter ATP50 bei max. Sichtraddrehzahl (Feingut aus Prozessraum)	64
Abbildung 37:Summe Leistungseintrag durch a) Siebtermühle und Verdünnungssystem (Anlage insgesamt) sowie b) Verdünnungssystem bei 0, 2, 3 und 6 bar Mahlluftdüsenvordruck und verschiedenen Sichtraddrehzahlen	68
Abbildung 38:Einfluss der Sichtraddrehzahl auf die Dispersität der Produktaerosole bei verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®200.....	71
Abbildung 39:Einfluss Prozessluftdurchsatz $[f(\text{Düsenvordruck } p_0)]$ und Sichtraddrehzahl n_{SR} auf PGV des Produktaerosols für Aerosil®200	72
Abbildung 40:Einfluss Prozessluftdurchsatz $[f(\text{Düsenvordruck } p_0)]$ und Sichtraddrehzahl n_{SR} auf PGV des Produktaerosols für Aerosil®200	73
Abbildung 41:Volumenanteile in 4 definierten Größenbereichen in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und des Luftdurchsatzes für Aerosil®200.....	74
Abbildung 42:Desagglomerationsgrad D_1 in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®200.....	74
Abbildung 43:Einfluss der Sichtraddrehzahl auf die Dispersität der Produktaerosole bei verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®90.....	76
Abbildung 44:Desagglomerationsgrad D_1 in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®90.....	77
Abbildung 45:Volumenanteile in 4 definierten Größenbereichen in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und des Luftdurchsatzes für Aerosil®90.....	77

Abbildung 46:Entwicklung der Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ a) um 7500 U/min bei 3 bar und b) 2 bar Mahlluftdruck bei ausgewählten Sichtradrotationen.....	80
Abbildung 47:Vergleich Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ in Abhängigkeit vom Luftdurchsatz [=f(Mahlluftdruck)] für a) deaktivierte und b) 2500 U/min Sichtradrotation.	81
Abbildung 48:Vergleich Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ in Abhängigkeit vom Luftdurchsatz [=f(Mahlluftdruck)] für a) 7500 U/min und b) 10000 U/min Sichtradrotation.	82
Abbildung 49:Vergleich Partikelgrößenverteilung $Q_3(x)$ in Abhängigkeit vom Luftdurchsatz [=f(Mahlluftdruck)] für a) 17500 U/min und b) maximale Sichtradrotation.	83
Abbildung 50:Einfluss der Sichtraddrehzahl auf die Dispersität der Produktaerosole bei verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®OX50.....	84
Abbildung 51:Volumenanteile in 4 definierten Größenbereichen in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und des Luftdurchsatzes für Aerosil®OX50	85
Abbildung 52:Desagglomerationsgrad D_1 in Abhängigkeit der Sichtraddrehzahl und verschiedenen Luftdurchsätzen für Aerosil®OX50.....	85
Abbildung 53: $D1^* = 1/D_1$ (Wert entspricht der oberen Partikelgröße in μm bei $Q_3 = 95\%$ der Partikelgrößenvolumenverteilung) in Anhängigkeit der Sichtradrotation und Modellschubstanz im Betrieb a) als Sieb ATP50 und b) als Strahlmühle AFG100 mit einem Mahlluftdruck von 3 bar	87
Abbildung 54:Volumenspezifische Oberfläche in Anhängigkeit der Sichtradrotation und Modellschubstanz bei Betrieb a) als Sieb ATP50 und b) als Strahlmühle AFG100 mit einem Mahlluftdruck von 3 bar.....	89
Abbildung 55:Mahlräumdruck p_{MR} und erster Moment der Partikelgrößenvolumenverteilung $M_{1,3}$ (mittlere Partikelgröße) über der Zeit für Versuch mit Aerosil90 bei 21 m^3/h Luftdurchsatz und 2500 U/min Sichtradrotation bei einer Teilstromentnahme nach einem Meter Transportleitung.....	92
Abbildung 56:Einfluss Transportleitungslänge auf die Dispersität für das jeweils feinste Produktaerosol der drei Modellschubstanzen für 1 und 7 Meter Transportleitung.....	94
Abbildung 57:Schema der Prozesskette zur Herstellung stabiler Aerosole mittels trockener Dispergierung sowie Stabilisierung und Ladungsmessung	96
Abbildung 58:Modellvorstellung Abweiserad	97
Abbildung 59:a) Modellrechnungen, Beispiel ATP 50 Kalkstein; Luftvolumenstrom 1,6 m^3/min und b) Vergleich Modell und Versuch, Beispiel ATP 50 Kalkstein < 100 μm ; Luftvolumenstrom 1,6 m^3/min [FÜC2010a]	101
Abbildung 60: $Re(x)$ und x_T , Beispiel ATP 50 Kalkstein < 100 μm ; Luftvolumenstrom 1,6 m^3/min [FÜC2010a]	102
Abbildung 61:Trennpartikelgröße x_T nach Modell Formel 69 auf eine Abhängigkeit der Partikelporosität erweitert für das Beispiel der Siebung von Aerosil® mit dem Sieb ATP50 bei minimalem Luftdurchsatz.....	103

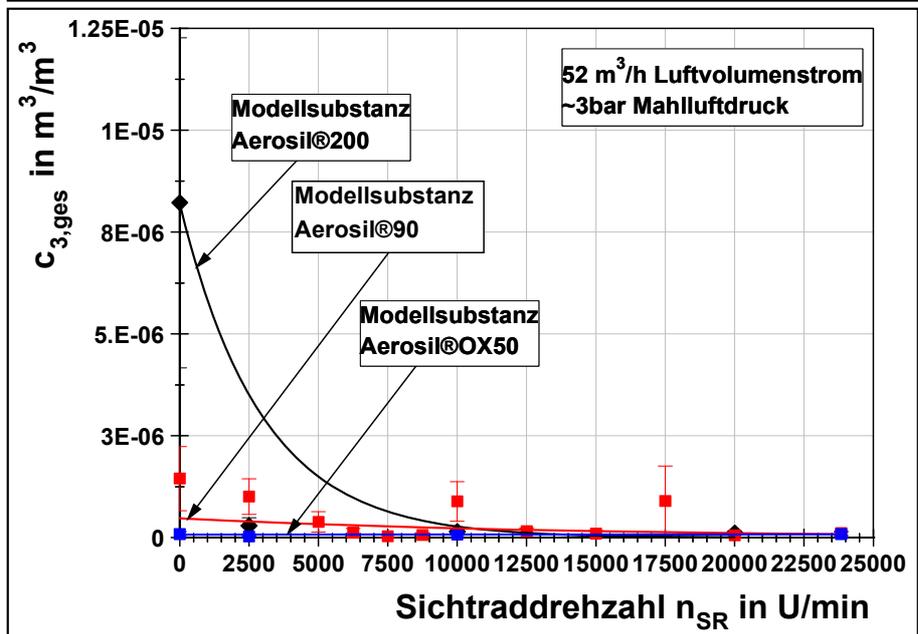
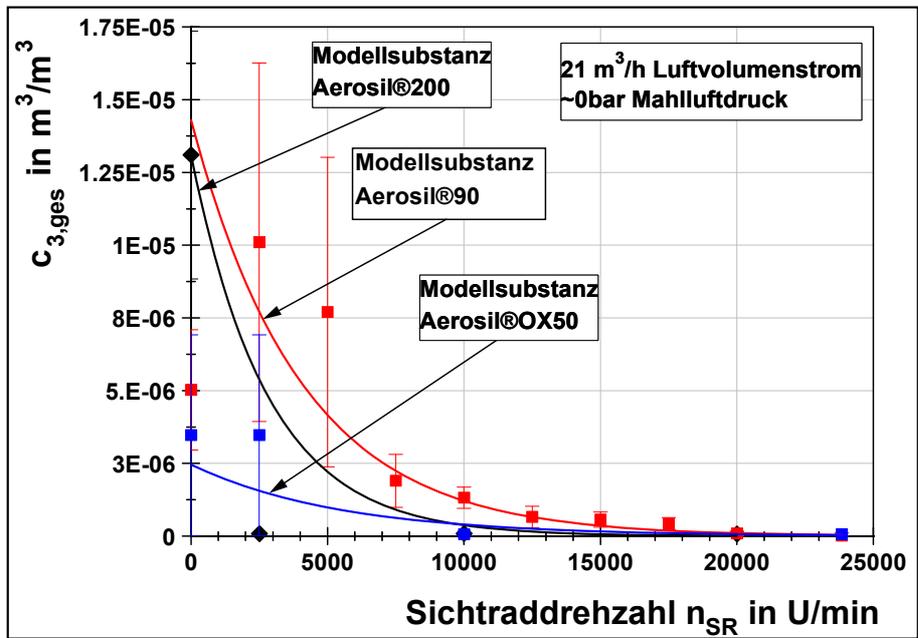
Abbildung 62: Trennpartikelgröße x_T nach Modell Formel 69 auf eine Abhängigkeit der Partikelporosität erweitert für das Beispiel der Sichtung von Aerosil® mit dem Siebter ATP50 bei einem theoretischen Luftdurchsatz von $15 \text{ m}^3/\text{h}$	104
Abbildung 63: Trennpartikelgröße x_T nach Modell Formel 69 auf eine Abhängigkeit der Partikelporosität erweitert für das Beispiel der Sichtung von Aerosil® mit dem Siebter ATP50 bei einem theoretischen Luftdurchsatz von $10 \text{ m}^3/\text{h}$	104
Abbildung 64: Trennpartikelgröße nach Modell Formel 69 auf eine Abhängigkeit der Partikelporosität erweitert für das Beispiel der Sichtung von Aerosil® mit dem Siebter ATP50 bei einem theoretischen Luftdurchsatz von $1 \text{ m}^3/\text{h}$	105
Abbildung 65: Massespezifische Bindungsenergie in Abhängigkeit einer bestimmten Agglomeratporosität gegenüber einer desagglomerierend wirkenden Beanspruchungsenergie $E_{m,D}$ infolge der Siebtradrotation	108

9 Anhang

9.1 Vergleich Partikelgrößenverteilungskennwerte zwischen den Modellsubstanzen in Abhängigkeit von den Hauptprozessparametern

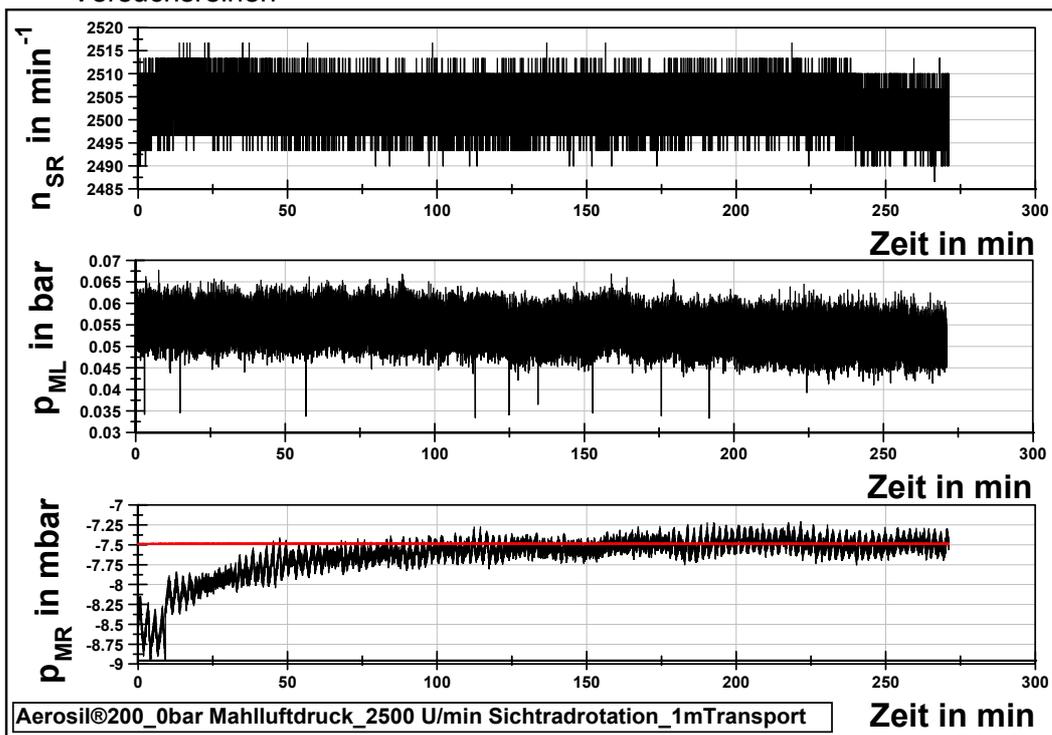


Anhang 1: Partikelanzahlkonzentration in Abhängigkeit der Siebtradrrotation und Modellsubstanz bei Betrieb a) als Sichter ATP50 und b) als Strahlmühle AFG100 mit einem Mahlluftdruck von 3 bar

