

**Untersuchung der Fluidodynamik eines
Strahlschichtapparates mit zwei parallelen Gaseintritten und
seine Anwendung auf die Beschichtung feindisperser
Feststoffteilchen**

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieurin
(Dr.-Ing.)**

von Dipl.-Ing. Elka Piskova
geb. am 26.06.1971 in Silistra

genehmigt durch die Fakultät für Verfahrens- und Systemtechnik
der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Dr. h.c. Lothar Mörl
Prof. Dr.-Ing. habil. Eckehard Specht
Prof. Dr.-Ing. habil. Stojan Kraitschev

Promotionskolloquium am 29.04.2002

*gewidmet meinen Eltern – Ivanka und Nikola Petkovi,
meinem lieben Mann Lazar
und einem wunderbaren Mensch – Koljo Piskov, der
auch sehr stolz auf meinen Erfolg gewesen wäre.*

Vorwort und Danksagung

Diese Arbeit entstand am Institut für Apparate und Umwelttechnik der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg. Mein Dank gebührt vor allem meinem Betreuer und Leiter des Fachbereiches Chemischer Apparatebau Herrn Prof. Mörl, der durch sein großes Engagement und seine unablässige Unterstützung diese Arbeit ermöglichte.

Herrn Prof. Mitev von der Assen Zlatarov -Universität Burgas gilt mein besonderer Dank für die Mitbetreuung dieser Arbeit, für die Vielzahl der offenen und konstruktiven Gespräche. Ihm habe ich zu verdanken, dass ich die Zeit am Lehrstuhl für Chemische Verfahrenstechnik als fachliche und persönliche Bereicherung erfahren habe.

Ebenfalls danken möchte ich Herrn Prof. Specht, vom Institut für Strömungstechnik und Thermodynamik der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg sowie Herrn Prof. Kraitshev von der Technischen Universität Sofia für die Übernahme des Korreferates und für die gründliche Durchsicht dieser Arbeit.

Herrn Dr. Krüger danke ich herzlich für die anregenden Diskussionen und die Beratung, die zu dieser Arbeit beigetragen haben sowie für die ausführliche sprachliche Korrektur.

Dass diese Arbeit auf einem für unser Institut völlig neuen Gebiet möglich war, ist zu einem nicht unerheblichen Teil des Professors Korsakov und Dr. Nikolaevna der Technischen Universität Sankt Petersburg, Russland, zu verdanken.

Frau Rumiana Prodanova danke ich für ihre engagierte Mitarbeit bei der Durchführung von Experimenten im Rahmen ihrer Diplomarbeit.

Für die Korrekturvorschläge und hilfreichen Anmerkungen zu dieser Arbeit sowie für die Hilfsbereitschaft möchte ich mich bei Herrn Dr. Stefan Heinrich, Herrn Mattiass Ihlow, Herrn Mirko Peglow und Herrn Markus Henneberg bedanken. Ich danke allen Kollegen des Lehrstuhls Chemischer Apparatebau für die gute Zusammenarbeit.

Einen besonderen Dank an Herr Herbst, der mich jederzeit beim Auf- und Umbau der Versuchsanlage unterstützt hat.

II

Meiner Familie (mein Mann, meine Eltern und mein Bruder) danke ich für die großartige Unterstützung, den Rückhalt und die Bereitschaft, so manchmal Verzicht zu Gunsten dieser Arbeit auf sich zu nehmen.

Dem Land Sachsen-Anhalt sei für die finanzielle Unterstützung der Arbeit gedankt.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort und Danksagung.....	I
Inhaltsverzeichnis.....	III
Symbolverzeichnis.....	V
1 Zusammenfassung.....	1
2 Einleitung.....	3
3 Kenntnisstand.....	5
3.1 Gegenwärtige Vorstellung zur Strahlschichttechnik.....	5
3.2 Entwicklung einer neuen Bauart: Strahlschichtapparate mit zwei parallelen Gaseintritten.....	9
3.2.1 Bauart des neuen Apparates.....	9
3.2.2 Beschreibung der Versuchsanlage.....	10
3.2.3 Prozessparameter und Versuchsdurchführung für Apparat ohne Schicht.....	12
3.2.4 Experimentelle Ergebnisse zur Untersuchung des Apparatedruckverlustes.....	13
3.3 Fluiddynamik der Strahlschicht.....	19
3.3.1 Prinzipielle Darstellung des Verhältnisses ΔP -w.....	19
3.3.2 Theoretische Betrachtung des physikalischen Modells zur Fluidisierung von Gas-Feststoffsystemen nach Mitev.....	32
3.3.2.1 Gleichgewicht für den Körper im unbegrenzten Raum.....	36
3.3.2.2 Gleichgewicht für den Körper im begrenzten Raum.....	39
3.3.2.2.1 Gleichgewicht eines Teilchens.....	41
3.3.2.2.2 Gleichgewicht vieler Teilchen.....	43
3.4 Untersuchungen zum Einfluss verschiedener Parameter auf den Schicht- druckverlust.....	51
3.5 Klassifizierung der pneumatischen Bereiche.....	61
3.5.1 Stand des Wissens zu den Strahlschichtregimes.....	61
3.5.2 Relative Arbeitsgasgeschwindigkeiten.....	77
3.5.3 Experimentelle Ergebnisse zur Ermittlung der Regimes im Strahlschichtapparat mit zwei parallelen Gaseintritten.....	81
3.6 Zusammenfassende Diskussion zur Fluiddynamik.....	88

4	Anwendung des untersuchten Verfahrens auf die Beschichtung in einer Strahlschicht.....	90
4.1	Literaturübersicht zur Beschichtung in der Wirbelschicht und in der Strahlschicht.....	90
4.2	Beschichtungsprozesse in der Strahlschicht.....	92
4.2.1	Über die Methode der molekularen Beschichtung.....	92
4.2.2	Bildung von Kohlenstoffschichten.....	93
4.2.3	Was ist Diabas?.....	94
4.2.4	Prozessparameter und Versuchsdurchführung.....	97
4.2.5	Beschreibung der Versuchsanlage.....	99
4.2.6	Vorversuche mit Ausgangsdiabas als Füllstoff in Kautschukmischungen.....	102
4.2.7	Auswertung der Versuche zur Modifizierung der Diabasoberfläche.....	104
4.2.7.1	Bestimmung der Kohlenstoffmenge auf der Diabasoberfläche.....	104
4.2.7.2	Rasterelektronenmikroskopische Analyse.....	106
4.2.7.3	IR-spektroskopische Analyse.....	108
4.2.7.4	Spektroskopische Methode.....	110
4.2.7.5	Einsatz der erzeugten modifizierten Diabasproben in Vulkanisate.....	114
4.3	Zusammenfassende Diskussion des Beschichtungsprozesses.....	118
5	Anhang.....	120
5.1	Versuchsanhang zur Fluidodynamik.....	120
5.1.1	Apparatedruckverlust.....	120
5.1.2	Schichtdruckverlust.....	125
5.1.3	Zeitverläufe der Gasschwingungen.....	136
5.1.4	Beispiel für die Berechnung eines Strahlschichtapparates.....	145
5.2	Versuchsanhang zur Beschichtung in der Strahlschicht.....	149
5.2.1	Röntgenstrukturanalyse.....	149
5.2.2	Partikelgrößenverteilung.....	155
5.2.3	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen.....	163
5.2.4	IR-spektroskopische Analyse.....	169
5.2.5	Sauer-basische Spektren.....	175
6	Literatur.....	178

Symbolverzeichnis

Lateinische Symbole

a	[m]	Abstand zwischen den Gaseintritten EA und EB
A	[m ²]	Fläche
A	-	Gleichungsparameter der Gl. (3-79) (3-136) nach Minkov
b	[m]	Höhe des Schlitzes
c	[(mg-mol)/ml]	Konzentration
C	-	Widerstandskoeffizient
d	[m]	Durchmesser
d	[Å]	Abstand zwischen den Atomen
d*	-	dimensionsloser Durchmesser der Gl.(3-82)
D ₀	[m]	Apparatebodendurchmesser
D _b	[m]	Durchmesser des Festbetts
D _c	[m]	Durchmesser des konischen Teils eines konischen Strahlschichtapparates
D ₀	[%]	optische Durchlässigkeit der Ausgangsindikatorlösung
D ₁	[%]	optische Durchlässigkeit nach der Adsorption
D ₂	[%]	optische Durchlässigkeit einer Mischung von Indikatorlösung und Dekantierteeprobenlösung
F	[N]	Kraft
G	[kg/s]	Produktivität des Apparates
G	[%]	Simplex (Gl. (3-104))
H	[m]	Höhe
K	-	Ausströmungskoeffizient in Gl. (5-20)
M	[kg]	Masse
m	[kg/h]	Massenstrom
M	[MPa]	Spannungsmodul
n	-	Parameter in Gl.(3-79) und (3-135)
N	-	Zahl der Partikel
P	[N/m ²]	Druck
ΔP	[Pa]	Schichtdruckverlust
$\overline{\Delta P}$	[Pa]	dynamischer Druck des Fluids

VI

pKa	-	Kriterium für Saure- und Basengehalt einer Feststoffoberfläche
q	[(mg-mol)/g]	Menge der Adsorptionstellen
R	[m]	Radius des Unterteils des Strahlschichtapparates
R	[J/kgK]	Gaskonstante
Ro	-	Simplex von Romankov (S. 33)
S	[m]	Teilchensweg
T	[s]	Zeit
T	[K]	Temperatur
U	[m/s]	Gasgeschwindigkeit
u*	-	dimensionslose Gasgeschwindigkeit
V	[ml]	Volumen
V	[m ³ /h]	Volumenstrom
W	[m/s]	Gasgeschwindigkeit
w*	-	dimensionslose Gasgeschwindigkeit
X	[kg/kg]	Flüssigkeitsanteil in der Lösung
X ₀	-	dimensionslose Charakteristik des Einengungszustandes
Y	[kg/kg]	Dampfbeladung in Gas

Griechische Symbole

β	[kg/(m ² h Pa)]	Stoffübergangszahl
γ	[°]	Konuswinkel
ε	-	Porosität
g	[m/s ²]	Erdbeschleunigung
λ	[nm]	Wellenlänge
η	[Pa s]	dynamische Viskosität
ν	[m ² /s]	kinematische Viskosität
ρ	[kg/m ³]	Dichte
ζ	-	Widerstandskoeffizient

VII

Indizes

1	vor dem Körper
2	nach dem Körper
A	Austrag
App	Apparat
Appb	Apparateboden
Ar	Archimedes
Arb	Arbeit
ASF	Anfang stabiler Fluidisation
ch	charakteristisch
D	Dampf
Dia	Diabas
DN	dynamischer Druck
DN,N	dynamischer Druck für N Partikel
e	äquivalent
E	Einengungsverhältnisse
EA	Eintritt A
EB	Eintritt B
EG	Einengungsverhältnisse falls $\zeta > 1$
Ein	Eintritt
Ein,0	das Verhältnis zwischen dem Gaseintrittsquerschnitt und dem Partikelquerschnitt
End	Ende
F	Fluid
FE	Feststoffeintritt
FIE	Flüssigkeitseintritt
g	gesamt
G	Gas (bezogen auf Fläche)
G	Gravitation
GE	Gaseintritt
GF	Gravitation (für das Fluid)
Ind	Indikator
k	Kugel
K	Elementarkomplex

VIII

K	Korpus
KB	Kolbenbereich
kor	Korridor
m	mittel
max	Maximum
min	Minimum
ms	bei minimaler Fluidgeschwindigkeit
oW	örtlicher Widerstand
P	Partikel
P	p_1 - p_2
PB	Pulsationsbereich
pKa	Kriterium für Säuer- oder Basischgehalt einer Feststoff- oberfläche
P,N	p_1 - p_2 für N Partikel
R	Reaktionskraft des Strahls
Ro	Rohr
Reg	Regelung
S	Schachbrettförmig
Sep	Separatraum
Sch	Schicht
V	Ventilator
W	Widerstand
WE	Widerstand bei Einengungsbedingungen
WF	Widerstand des Fluids
WP	Wirbelpunkt
Kennzahlen	
Ar	Archimedes-Zahl
Re	Reynolds-Zahl
$(Re_0)_{ms}$	Reynolds-Zahl beim Beginn stabilen Fluidisation
Re_A	Reynolds-Zahl beim Austrag der Partikel
Re_{Ein}	Reynolds-Zahl am Gaseintritt

$Re_{\text{Ein,ASF}}$	Reynolds-Zahl am Gaseintritt beim Anfang stabiler Fluidisation
$Re_{\text{EA+EB,ASF}}$	Reynolds-Zahl an beiden Gaseintritten beim Anfang stabiler Fluidisation
Re_p	Reynolds-Zahl am Partikel
Re_{Sch}	Reynolds-Zahl am Schichtquerschnitt
Re_{WP}	Reynolds-Zahl beim Beginn der Fluidisation

Zusammenfassung

Strahlschichtapparate zur intensiven Kontaktierung von Gas-Feststoff-Systemen befinden sich bereits in einigen Bereichen der Technik im Einsatz. Für die Lösung verschiedener technischen Probleme wurden eine Reihe konstruktiver Varianten entwickelt. Der in der vorliegenden Arbeit vorgestellte Strahlschichtapparat mit zwei parallelen Gaseintritten hat die Zielstellung, den Prozess der Beschichtung schwer fluidisierbarer Teilchen mit einer chemischen Reaktion zu koppeln. Ein solcher Prozess ist die chemische Modifizierung der Oberfläche feindisperser Feststoffe mit Kohlenstoff in einer Strahlschicht. Der bei der Reaktion entstehende molekulare Kohlenstoff lagert sich spontan an die Oberfläche der Materialien an und führt damit zu Partikeln mit neuen Produkteigenschaften. Voraussetzung für die Beherrschung derartiger Reaktionen ist eine stabile Funktionsweise der Pneumatik des prismatischen Apparates mit zwei parallelen Gaseintritten im interessierenden Temperatur- und Druckbereich. In dieser Arbeit wird die Fluidodynamik der speziell für chemische Reaktionen zwischen mehreren Gasen und feindispersen Feststoffen interessanten Apparategeometrie untersucht und die Ermittlung der unterschiedlichen Arbeitsbereiche dargestellt.

Zur Untersuchung der Fluidodynamik wurden Versuche mit leerem Apparat und mit verschiedenen Schüttgütern durchgeführt. Der Druckverlust des leeren Apparates und der Schichtdruckverlust wurden experimentell in Abhängigkeit von

- dem Stoffsystem,
- dem Querschnitt des Eintrittes EA,
- dem Volumendurchsatz im Eintrittes EA und im Eintrittes EB,
- der Schichtmasse und
- dem Abstand zwischen beiden Eintritten

ermittelt. Der Apparate- und der Schichtdruckverlust ist von den pneumatischen Regimes abhängig. Es werden die charakteristischen Punkte der Verläufe des Strahlschichtprozesses nachgewiesen.

Darüber hinaus wurde die prinzipielle Darstellung des Verhältnisses Schichtdruckverlust-Gasgeschwindigkeit für die Strahlschicht und das physikalische Modell zur Fluidisation von Gas-Feststoff-Systemen nach Mitev betrachtet.

Auf der Basis der durchgeführten Untersuchungen wird eine Gleichung für die Berechnung der minimalen Gasgeschwindigkeit beim Beginn der stabiler Fluidisation vorgeschlagen.

Mit einem Drucksensor und entsprechender Messtechnik wurden die Zeitverläufe der Gasschwingungen registriert. Der Zeitverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen

Gasgeschwindigkeiten weist nach, dass unterschiedliche Bereiche der Fluidisation existieren. Diese Regimes werden durch $\Delta P-w$ - und *Re-G-Ar-Diagramme* dargestellt. Das *Re-G-Ar-Diagramm* dient der Bestimmung der pneumatischen Arbeitregimes, wenn die Eintrittsgasgeschwindigkeit und die Apparategeometrie bekannt sind.

Die Beschichtung oder Behandlung von feindispersen Materialien gestaltet sich in der Praxis bisher schwierig. Für Gas-Feststoff-Reaktionen ist der Einsatz der Strahlschicht eine Möglichkeit. Sie ermöglicht hohe spezifische Austauschflächen bei intensivem Kontakt mit der Gasphase und dadurch kurze Verweilzeiten. Es wird gezeigt, dass das feindisperse Material Diabas in einer Strahlschicht fluidisiert werden kann. Zwei Methodiken für die Modifizierung der Diabasoberfläche zwecks Einsatz als Füllstoff in Kautschukmischungen wurden vorgeschlagen und verglichen. Die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Ausgangs- und der erzeugten modifizierten Diabasproben wurden mit Hilfe von verschiedenen Methoden untersucht. Weiterhin wurden die Diabasproben als Füllstoff in Vulkanisaten eingesetzt. Die Ergebnisse der durchgeführten physikalisch-mechanischen Untersuchungen mit den erhaltenen Kautschukmischungen zeigen die Eignung des Diabases als niederaktiven Füllstoff.

2 Einleitung

In vielen Bereichen der Industrie werden fein- und polydisperse Feststoffe verarbeitet. Eine Methode, um derartige Partikelkollektive z. B. zu trocknen, zu granulieren oder zu coaten ist ihre Bearbeitung in der Wirbelschicht. Eine spezielle Technik, die die Vorteile der Wirbelschichttechnik, wie z. B. die intensive Durchmischung der Feststoffe und die hohe Intensität der Wärme- und Strömungsführung, vereinigt, ist die Strahlschichttechnik. Sie zeichnet sich durch eine einfache apparative Gestaltung aus, die ein leichtes scale-up auf großtechnische Apparate ermöglicht.

Die Strahlschichttechnik ist ein Verfahren, welches energiesparend arbeitet und in chemischen, metallurgischen und ähnlichen Industriezweigen für verschiedene Operationen angewendet wird. Dazu gehören zum Beispiel das Vermischen von Feststoffen, die Verbrennung, das Sintern, die Trocknung, die Agglomeration, die Partikelgranulation und Partikelbeschichtung. In letzter Zeit wurde ihre Anwendung auf weitere Gebiete, wie z. B. die Energiewirtschaft ausgedehnt. Ein Beispiel dafür sind die hocheffektiven Verbrennungsprozesse der Kohle, sowie ihre Umwandlung in flüssigen Brennstoff. Diese Prozesse ermöglichen die Überwindung einer Reihe technischer Schwierigkeiten, einschließlich der aktuellen Problematik der Verminderung der Emissionen von Salzen und giftigen Gasen in die Atmosphäre.

Heute setzt sich immer mehr der Forschungstrend durch, das Strahlschichtsystem durch exaktere Meßmethoden zu analysieren, um dadurch die physikalischen Vorgänge in der Schicht besser kennen zu lernen. Verschiedenste Messmethoden (z. B. optische, elektrische, chemische u.a.) werden zur detaillierten Bestimmung der Wesensmerkmale der Schicht verwendet. Mit Hilfe der Strahlschichttechnik lassen sich gegenüber anderen Verfahren der Fluid-Feststoff-Kontaktierung bessere Wärme- und Stoffübergangsbedingungen realisieren. So wird die Strahlschichttechnik dann angewendet, wenn in der Wirbelschicht kein homogenes und stabiles Regime zu realisieren ist, d. h. bei Teilchen mit einem Längendurchmesser-Verhältnis wesentlich größer als eins und bei polydispersen Systemen und Substanzen, die zur Kanalbildung neigen.