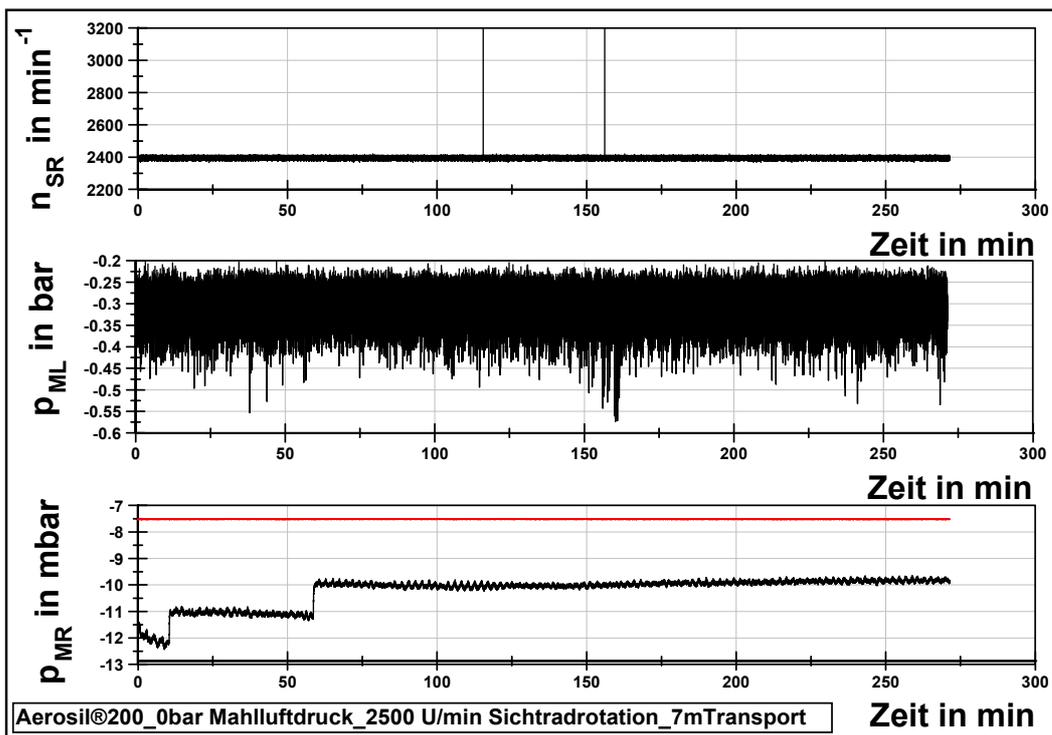


Anhang 2: Partikelvolumenkonzentration in Abhängigkeit der Sichtradrotation und Modellsubstanz bei Betrieb a) als Sichter ATP50 und b) als Strahlmühle AFG100 mit einem Mahlluftdruck von 3 bar

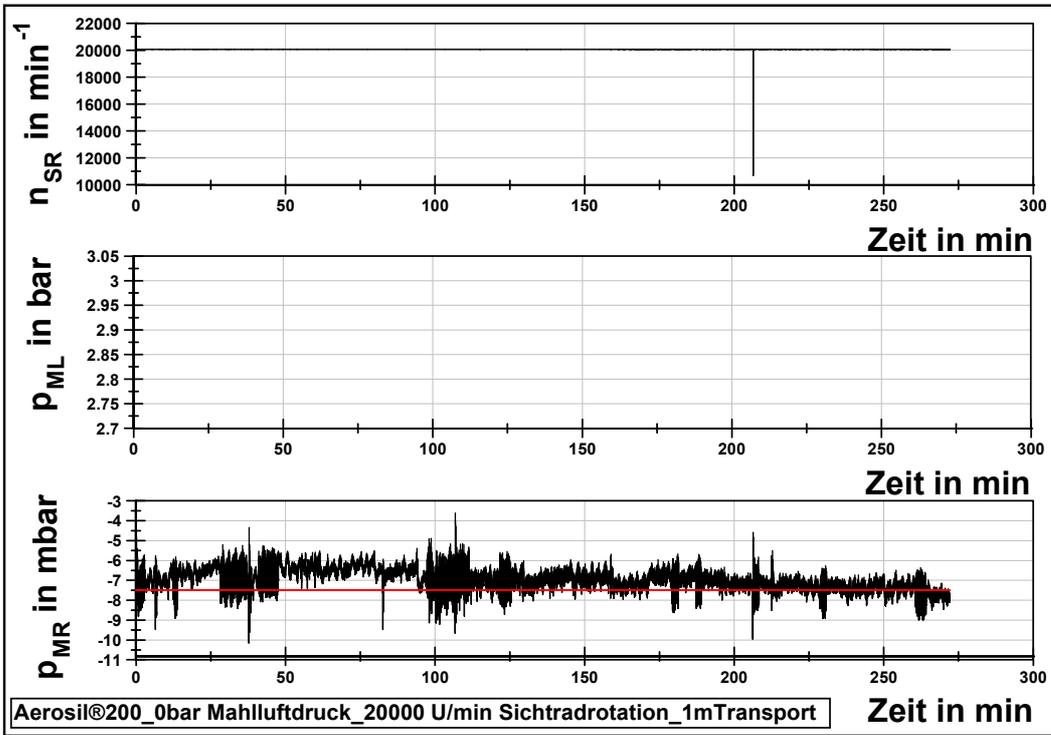
9.2 Hauptprozessparameter und Mahlraumdruck über der Zeit für ausgewählte Versuchsreihen