Bei der Strahlschicht ist es durch die Wechselwirkungen des Gas-Feststoff-Systems möglich, diskontinuierliche (Batch) Prozesse durch kontinuierliche Prozesse zu ersetzen. Ebenfalls lässt sich die Bearbeitungsdauer (Trocknungszeit, Reaktionszeit) bei Verwendung von Feststoffströmen mit höheren Geschwindigkeiten und Automatisierung des Prozesses verkürzen.

Neben seinen unbestrittenen Vorteilen besitzt dieses System auch Nachteile wie z.B.

- Erosion an den Armaturen, eingebauten Wärmetauschern, Ventilen und anderen Bauteilen infolge des Sandstrahleffektes,
- Begrenzung der Gasbelastung durch die Wirbelpunkts – und Austragsgeschwindigkeit,
- Totzonen in der Schicht und
- Schmale Bereiche der hydrodynamisch stabilen Arbeit.

Die genannten Nachteile führen zu apparativen Neuentwicklungen mit dem Ziel der Vergrößerung des Anwendungsgebietes der Strahlschichttechnik.

Die Bedeutung der Dünnschichttechnologien hat in den letzten Jahrzehnten stetig zugenommen und nach wie vor werden diese zu den Schlüsseltechnologien für neue High-Tech-Materialien gezählt. Durch die gezielte Einstellung eines breiten Spektrums von Oberflächeneigenschaften lassen sich einerseits ganz neue Produkte erzeugen, andererseits können billig oder sogar rezyklierte Ausgangsstoffe veredelt werden, welche dann die hohen Anforderungen an die Funktion der Oberfläche erfüllen.

Im Mittelpunkt dieser Arbeit steht die Untersuchung der Pneumatik eines spaltförmigen Strahlschichtapparates mit zwei Gaseingängen zwecks Bestimmung und Berechnung der unterschiedlichen Arbeitsbereiche. Der untersuchte Apparat hat eine spezielle Geometrie und wird vor allem für chemische Reaktionen zwischen mehreren Gasen und feindispersen Feststoffen benutzt. Ein Beispiel für derartige Prozesse ist die molekulare Beschichtung mit Kohlenstoff in einer Strahlschicht, in die über zwei Gaseingänge zwei unterschiedliche Gase eintreten und in der Schicht zur Reaktion gebracht werden. Dabei bildet sich molekularer Kohlenstoff, der an der Teilchenoberfläche angelagert wird.

Bei der Fluidisierung der dispersen Phase wurde Filtration, Blasenbildung, Kanalbildung und gleichmäßige Verteilung des Gases im Apparat beobachtet. Diese Verhaltensweisen bestimmen das Arbeitsregime in einer Wirbelschicht.

Ein hydrodynamisches Regime ist ein solcher Schichtzustand (stabil oder instabil), der von der Verteilung der beiden Phasen (kontinuierliche - Gas und disperse – Feststoff) bestimmt wird. Diese Verteilung hängt von den folgenden Parametern ab:

- Gasgeschwindigkeit der kontinuierlichen Phase,
- Apparatekonstruktion,
- Eintrittsquerschnitt und
- physikalisch-chemische Eigenschaften des Materials.

3 Kenntnisstand

3.1 Gegenwärtige Vorstellungen zur Strahlschichttechnik

Die Strahlschicht ist eine relativ neue Fluidisierungsart zur Kontaktierung von Gasen oder Flüssigkeiten mit körnigen Feststoffen, die unter bestimmten Bedingungen in konischen, konisch-zylindrischen und auch spaltförmigen Apparaten entstehen kann. Den Namen „Strahlschicht“ oder „Sprudelschicht“ erhielt diese Fluidisierungsart von den Wissenschaftlern *Mathur* und *Gishler* [31], die sie 1954 am National Research Council of Canada entwickelten, um die Nachteile zu überwinden, die das bisher verwendete Wirbelschichtverfahren liefert. Der Grund für die Entwicklung der Strahlschichttechnik durch die o. g. Wissenschaftler war die Notwendigkeit der Trocknung von erntefeuchtem Weizen. Einige Nachteile der Wirbelschichtapparate mit kontinuierlichem Querschnitt über die Höhe sind:

- keine Möglichkeit für die Bearbeitung von stark polydispersen Systemen,
- keine Arbeit mit Gasgeschwindigkeiten größer als die obere Grenze der Wirbelschichtexistenz, und
- ungenügend intensive hydrodynamische Arbeitsweise nahe am Gasverteilerelement.

Für diese Fälle wurden die Wirbelschichtapparate durch Apparate mit über die Höhe veränderlichem Querschnitt ersetzt, die im Strahlschichtregime arbeiten. Die Strahlschichtapparate unterscheiden sich von anderen durch einige wesentliche Vorteile, die im folgenden zusammengefasst sind:

- die allmähliche Verringerung der Geschwindigkeit über die Höhe von unten nach oben gestattet eine Bearbeitung unterschiedlich großer Partikel bei unterschiedlicher Intensität des Regimes,
- genügend hohe Geschwindigkeit im Unterteil des Apparates, was die Bearbeitung von Stoffen erlaubt, für die ein längerer Kontakt mit dem Gasverteilerelement unzulässig ist,
- hohe Gaseintrittstemperaturen sind möglich, weil sich die Partikel nur kurzzeitig im Kernstrahl aufhalten; daher sind hohe thermische Wirkungsgrade und hohe Verdampfungsraten realisierbar,
- intensiver Wärme- und Stoffübergang bei guter Schichtdurchmischung,
- Fluidisierung größerer und nicht sphärischer Teilchen realisierbar,
- Fluidisierung von feindispersen Feststoffteilchen ist möglich [38, 21, 118],
- problemlose und schnelle Beschickung und Entleerung des Strahlschichtapparates ist aufgrund der guten Feststoffbewegung möglich,

- schonende Trocknung thermolabiler Materialien ist möglich und
- gleichmäßige Produkttrocknung durch die ganze Schicht hindurch.

Der markante Unterschied zu klassischen Wirbelschichtapparaten ist der veränderliche Querschnitt über die Höhe der Schicht.

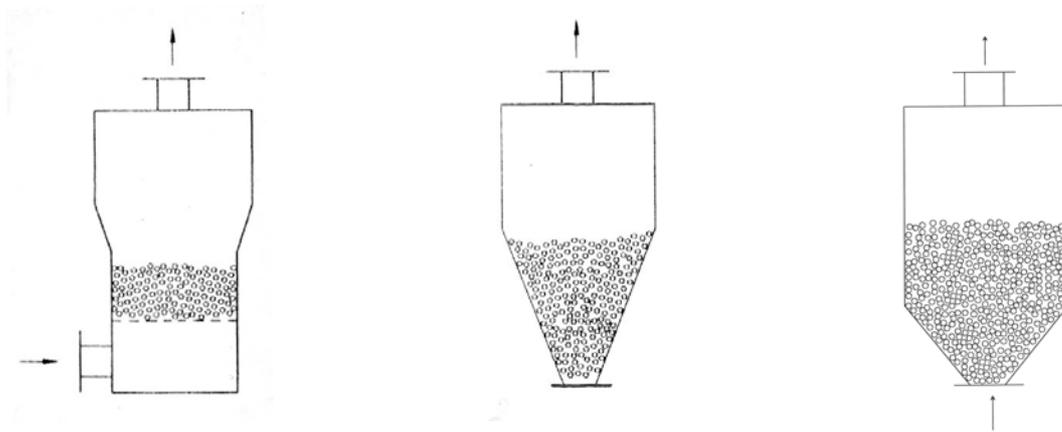
Seit den Anfängen der Strahlschichttechnik Mitte der fünfziger Jahre haben sich viele Wissenschaftler der ganzen Welt mit diesem Apparatetyp beschäftigt. Auf diese Weise sind bis in die heutige Zeit viele verschiedene Bauformen dieser Apparategruppe entstanden, die jeweils an den speziellen Verwendungszweck angepasst wurden. Grundsätzlich lassen sich die bis heute bekannten Strahlschichtapparate in folgende Bauformen unterteilen:

- zylindrische Apparate (siehe Bild 3.1a), [103],
- konische Apparate (Bild 3.1b), [91, 92, 93, 94],
- konisch-zylindrische Apparate (Bild 3.1c), [71],
- spaltförmige Apparate (Bild 3.1d), [76, 105],
- spaltförmige Apparate, welche in symmetrische (Bild 3.1e, [78, 23]) und asymmetrische (Bild 3.1e', [78]) Bauarten unterteilt werden und
- spaltförmige Apparate mit zwei parallelen Gaseingängen (Bild 3.1f), [43, 44, 45].

Die Strahlschichtprozesse in konischen und zylindrischen Apparaten unterscheiden sich voneinander durch einige Besonderheiten [101]. In der konischen Apparatform wird z. B. die Schichthöhe und die verdichtete Teilchenschicht im Ringraum nur unwesentlich vom Gasstrahl beeinflusst. Kernstrahl und Ringraum sind deutlich voneinander unterscheidbar. In zylindrischen Apparaten wächst dagegen die Schichthöhe mit ansteigendem Gasstrom.

Meistens verwendet man heute ein Gas als Strömungsmedium, das durch eine (oder zwei) zentrale Gaseintrittsöffnung eingeführt wird (zum Beispiel Düse) und einen Volumenstrom mit einer bestimmten Eintrittsgeschwindigkeit von unten in die Schicht erzeugt. In den letzten Jahren wurde auch ein neuer, speziell für chemische Reaktionen zwischen mehreren Gasen und feindispersen Feststoffen interessanter Apparatetyp mit zwei Gaseingängen entwickelt [44]. Die Eintrittsgeschwindigkeit des Gasstrahls muss so groß sein, dass dadurch ein zentraler Hohlraum gebildet wird, in dem sich die Teilchen nach oben bewegen und die feste Phase entgegengesetzt dem Strömungsmedium nach unten. Bei einer Vergrößerung der Gasgeschwindigkeit beginnen die Teilchen zu wirbeln. Eine weitere Erhöhung der Gasgeschwindigkeit bewirkt eine Ausdehnung des Hohlraumes oder Kerns in vertikaler Richtung und bei ausreichend hoher Gasgeschwindigkeit des Gasstroms werden die Teilchen im Kernstrahl über die Schicht hinausgeschleudert und radial zerstreut. Die

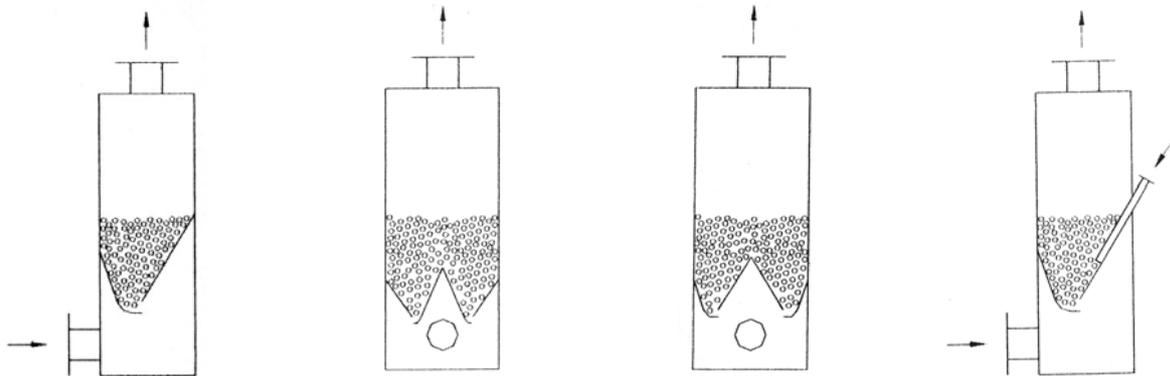
Partikelgeschwindigkeit sinkt, und die Teilchen fallen aufgrund der Erdanziehungskraft wie eine Fontäne in den Ringraum des Apparates zurück.



a) Bauform nach Romankov
[103]

b) Bauform nach Olazar
[92]

c) Bauform nach Mathur [71]



d) Bauform nach
Mitev [76]

e) Bauform nach
Mitev [78, 23]

e') Bauform nach
Mitev [78]

f) Bauform nach
Mitev [43, 44]

Bild 3.1: Strahlschichtapparate unterschiedlicher Bauformen.

Die Teilchenkonzentration im Ringraum ist wesentlich größer als im Kernstrahl. Die Partikel, die die Gaseintrittsöffnung wieder erreichen, werden erneut vom Gasstrom mitgerissen und hochgeschleudert. Im Konusbereich gelangen die meisten Feststoffteilchen in den Kernstrahl, aber auch in darüber liegenden Bereichen ist diese Erscheinung zu beobachten. Die damit entstehende Zirkulationsbewegung wird, im Vergleich zu einem zylindrischen Apparat, besonders gut durch ein konisches Apparateunterteil gefördert. Zur Intensivierung der

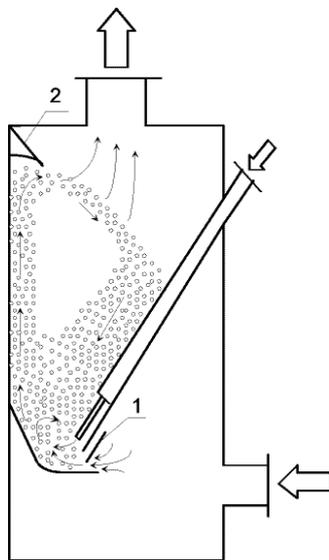
Bewegungsgeschwindigkeit des festen Zustands und zur Entfernung toter Zonen oberhalb des Apparatebodens wird normalerweise eine Erweiterung des konischen Teils gewählt.

Zusammenfassend kann bemerkt werden, dass die Strahlschicht durch zwei Zonen mit unterschiedlichen pneumatischen Verhältnissen charakterisiert ist – den Kern und den Ringraum. Es bildet sich eine gleichmäßige Teilchenzirkulation in Strahlschichtsystemen aus, wodurch die unterschiedlichen Zonen entstehen. Durch den Kern der Schicht strömt die weitaus größere Gasmenge, und die Partikelgeschwindigkeit in diesem Gebiet ist wesentlich größer als im Ringraum. Die hohe Gasgeschwindigkeit am Apparateeintritt verursacht eine intensive Wirbelbewegung der Feststoffpartikel im Kern, wodurch der Stoffaustausch begünstigt wird. Die Porositätsverteilung der Schicht verhält sich analog zur Gasgeschwindigkeit.

3.2 Entwicklung einer neuen Bauart: Strahlschichtapparate mit zwei parallelen Gaseingängen

3.2.1 Bauart des neuen Apparates

Unterschiedliche Bauarten von Strahlschichtapparaten werden in Abhängigkeit von den spezifischen Stoffeigenschaften der verwendeten Materialien angewandt. Im spaltförmigen Apparat, der in dieser Arbeit untersucht wird, kann eine große Menge unterschiedlicher Partikel bearbeitet werden. Zur Zeit existieren verschiedene Konstruktionen mit unterschiedlichen Eingangsgestaltungen, z. B. Spalte, Walzen [84]. Die Apparate können aus unterschiedlichen Materialien in Abhängigkeit vom Anwendungszweck gefertigt werden.



Der in dieser Arbeit untersuchte Strahlschichtapparat hat eine interessante Geometrie (Bild 3.2) und wurde vor allem für chemische Reaktionen zwischen mehreren Gasen und feindispersen Feststoffen benutzt. Der Apparat ist aus Plexiglas gefertigt, um das Verhalten der Strahlschicht, wie z. B. das Erreichen der Wirbelpunktgeschwindigkeit oder der Austragsgeschwindigkeit sowie das Durchbrechen der festen Schicht in eine wirbelnde Schicht besser beobachten zu können. Das Vordach 2 dient zur Änderung des Wegs des Teilchenstroms. Die Partikelbewegung wird umgelenkt und dadurch der Austrag deutlich reduziert.

Bild 3.2: Mechanismus der Fluidisation.

Mit dieser Form des Apparates und des Gasverteilerelements 1 (siehe Bild 3.2) bildet sich eine rotierende Strahlschicht. Es wurden zwei unterschiedliche Zonen beobachtet:

- Strahlbereich, in dem sich die Feststoffpartikel nach oben bewegen initiiert durch die hohe Gasgeschwindigkeit und
- Ringraum, in dem sich die Feststoffbewegung wie in einem Fließbett vollzieht, und die Partikel sich zum Strahlbereich hinbewegen (Bild 3.2). Diese Zone ist nur in geringem Maße vom Gas durchströmt [65, 24, 51, 40].

In Bild 3.3 wird das Schema des Strahlschichtapparats (Bild 3.3a) und des Gasverteilerelements dargestellt. Das Gasverteilerelement (Bild 3.3b) besteht aus dem Vorderteil (1), das im Winkel von 25° zur Vertikale angeordnet ist, dem Unterteil (2) mit dem Radius $r = 23\text{mm}$, einer Platte aus Plexiglas (3), die in vertikaler Fläche ausgerichtet ist und mit der der Eintrittsquerschnitt des Eintritts EA verändert werden kann, der Rückseite (4), die im Winkel von 30° zur Vertikale angeordnet ist und dem Zwischenteil (5), in das die Platte fixiert wurde. Der Abstand zwischen beiden Gaseintritten wird mit a gezeichnet.

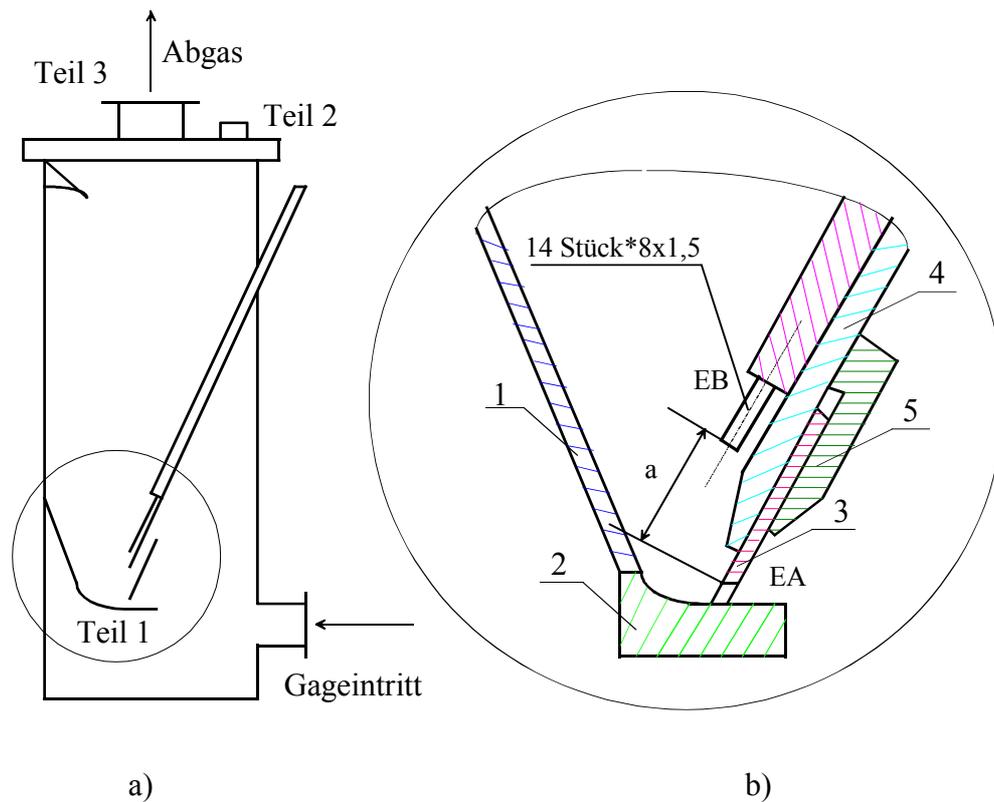


Bild 3.3: Schema a) des Strahlschichtapparats und b) des Gasverteilerelements; Teil 1 – Gasverteilerelement, Teil 2 – Feststoffeintritt, Teil 3 – Gasaustritt; 1 – Vorderteil, 2 – Unterteil, 3 – Platte aus Plexiglas, 4 – Rückseite, 5 – Zwischenteil.