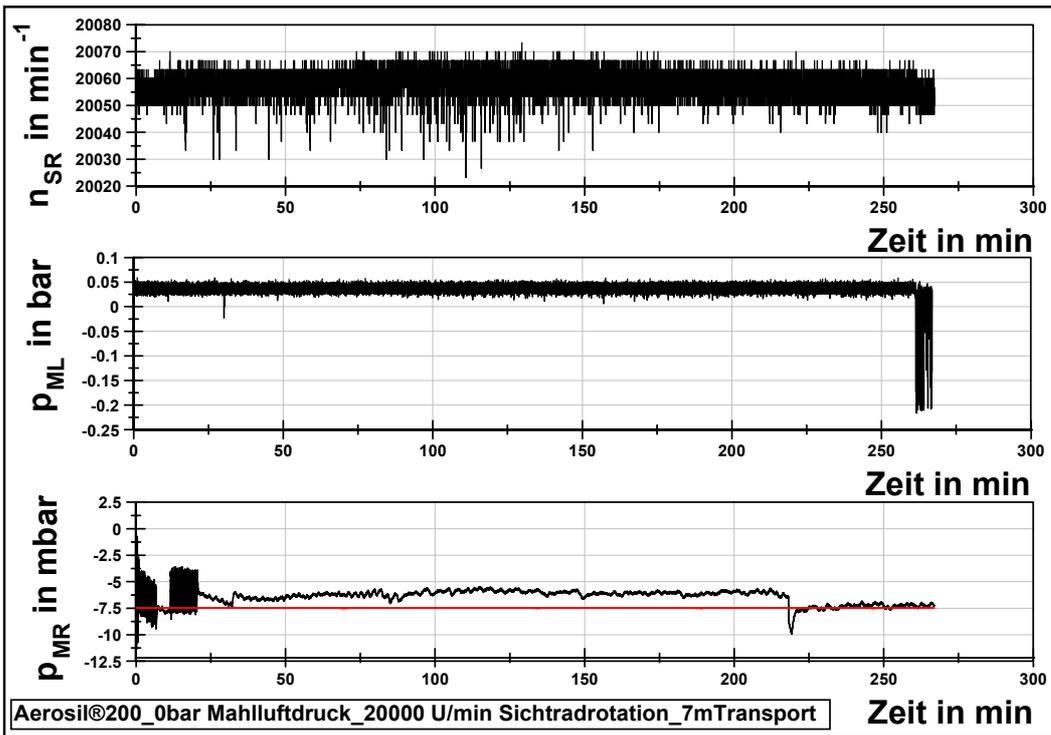
Anhang 3



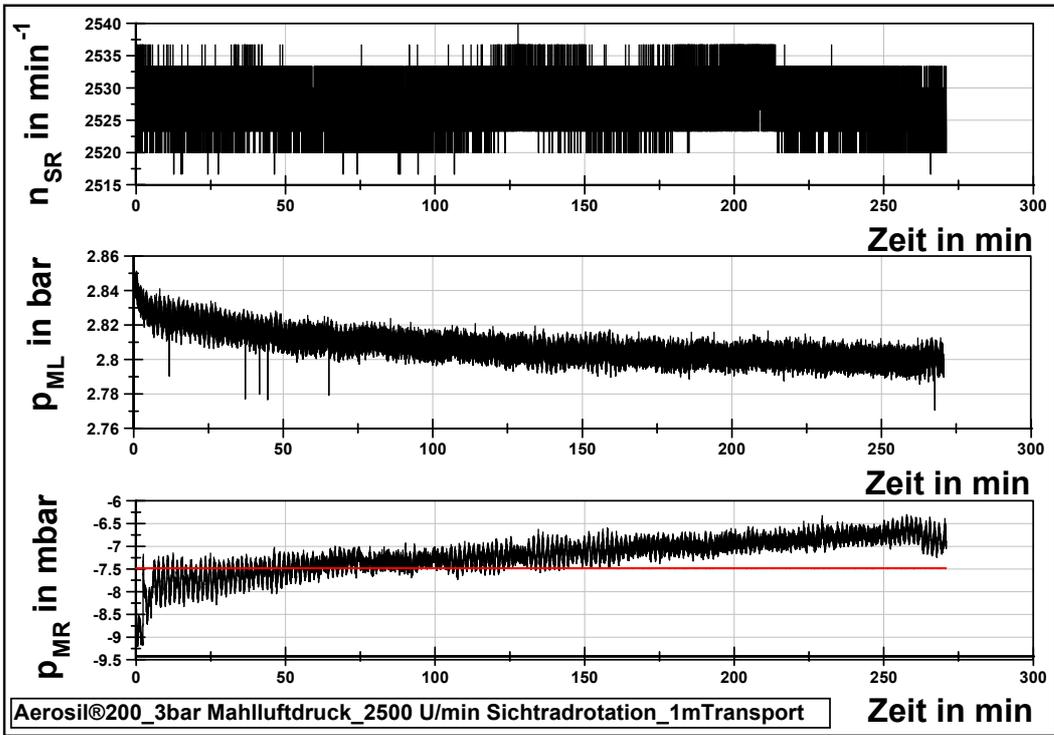
Anhang 4



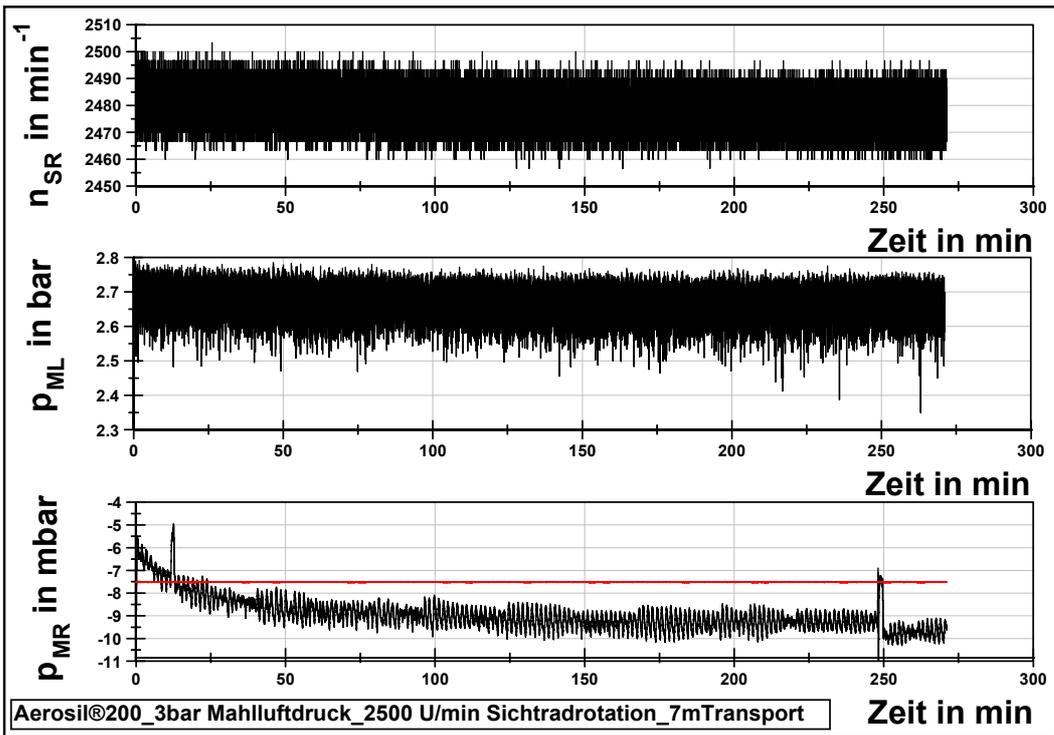
Anhang 5



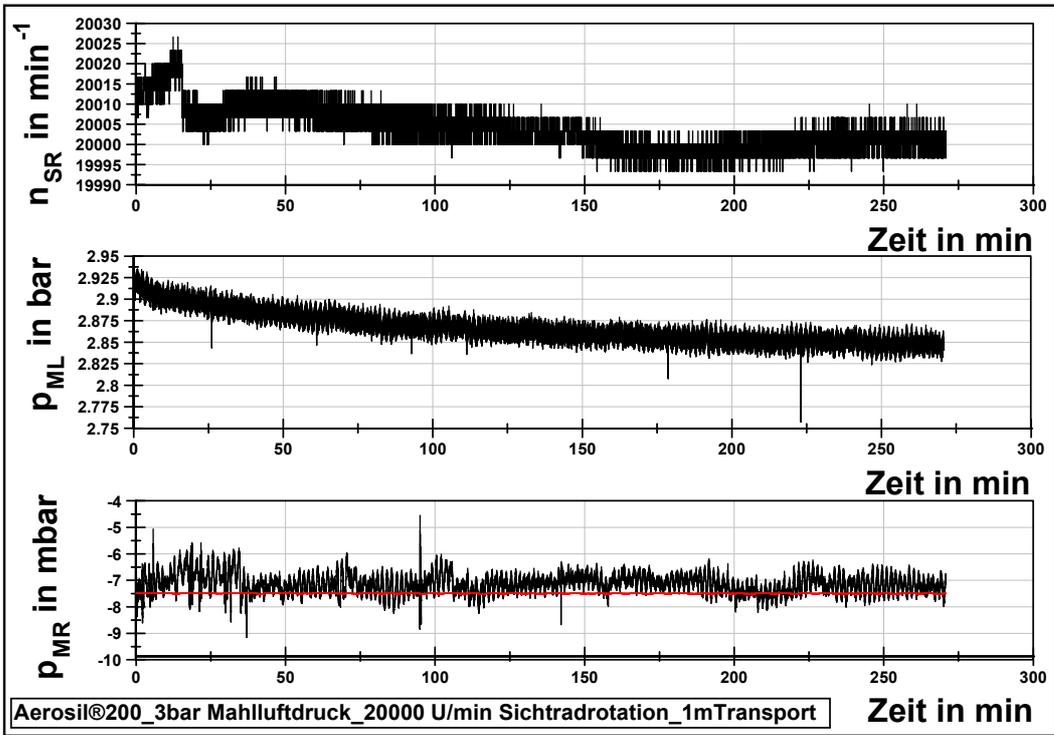
Anhang 6



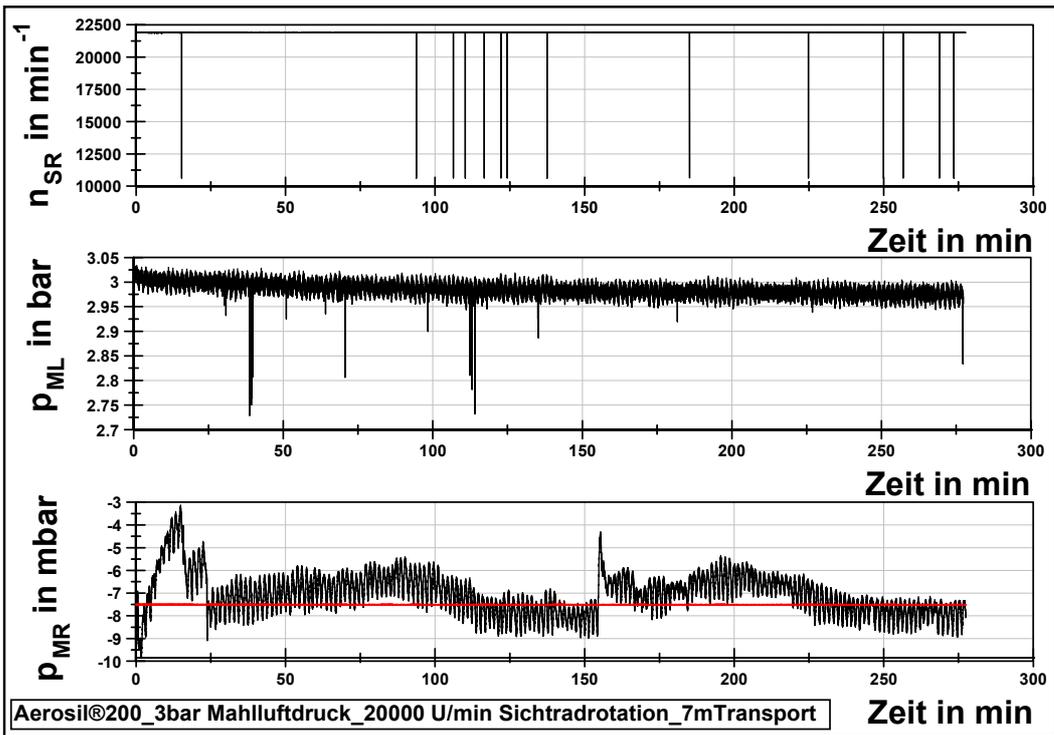
Anhang 7



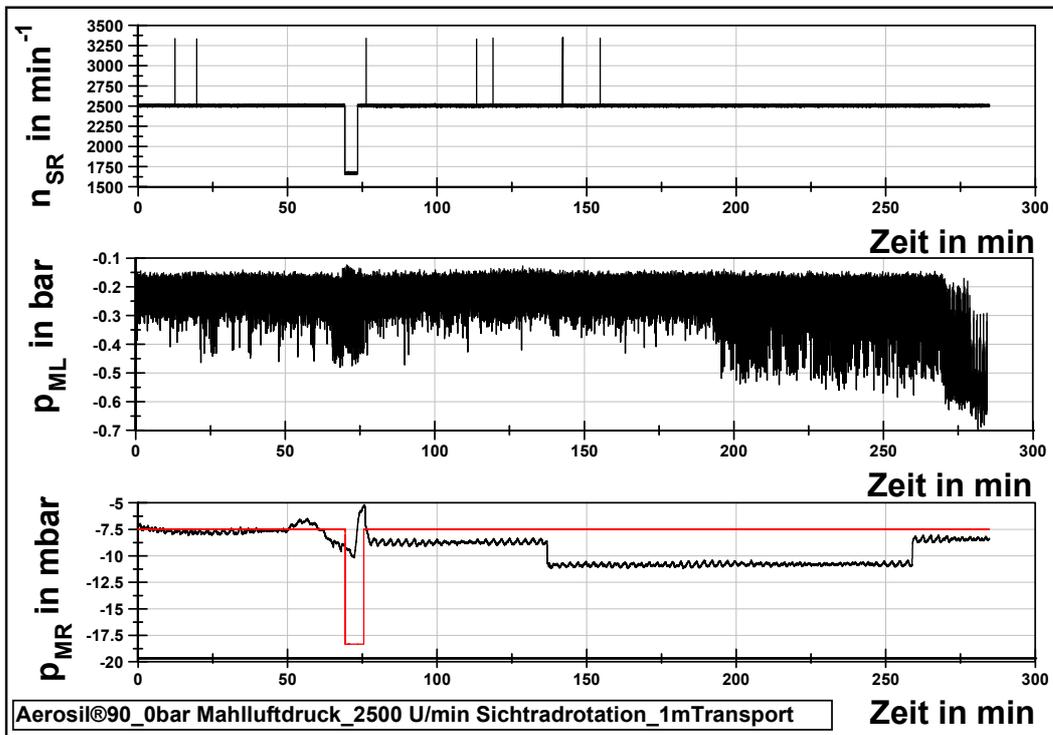
Anhang 8