3.2.2 Beschreibung der Versuchsanlage

Für die Durchführung experimenteller Untersuchungen wurde ein spaltförmiger Strahlschichtapparat mit zwei Gaseingängen gebaut. Der grundlegende Aufbau dieser kleintechnischen Versuchsanlage und der dazu gehörenden Messtechnik wird in Bild 3.4 dargestellt. Die Anlage besteht aus dem Strahlschichtapparat, der Beruhigungskammer, dem

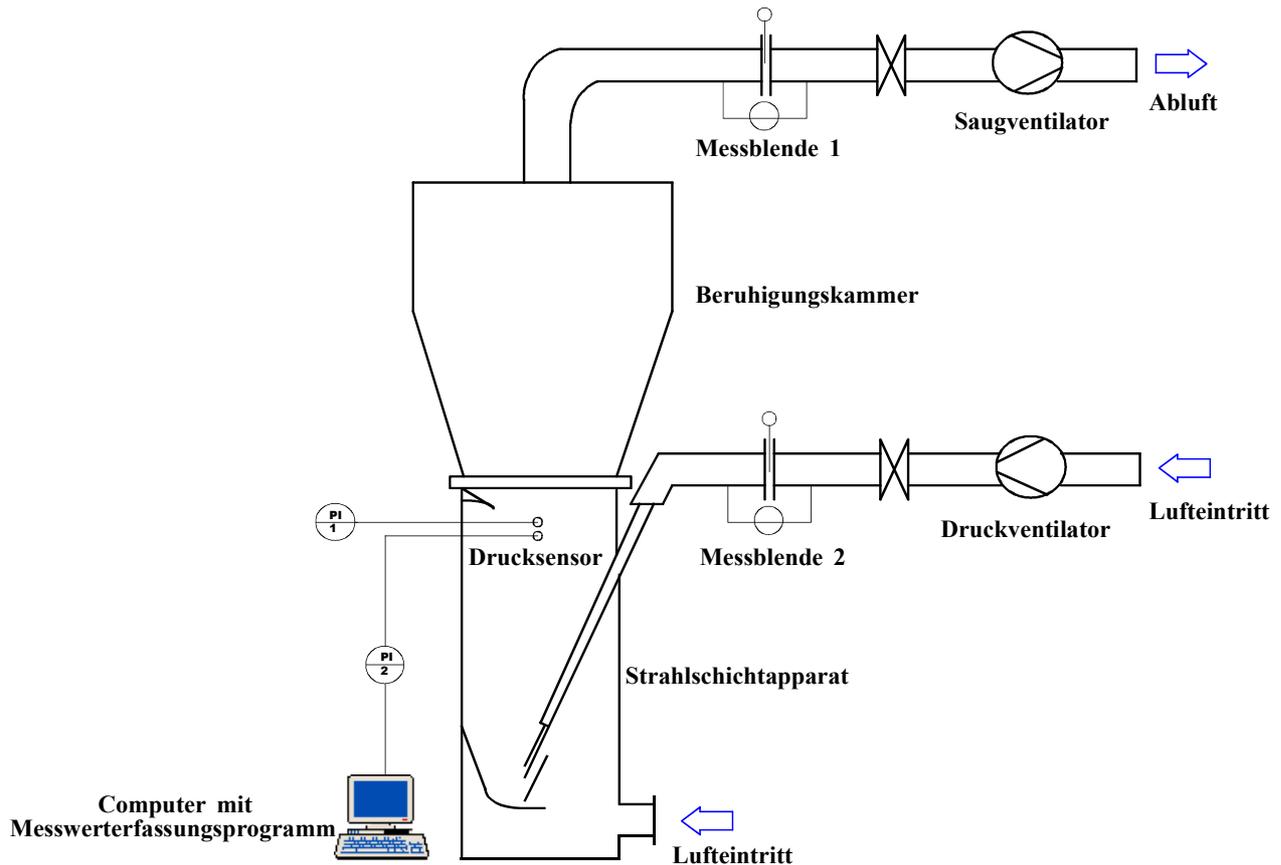


Bild 3.4: Schema der Strahlschichtanlage: Strahlschichtapparat, Beruhigungskammer, Drucksensor, Rechner mit Messwerterfassungsprogramm, Messblende, Drosselklappen, Ventilatoren.

Drucksensor und dem Rechner mit dem Messwerterfassungsprogramm. Als Fluid wurde Luft mit Umgebungstemperatur verwendet. Die Luft wurde mit Hilfe eines saugenden Ventilators (Staubsauger vom Typ IC 445) aus der Umgebung durch den Eintritt EA (siehe Bild 3.3b) angesaugt und mit Hilfe eines drückenden Ventilators durch den Eintritt EB transportiert (Staubsauger vom Typ CV-95OLL). Der Luftdurchsatz der beiden Eingänge wurde mit zwei Blenden gemessen und mit zwei Drosselklappen reguliert. Der Feststoffaustritt erfolgt durch Öffnen des Gasverteilers (Teil 1, Bild 3.3a). Teil 2 ist der Feststoffeintritt in den Apparat, Teil 3 der Gasaustritt.

Die Strahlschichtanlage ist mit einem Drucksensor (Typ PR-25/8735.1 von Firma „Keller HCW“ GmbH) und entsprechender Messtechnik komplettiert. Die analogen Signale werden über eine A/D-Karte digitalisiert und auf dem Computer mit dem Messwerterfassungsprogramm DIA/DAGO online visualisiert und gespeichert. Die Kalibrierung des Drucksensors erfolgte mittels U-Rohr-Wassermanometer. Der Drucksensor besitzt einen Messbereich von $-0,3$ bar bis $+0,3$ bar und hat eine Genauigkeit von $0,5\%$. Der Bezugsdruck

wird auf den Umgebungsdruck bezogen. Deshalb ist die Nullpunktverschiebung bei Änderung der Lage des Sensors sowie bei Temperatur und Luftdruckänderungen empfindlich. Der Drucksensor muss sehr häufig neu kalibriert werden. Aufgrund der Zielstellung, die Arbeitsregime anhand der Schwingungen des Fluidisierungsgases zu bestimmen, ergab sich die Festlegung der Anordnung des Drucksensors oberhalb der Schicht.

3.2.3 Prozessparameter und Versuchsdurchführung für Apparat ohne Schicht

Die Bestimmung des Apparatedruckverlustes wurde an dem genannten Strahlschichtapparat mit den Abmessungen 200 x 250 x 600 durchgeführt. Dabei wurden die folgenden Einflussparameter variiert:

- der Abstand zwischen beiden Eingängen,
- der Luftvolumendurchsatz am Eintritt EA und Eintritt EB und
- der Querschnitt des Eintritts EA.

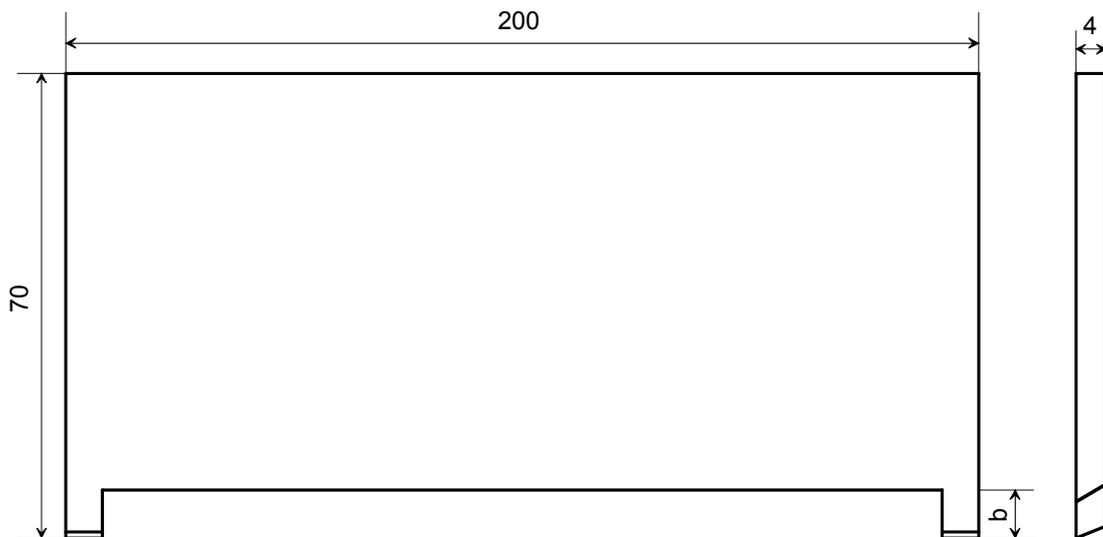


Bild 3.5: Die Platte aus Plexiglas, mit der der Eintrittsquerschnitt des Eingangs EA verändert wird.

Der Apparat hat zwei Gaseingänge. Der Querschnitt des Eingangs EB (Bild 3.3b) bleibt bei allen Versuchen konstant $A_{EB} = 2,75 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$. Der Querschnitt des Eingangs EA (Bild 3.3b) wurde von $A_{EA} = 2 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$ bis $A_{EA} = 18 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$ verändert. Die Platte, mit der der Eintrittsquerschnitt verändert wurde, ist in Bild 3.5 gezeigt. Mit Hilfe von b wurde der Querschnitt des Eintritts EA verändert. Weiterhin wurden auch Versuche bei unterschied-

lichen Luftvolumenströmen des Gaseintritts EB \dot{V}_{EB} von 17,5 m³/h bis 58,12 m³/h durchgeführt.

3.2.4 Experimentelle Ergebnisse zur Untersuchung des Apparatedruckverlustes

Ziel der Versuchsreihe war die Untersuchung des Druckverlustes des leeren Apparates. So wurde die Abhängigkeit des Druckverlustes von der gesamten Gasbelastung ($\dot{V}_{EA} + \dot{V}_{EB}$) bei verschiedenen Abständen dargestellt (siehe Bilder 3.6, 3.8, 3.9).

Beispielsweise ist bei $a = 40 \text{ mm}$ zu sehen (Bild 3.6), dass bei den größeren Querschnitten (größer als $A_{EA} = 6 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$) solche Bereiche existieren, bei denen mit Steigerung der Gasbelastung der Druckverlust fast konstant bleibt. Um eine lineare Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasbelastung zu erreichen, ist es nötig, eine bestimmte minimale Gasmenge entsprechend einer genügenden Gasgeschwindigkeit einzusetzen.

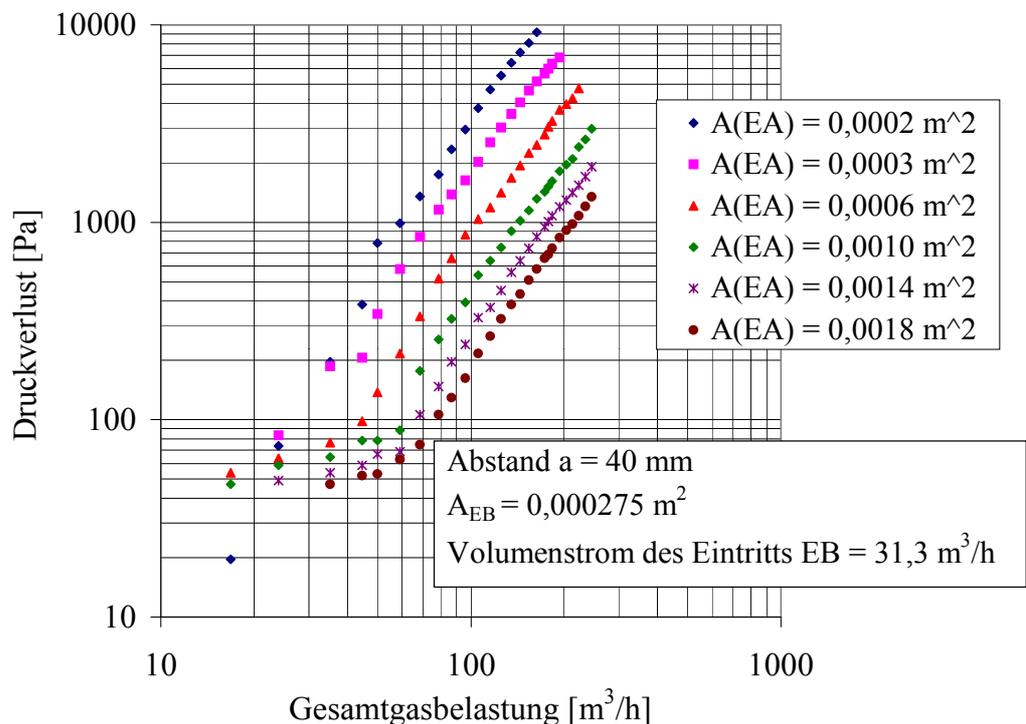


Bild 3.6: Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasbelastung beim Abstand $a = 40 \text{ mm}$.

Für den prismatischen Apparat mit einem Gaseingang (Bild 3.1d) existieren solche fast linearen Bereiche nicht (Bild 3.7). Die experimentellen Ergebnisse, die auf den Bildern 3.6,

3.8 und 3.9 dargestellt wurden, zeigen, dass Eintritt EB einen wesentlichen Einfluss auf den Apparatedruckverlust nur bei kleinerem Gesamtvolumenstrom (von $20 \text{ m}^3/\text{h}$ bis $60 \text{ m}^3/\text{s}$) und $A_{EA} \geq 10 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$ hat. Bei kleineren Querschnitten des Eingangs EA ist die Geschwindigkeit groß genug, um einen Druckverlust zu verursachen. Je größer der Abstand a ist, desto

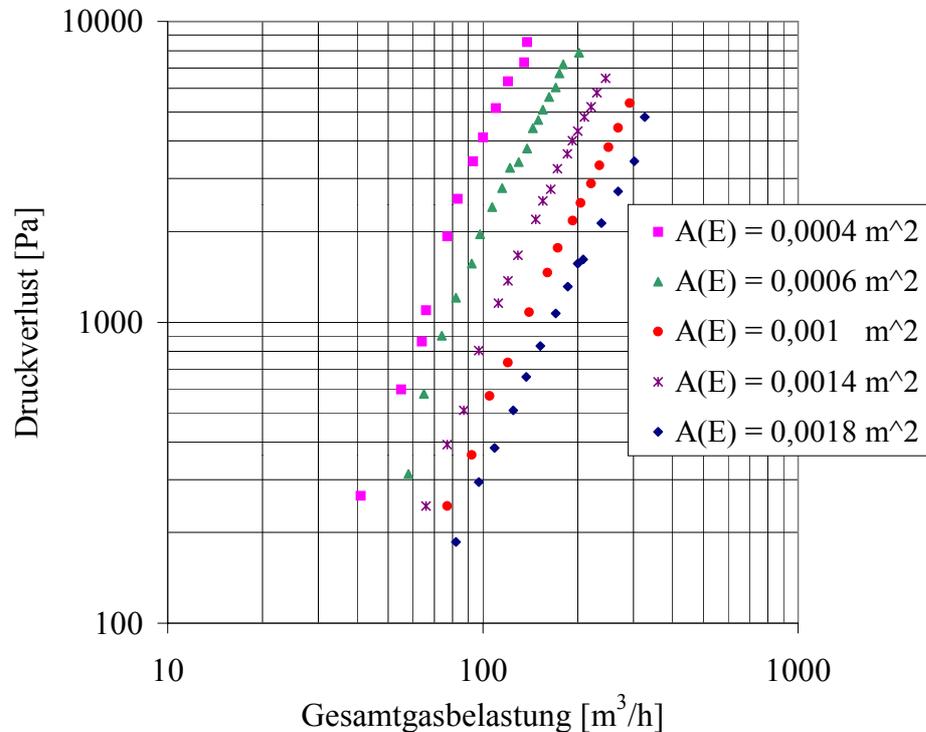


Bild 3.7: Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasbelastung für prismatischen Apparat mit einem Gaseingang.

geringer ist dieser Einfluss (Bilder 3.8 und 3.9) und der Kurvenverlauf für den Abstand $a = 100 \text{ mm}$ ist ähnlich wie beim Apparat mit einem Gaseintritt. Die analytische Auswertung der Messergebnisse zeigt, dass die Abhängigkeit des Apparatedruckverlustes vom Fluidvolumenstrom potentiell ist (zweite Potenz des Druckverlustes vom Fluidvolumenstrom). Der Regressionskoeffizient beträgt 0,9806.

Stellt man die Abhängigkeit des Druckverlustes vom Querschnitt des Eintritts EA bei verschiedenen Abständen zwischen beiden Eingängen und $\dot{V}_{EA} = 96 \text{ m}^3/\text{h} = \text{const}$ (wobei sich der Apparatedruckverlust bei allen drei Abständen vergrößert) dar, wird deutlich, dass die Punkte übereinstimmen (Bild 3.10). Daraus wird geschlossen, dass der Abstand zwischen beiden Eingängen keinen wesentlichen Einfluss auf den Druckverlust des leeren Apparates hat.

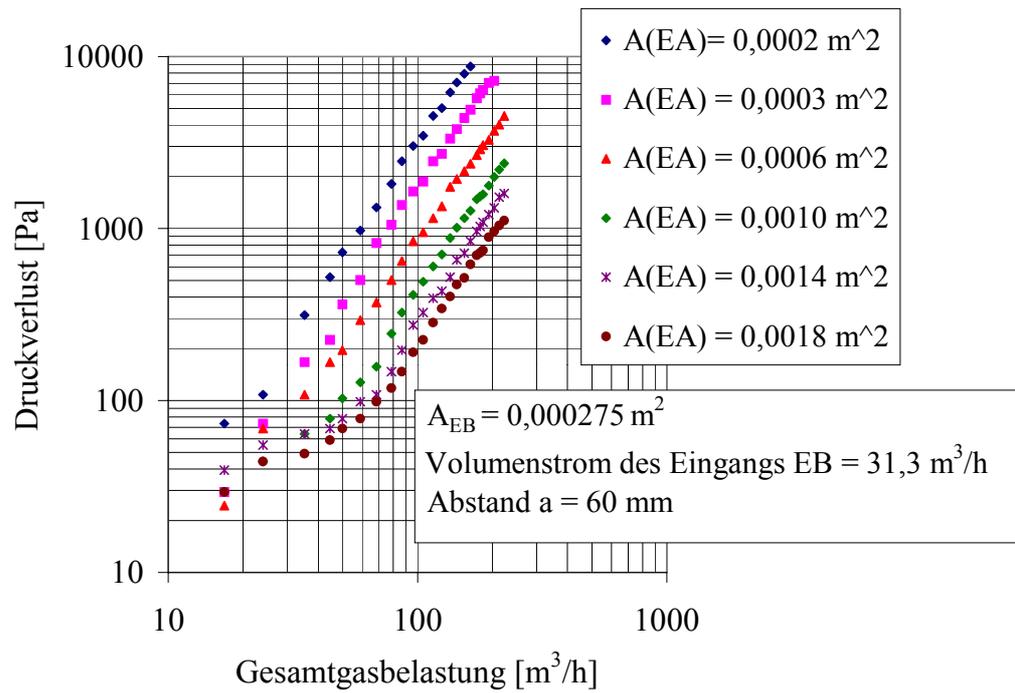


Bild 3.8: Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasbelastung bei $a = 60 \text{ mm}$.