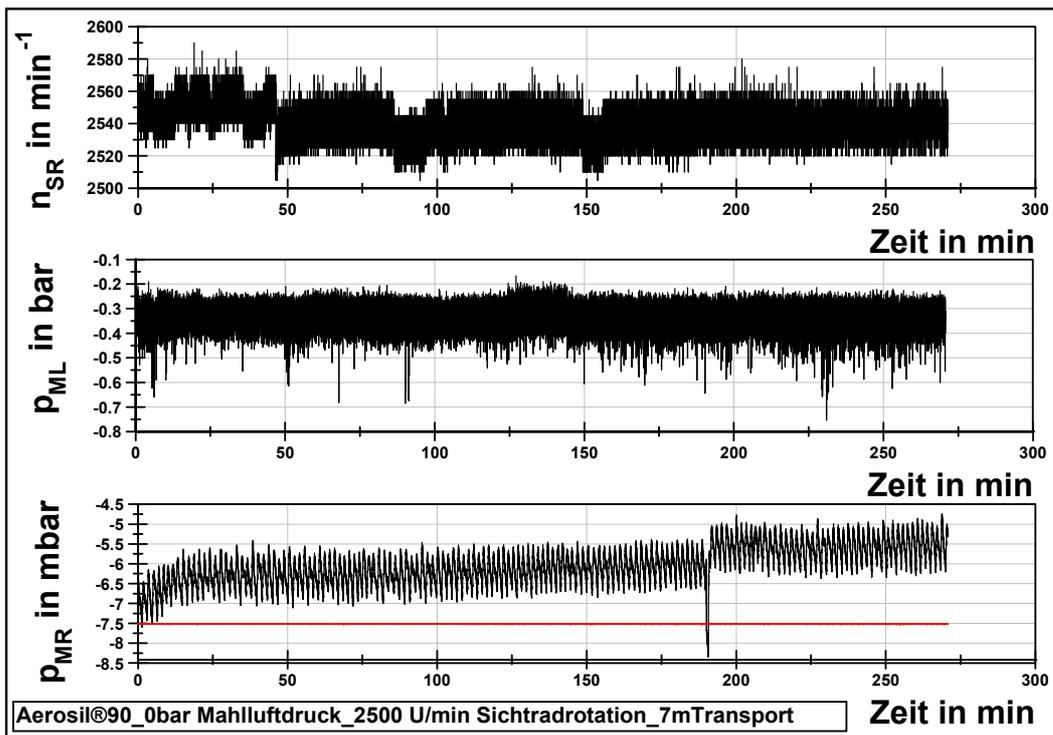
Anhang 9



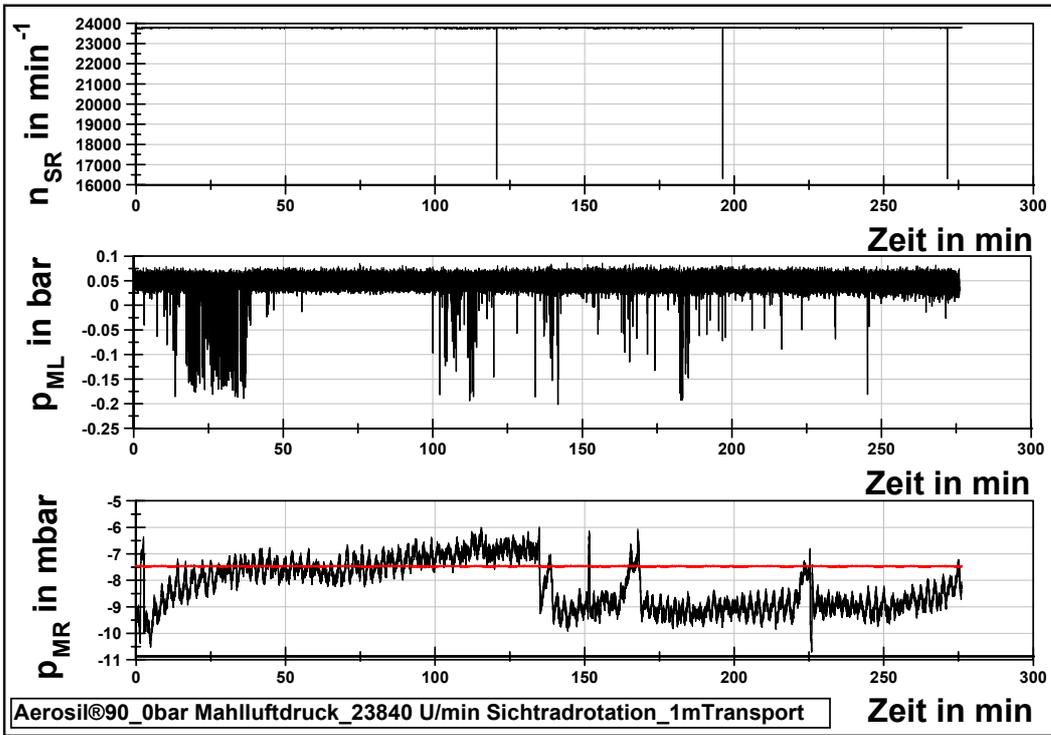
Anhang 10



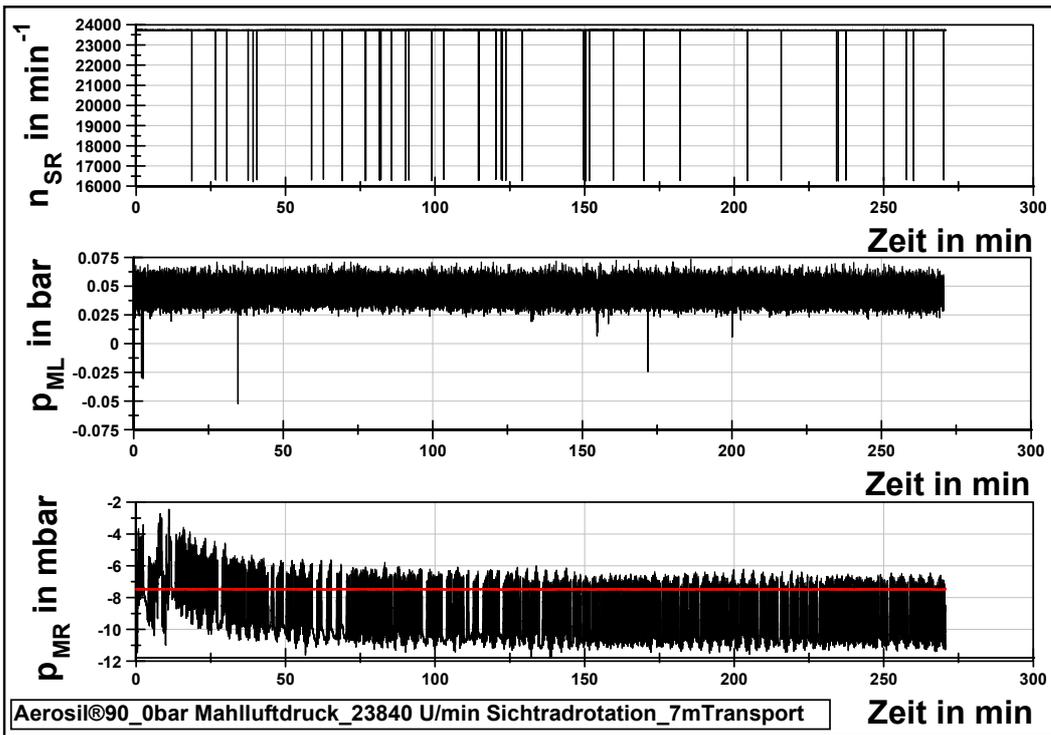
Anhang 11



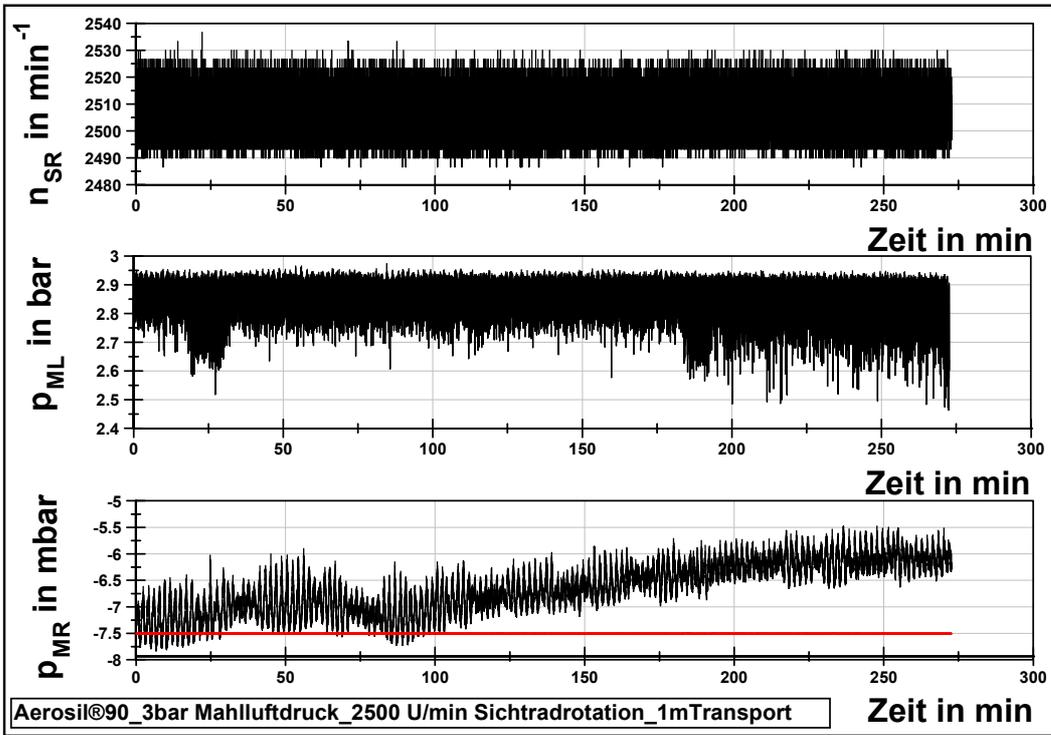
Anhang 12



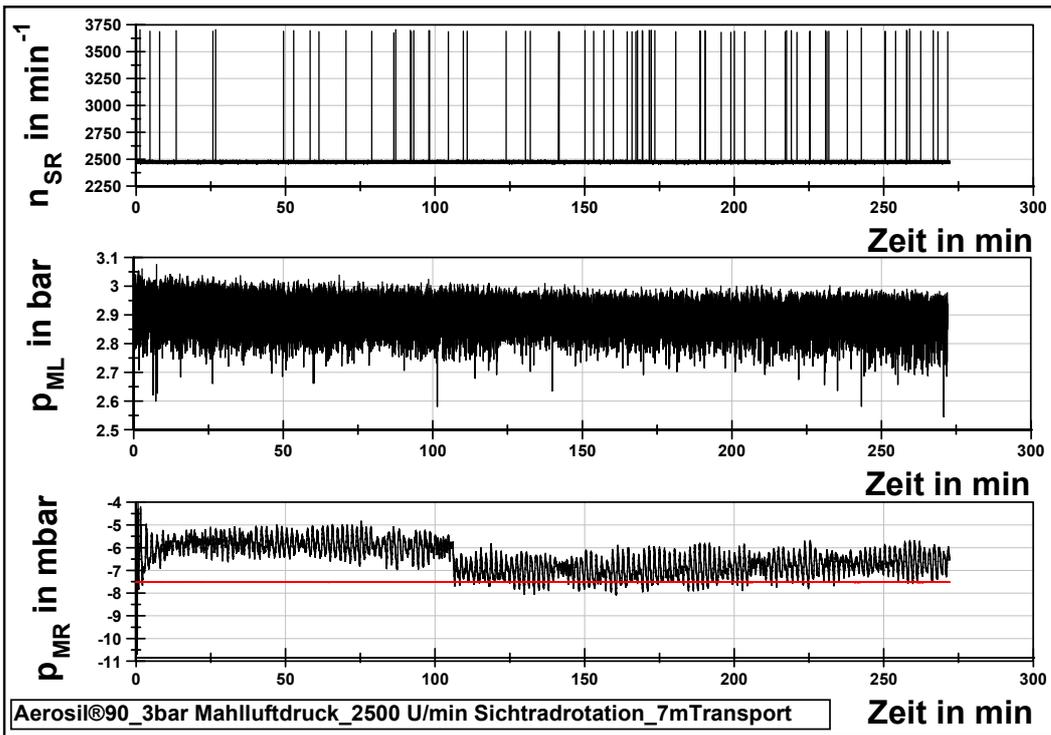
Anhang 13



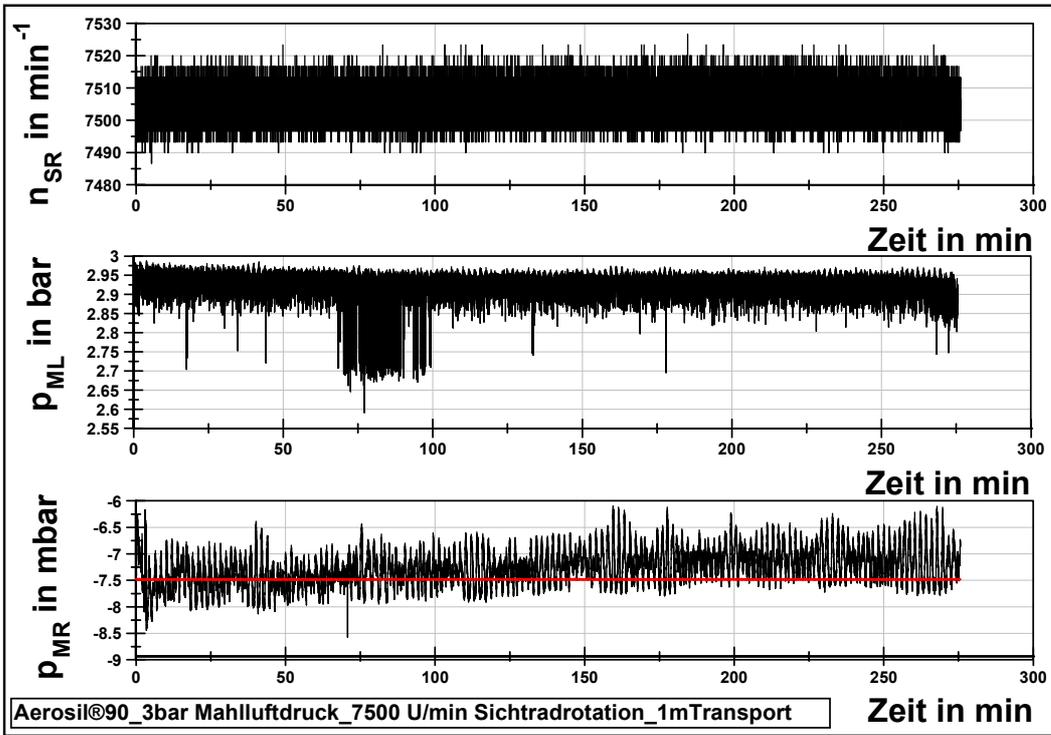
Anhang 14