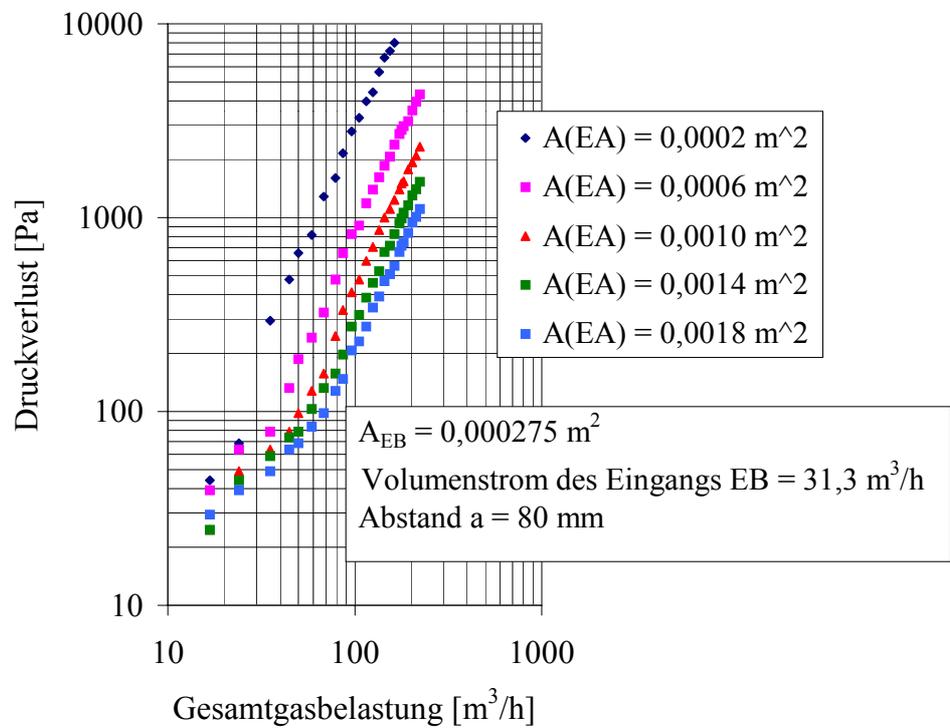


Bild 3.9: Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasbelastung bei $a = 80 \text{ mm}$.

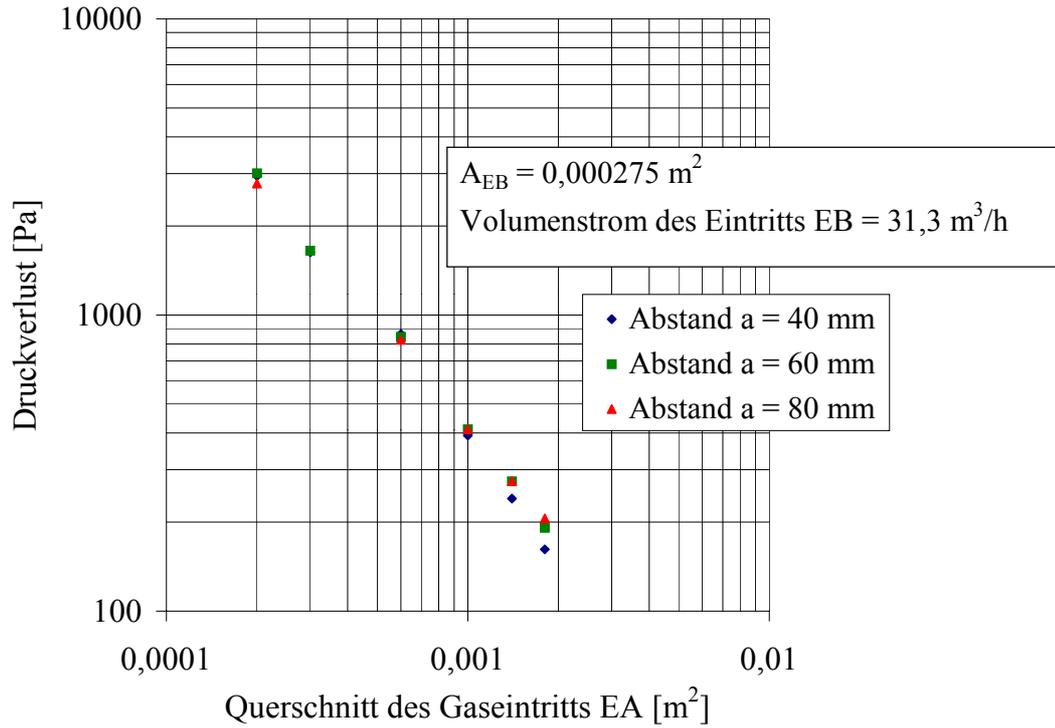


Bild 3.10: Abhängigkeit des Druckverlustes vom Querschnitt des Eintritts EA bei unterschiedlichen Abständen zwischen beiden Eingängen.

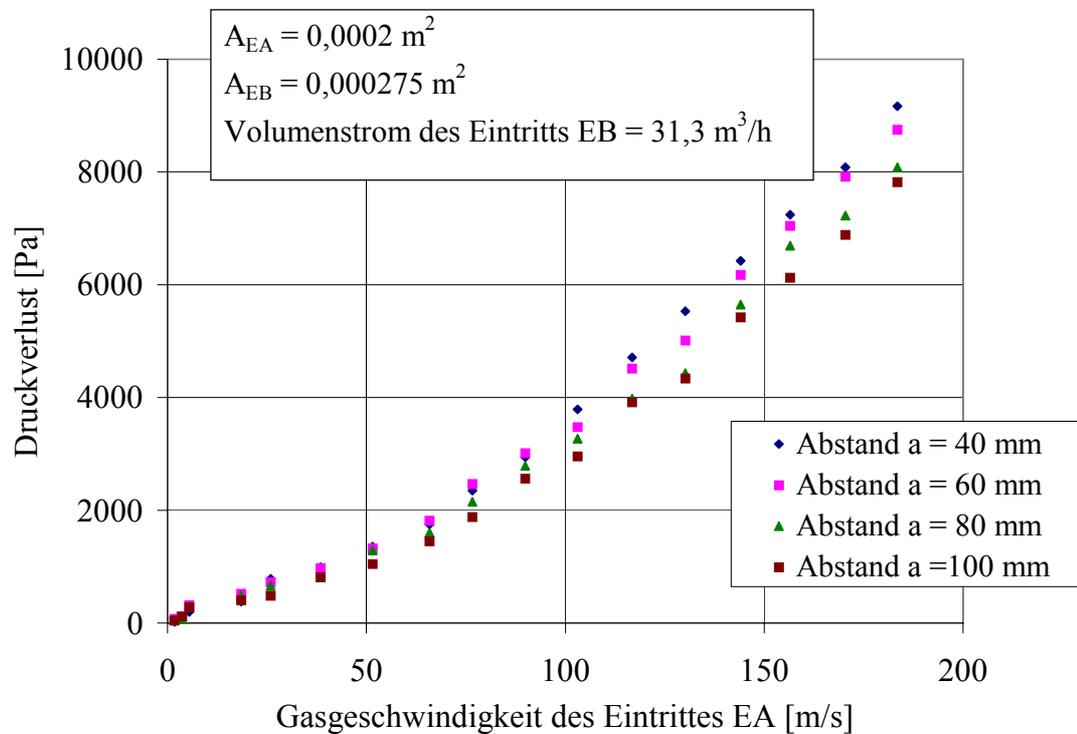


Bild 3.11: Graphische Darstellung der Abhängigkeit Apparatedruckverlust – Gasgeschwindigkeit am Eintritt EA bei $A_{EA} = 2 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$.

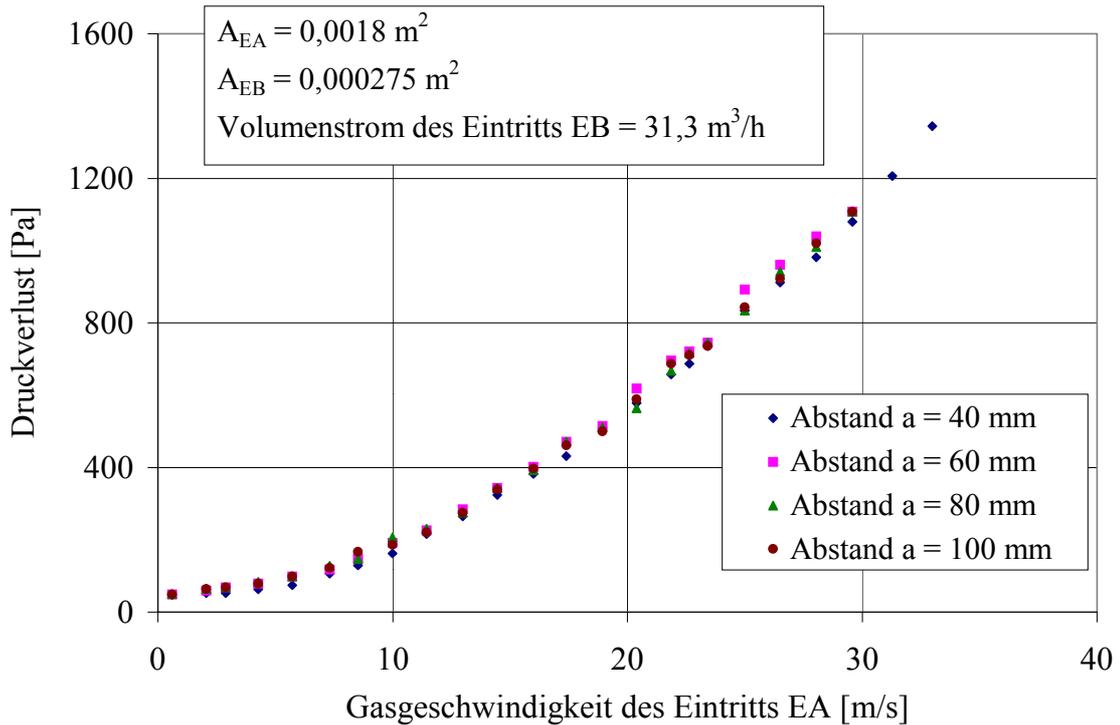


Bild 3.12: Graphische Darstellung der Abhängigkeit Apparatedruckverlust – Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA bei $A_{EA} = 18 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$.