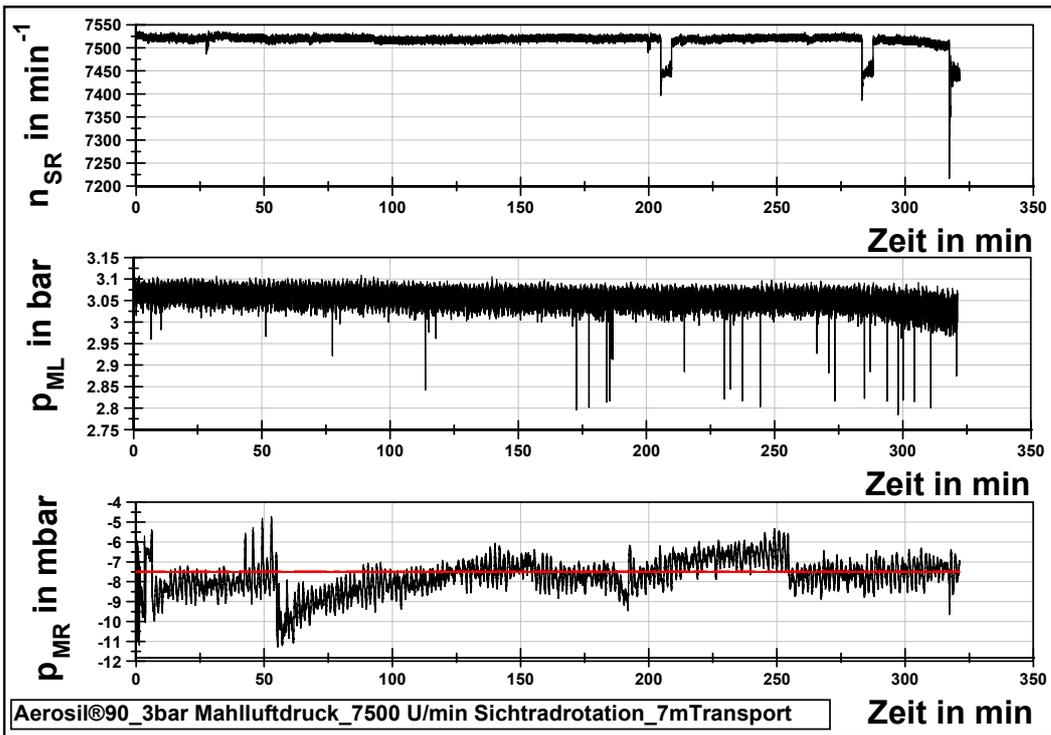
Anhang 15



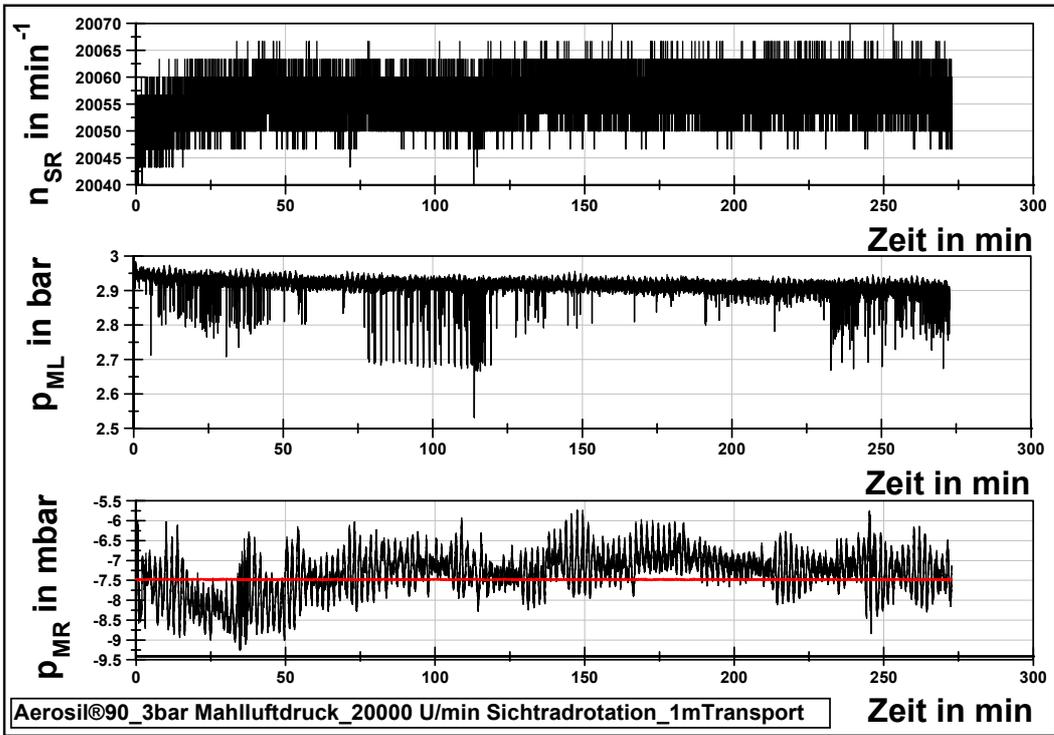
Anhang 16



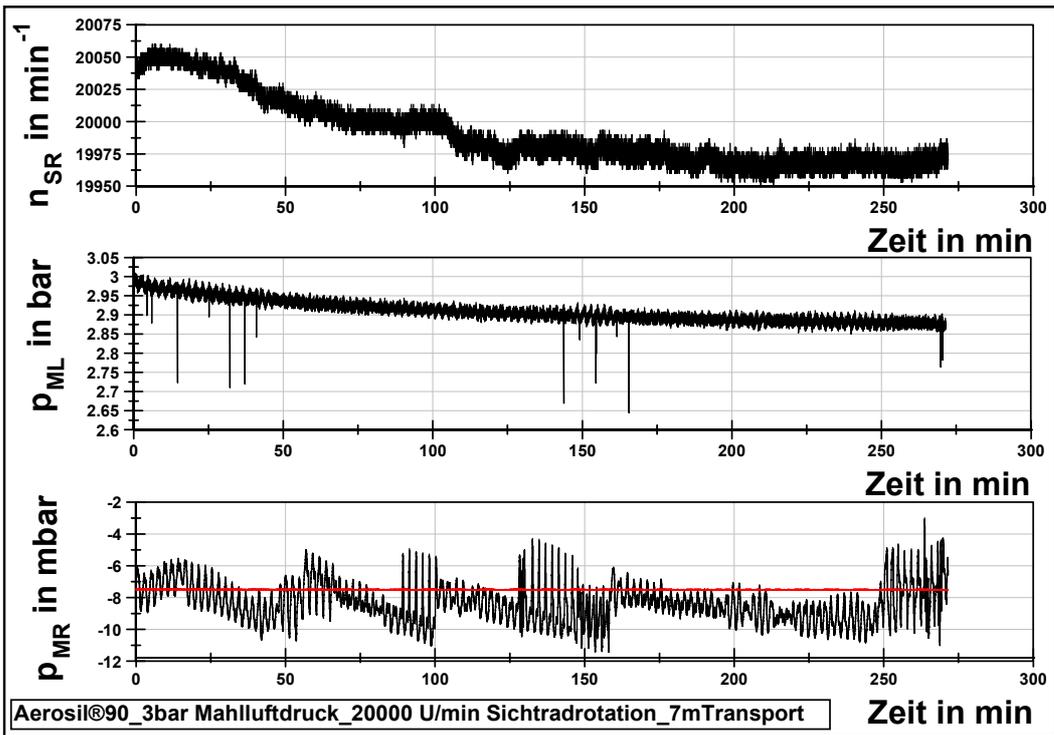
Anhang 17



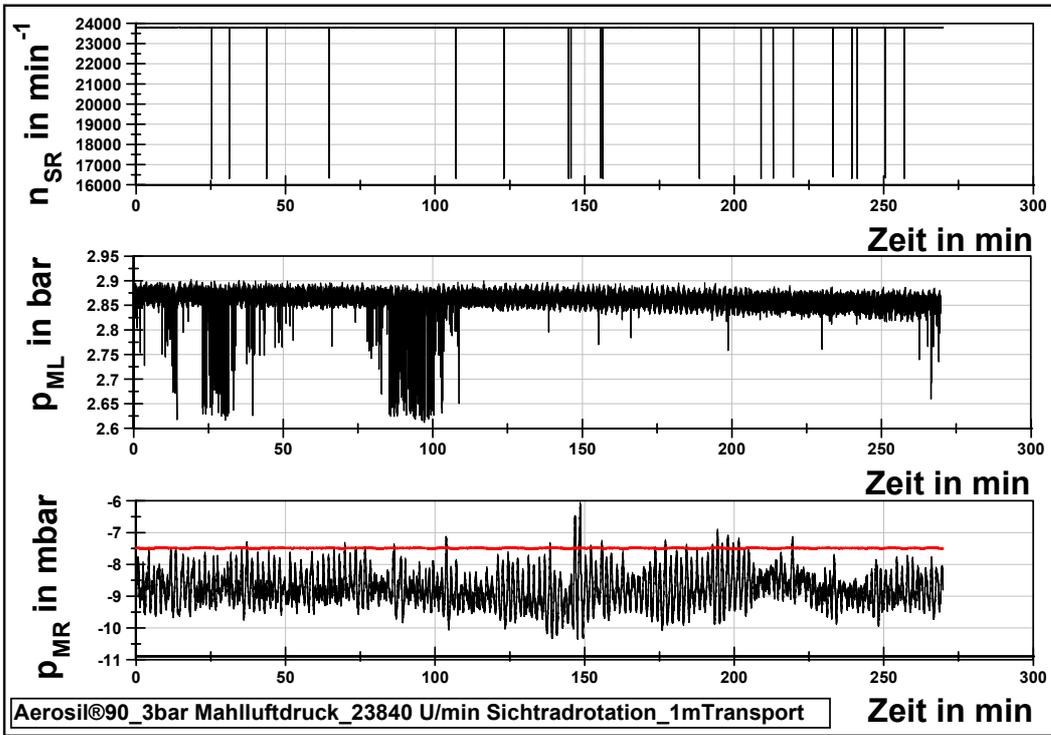
Anhang 18



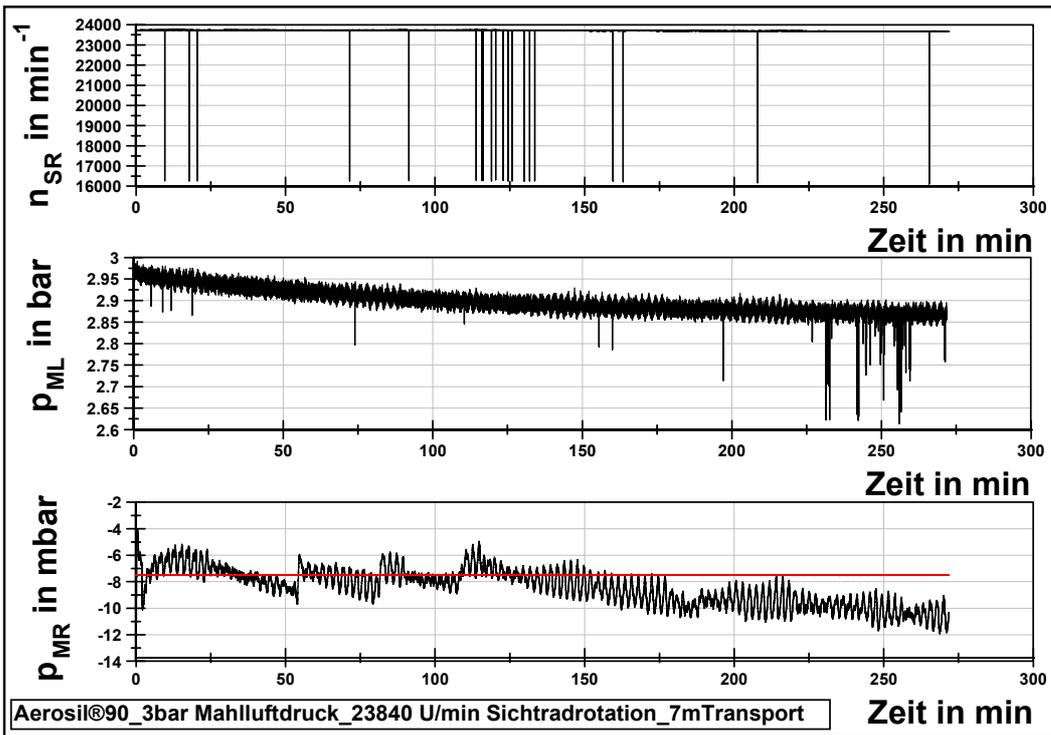
Anhang 19



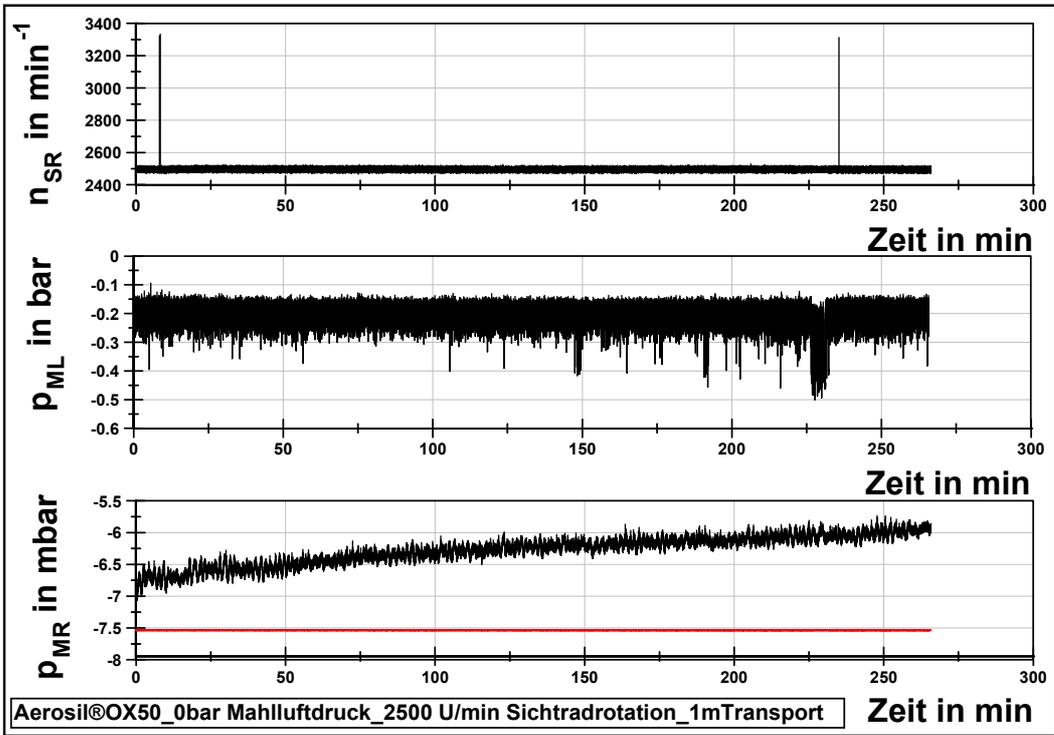
Anhang 20



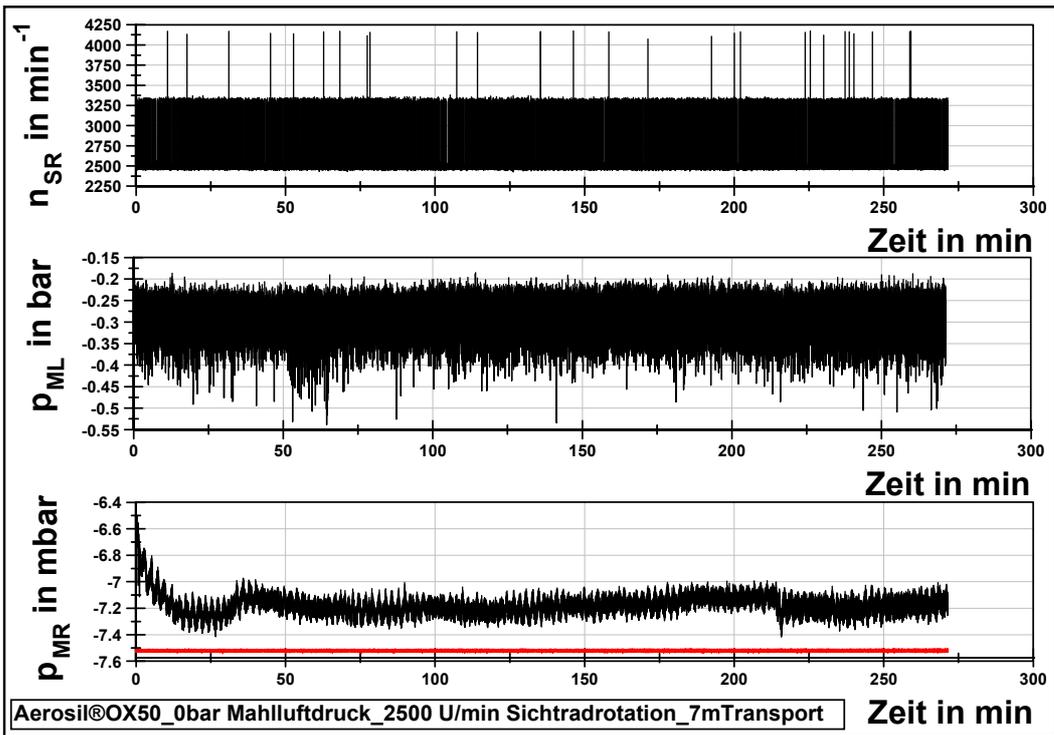
Anhang 21



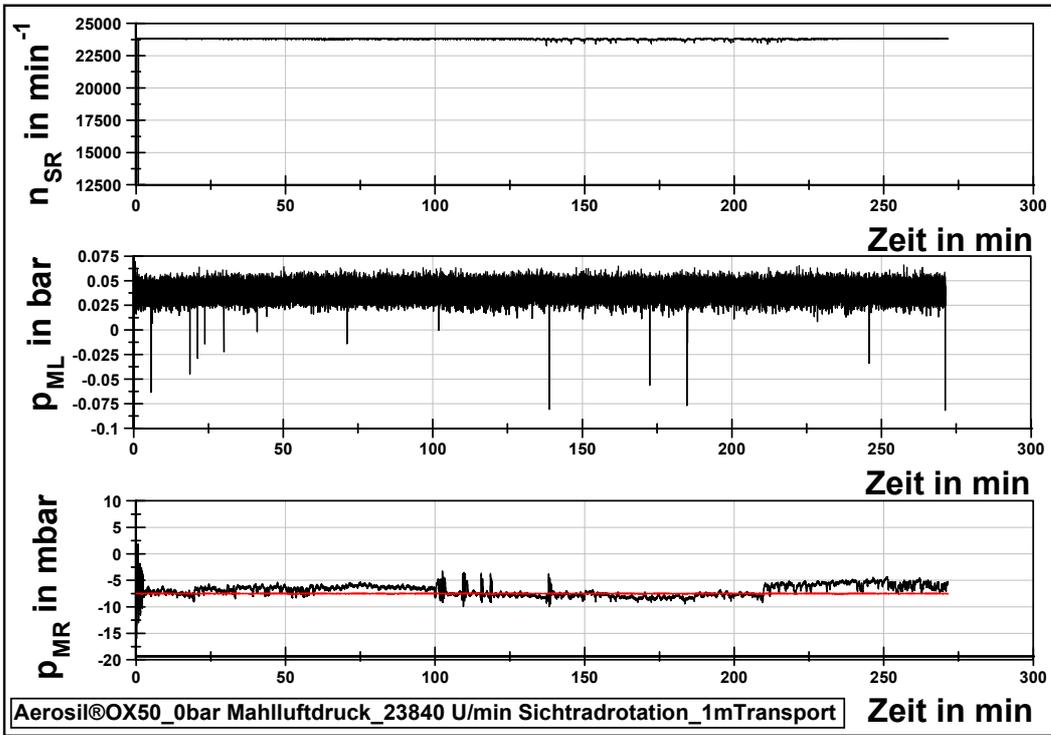
Anhang 22



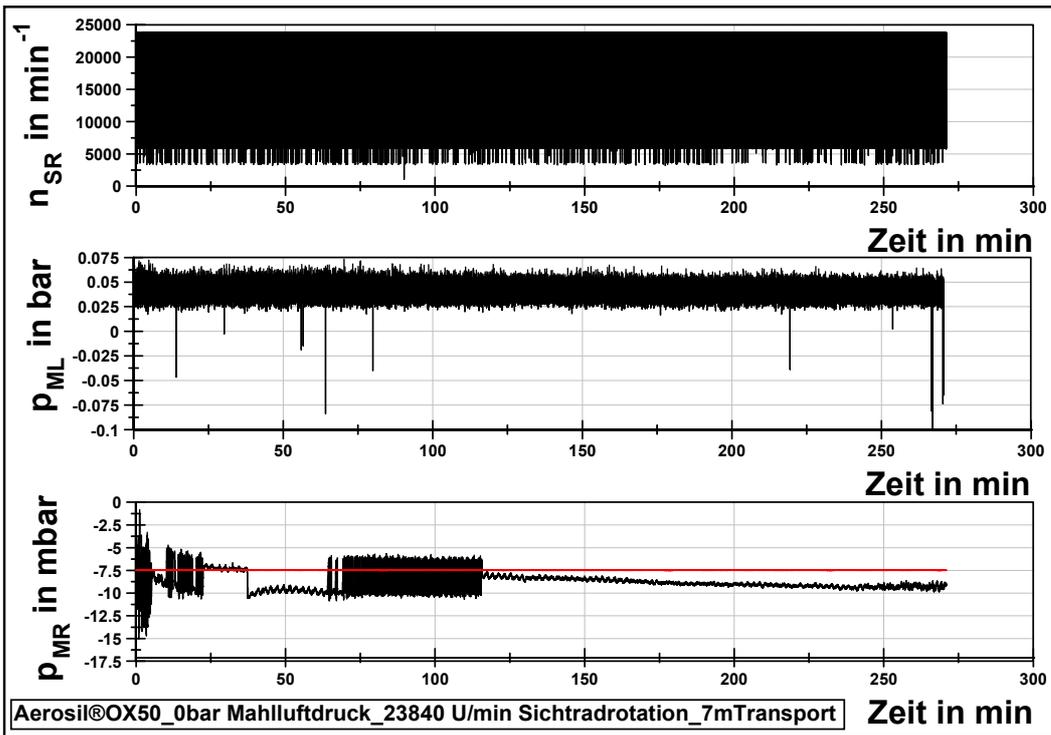
Anhang 23



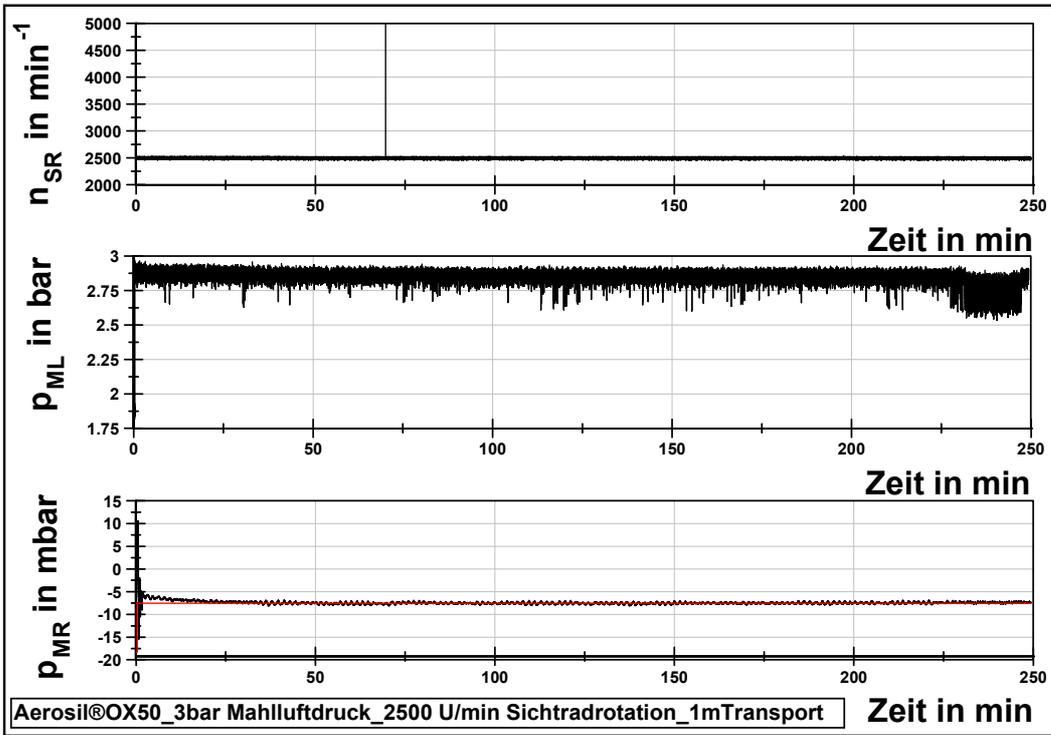
Anhang 24



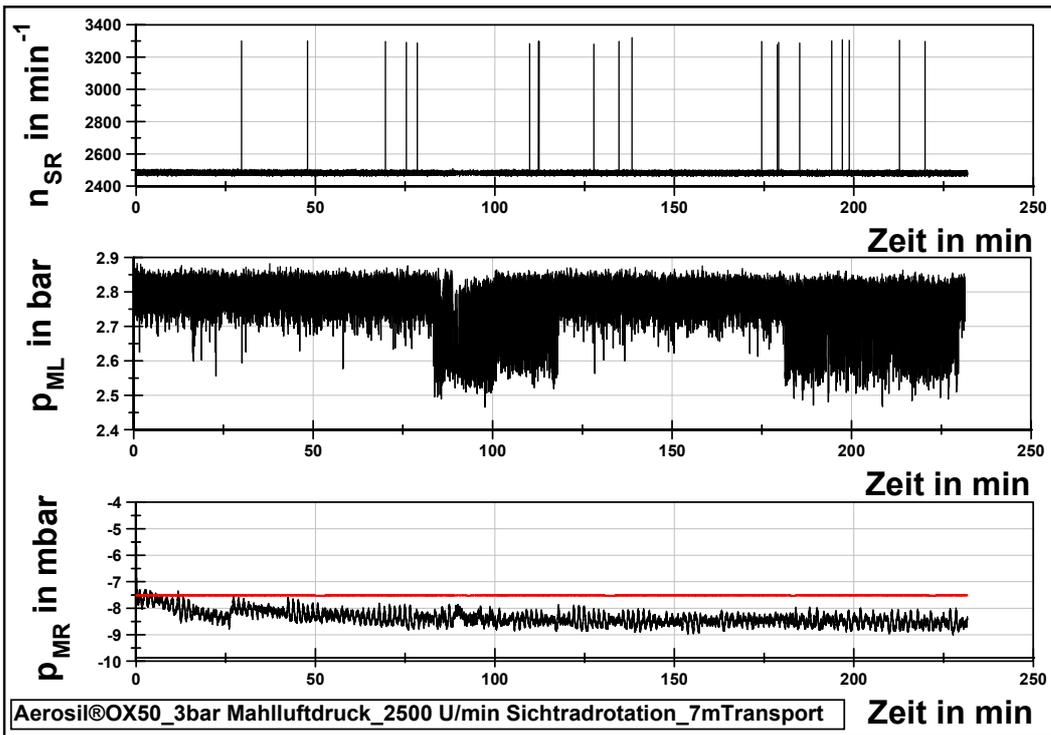
Anhang 25



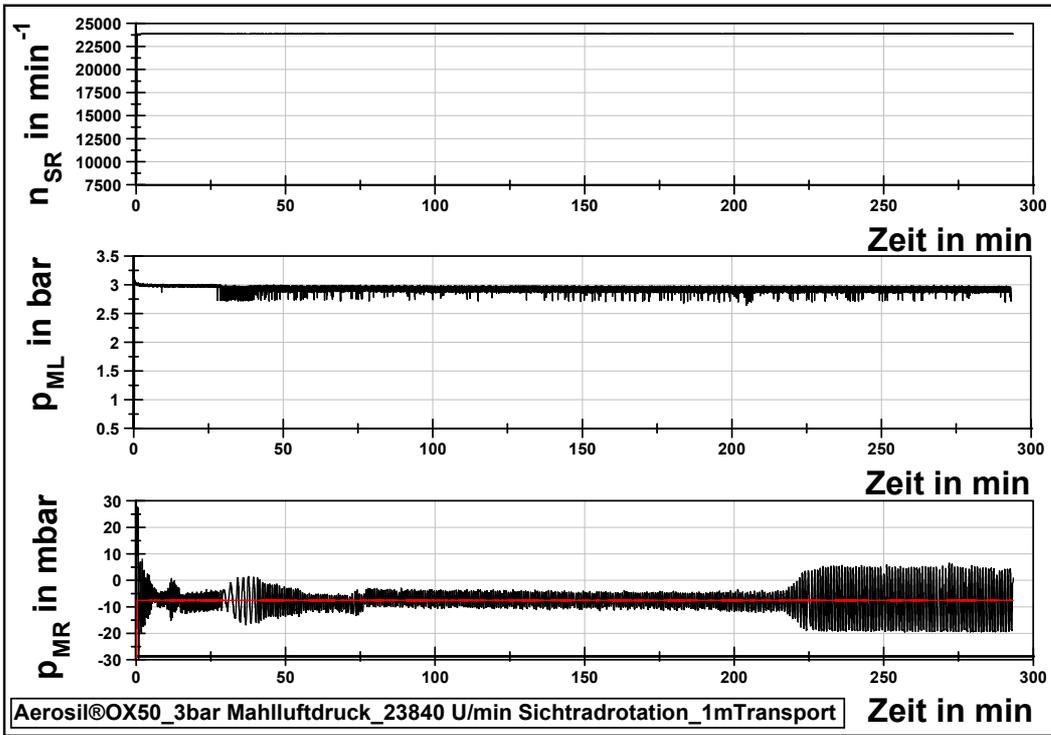
Anhang 26



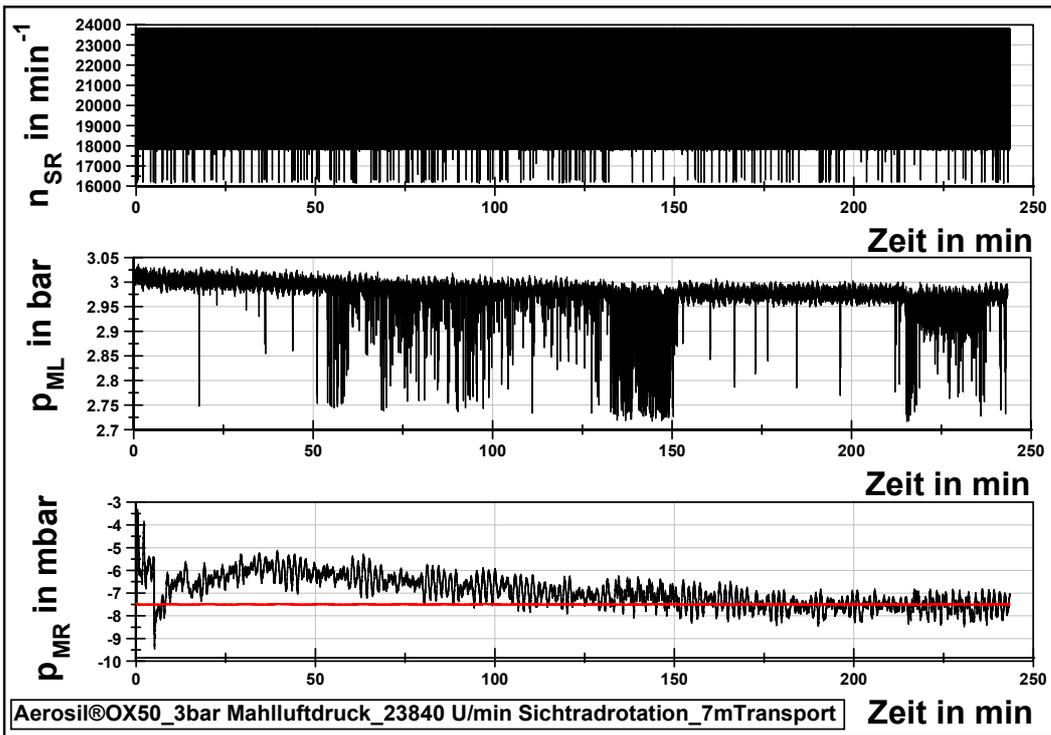
Anhang 27



Anhang 28

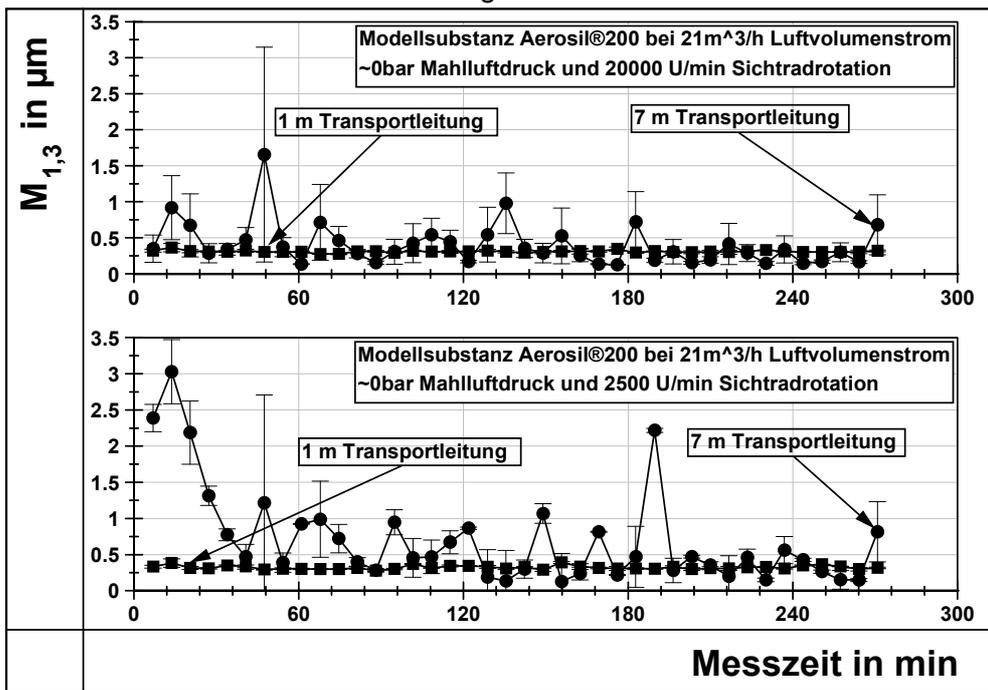


Anhang 29

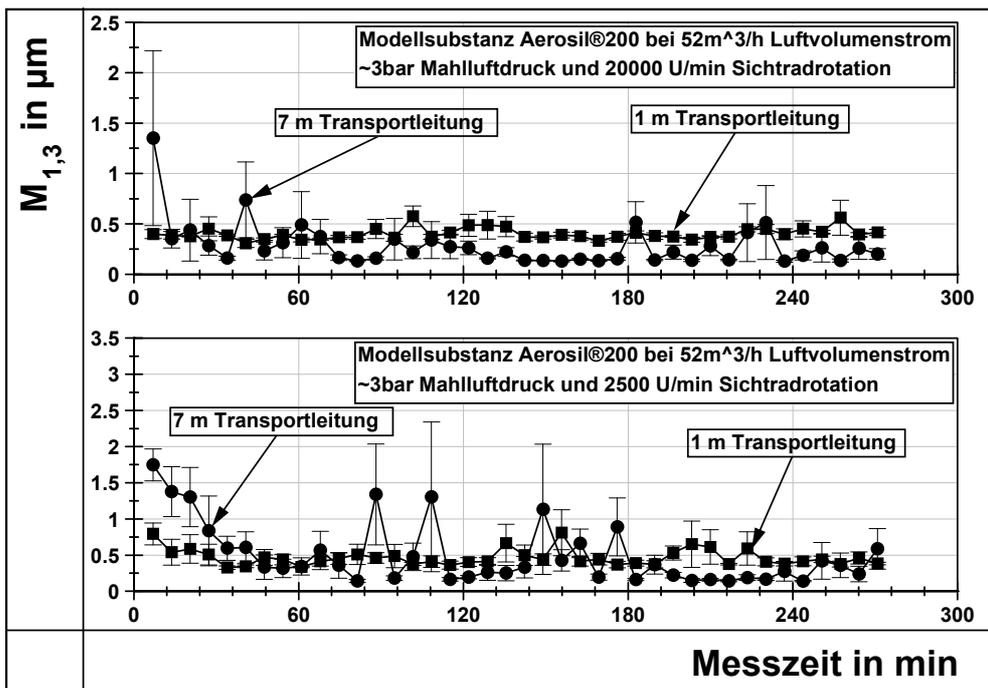


Anhang 30

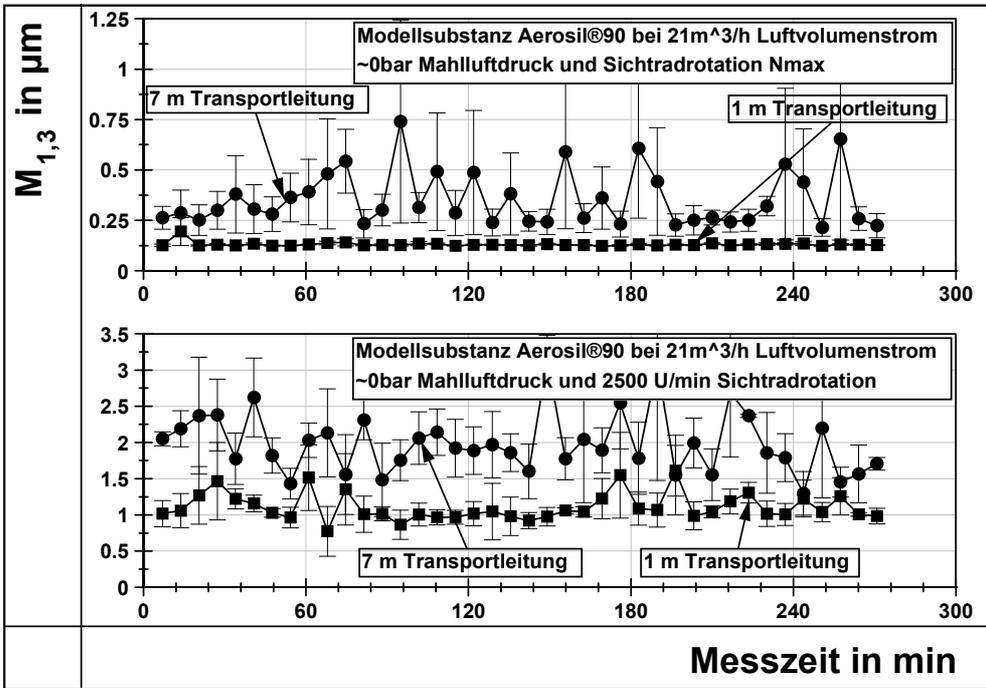
9.3 Zeitverhalten der Dispersität ausgewählter Produktaerosole anhand des ersten Moments der Volumenverteilung über der Zeit nach 1 m und 7 m Transportleitung



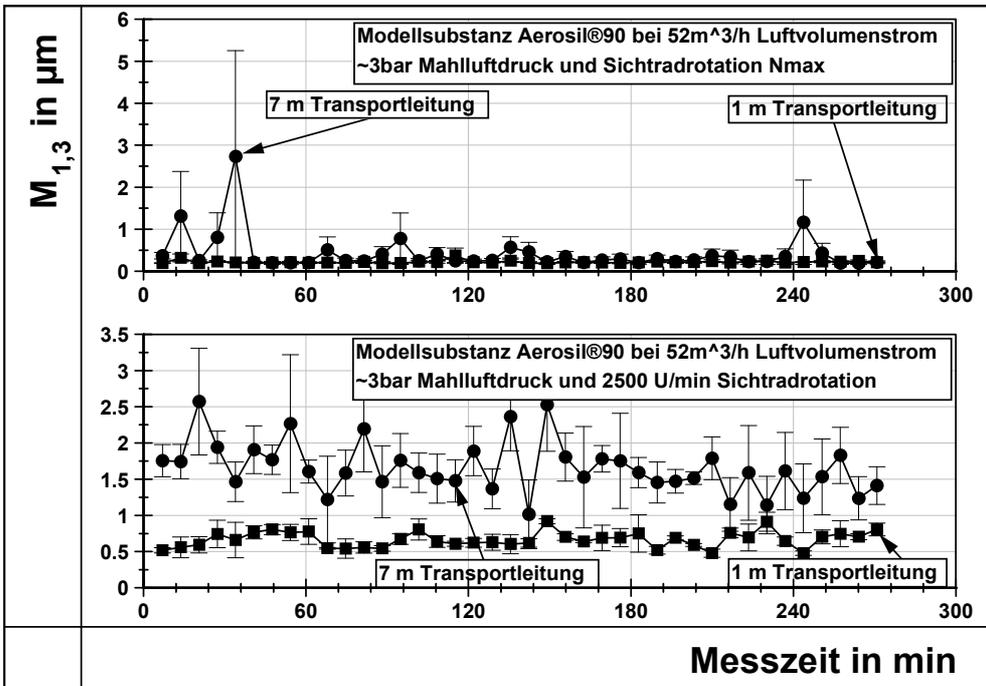
Anhang 31



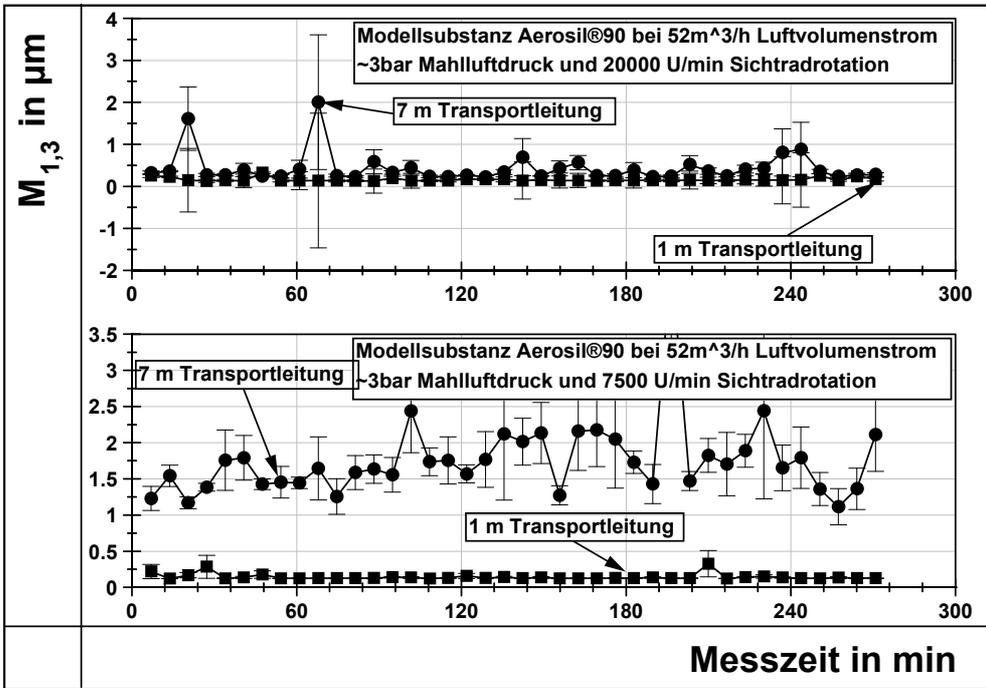
Anhang 32



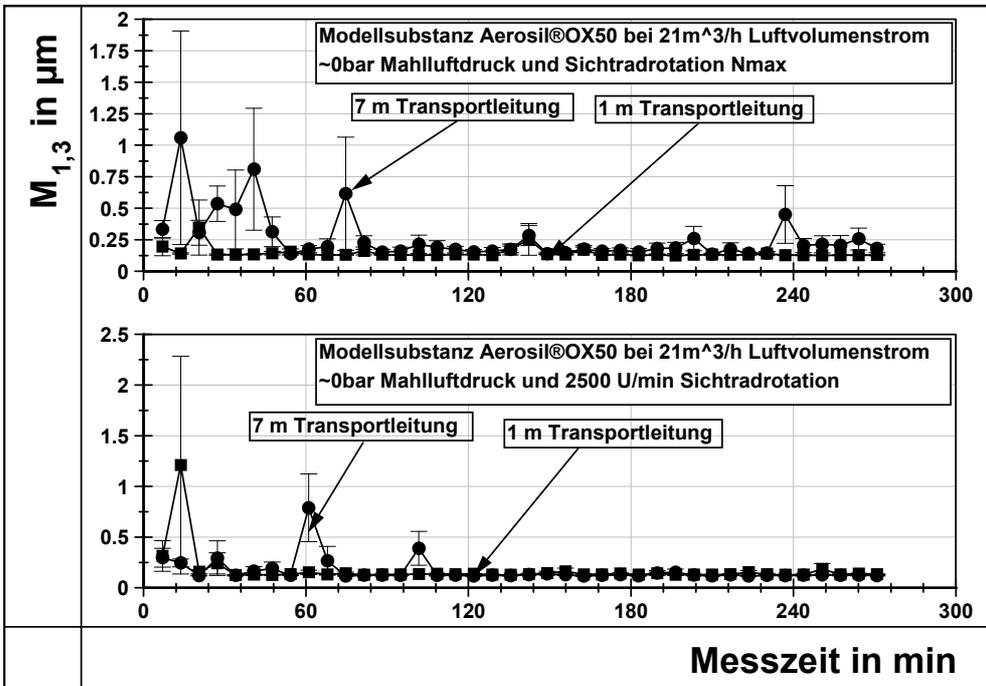
Anhang 33



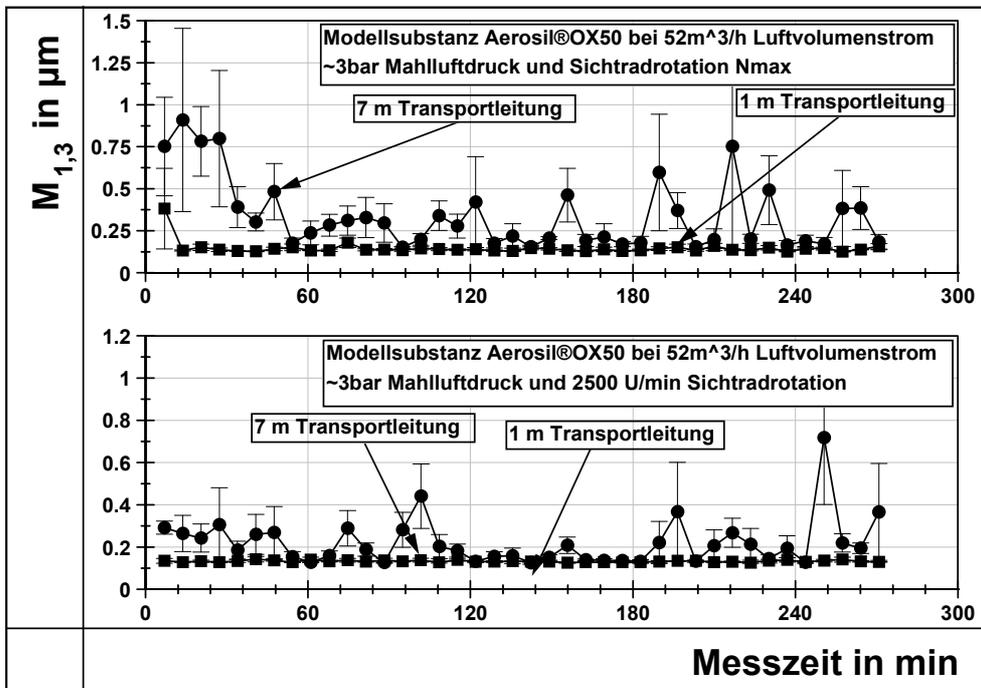
Anhang 34



Anhang 35



Anhang 36



Anhang 37