Diese Schlussfolgerung wird auch durch die graphische Darstellung Apparatedruckverlust–Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA bestätigt (Bilder 3.11, 3.12). Bei den verschiedenen Abständen a stimmen die Punkte für den Druckverlust überein. Eine geringe Verminderung des Druckverlustes mit Steigerung der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA wurde bei kleineren Querschnitten des Eintritts EA beobachtet (Bild 3.11).

Der Einfluss des Volumendurchsatzes des Eintritts EB (\dot{V}_{EB}) ist auf den Bildern 3.13 und 3.14 zu sehen. Eine Verminderung des Druckverlustes wurde mit der Vergrößerung von \dot{V}_{EB} , wie beim Abstand $a = 60 \text{ mm}$ so auch bei $a = 100 \text{ mm}$, beobachtet.

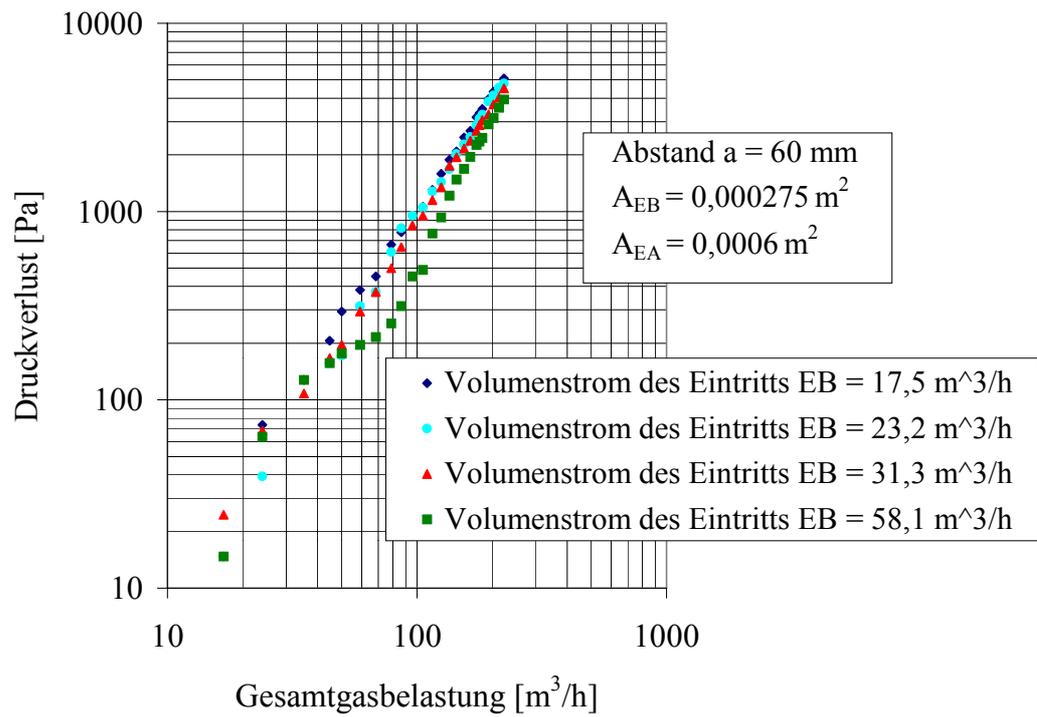


Bild 3.13: Druckverlust in Abhängigkeit von der gesamten Gasbelastung beim Abstand $a = 60 \text{ mm}$ und unterschiedlichen \dot{V}_{EB} .

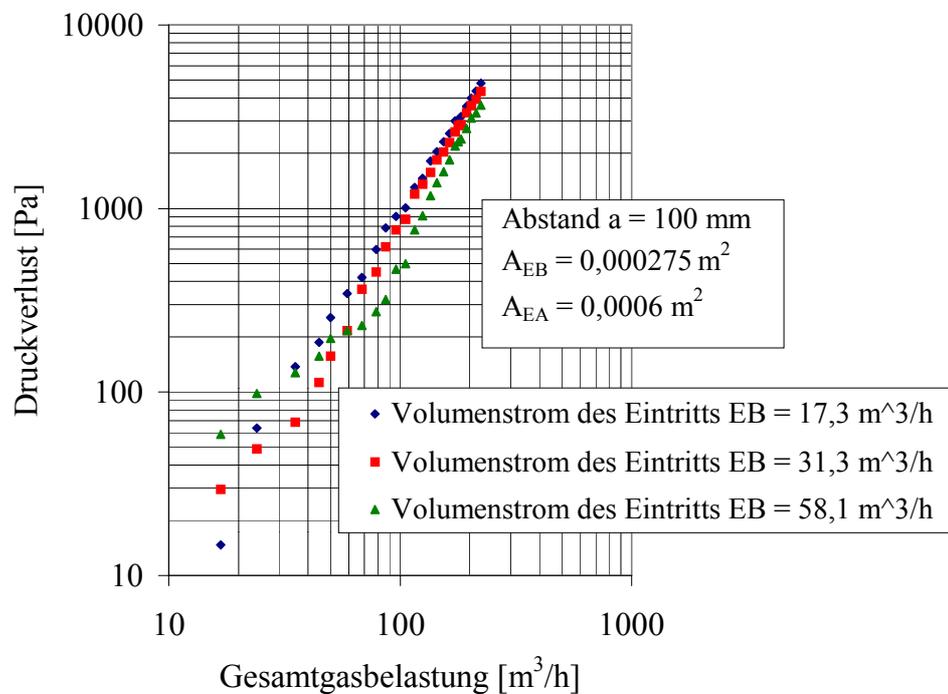


Bild 3.14: Druckverlust in Abhängigkeit von der gesamten Gasbelastung beim Abstand $a = 100 \text{ mm}$ und unterschiedlichen \dot{V}_{EB} .

3.3 Fluiddynamik der Strahlschicht

Die Bestimmung des maximalen Schichtdruckverlustes, der minimalen Sprudelgeschwindigkeit und der Gasgeschwindigkeit am Anfang der stabilen Fluidisation der Schicht hat für die Praxis eine große Bedeutung.

Die Wechselwirkung der körnigen Materialien mit aufsteigendem Gas- oder Flüssigkeitsstrom, charakterisiert durch die sehr gute Teilchendurchmischung wird als stabile Schicht bezeichnet.

Eine Strahlschicht ist dann als stabil zu bezeichnen, wenn die gesamte Schichtmasse fluidisiert, eine vollständige Durchmischung des Feststoffes erfolgt und kein Austrag von Feststoffteilchen zu verzeichnen ist. Für jede Strahlschicht kann ein Existenzbereich angegeben werden, in dem die Schicht pneumatisch stabil arbeitet.

Die Ausbildung einer stabil arbeitenden Strahlschicht ist an ganz bestimmte konstruktive, material-, schicht- und fluidspezifische Parameter gebunden [101]. Eine Strahlschicht kann erzeugt werden, indem in einen nach oben hin konisch erweiterten Apparat an der untersten Stelle ein Fluidstrom eingeleitet wird. Dieser Fluidstrom versetzt das im Apparat befindliche disperse Feststoffsystem in einen Fluidisationszustand.

3.3.1 Prinzipielle Darstellung des Verhältnisses $\Delta P - w$

Die Fluiddynamik einer Strahlschicht ist durch einen spezifischen Verlauf des Druckverlustes in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit charakterisiert.

Wie bei der Wirbelschicht haben auch bei der Strahlschicht die Untersuchungen [76, 87, 35, 68, 66, 52, 60, 21, 91] der Grenzbedingungen des Übergangs vom Festbett zum Strahlschichtregime eine große Bedeutung. Die Erforschung dieses Regimes ist zur Berechnung der minimal nötigen Gasmenge und zur Bestimmung des zu überwindenden maximalen Anlaufdruckverlustes notwendig. Jedoch besitzt die Strahlschichttechnik auch Nachteile. So muss der maximale Druckverlust beim Anfahrvorgang erst einmal überwunden werden, damit die Schicht danach stationär arbeiten kann. Außerdem kann der Ringraum bei Produkten, die zur Verklebung neigen, leicht verstopfen [39]. *Mathur* und *Gishler* [69, 70] haben zum ersten mal bei ihren systematischen Untersuchungen der Strahlschicht als fluiddynamisches System das Vorhandensein des sehr hohen Druckverlustes im Moment des Übergangs der Schicht in einen Strahlschichtzustand festgestellt. Es lassen sich deutlich die

bekannten fluiddynamischen Zustände der Strahlschicht erkennen. Die Kurven zeigen einen spezifischen Verlauf. Man erkennt ein ausgeprägtes Maximum des Druckverlustes, das dem Schichtdurchbruch entspricht. Der Übergangsmechanismus vom Festbett zu einer Strahlschicht (Kanäle, Blasen- und Kolbenbildung), der bei der Steigerung der Gasgeschwindigkeit möglich ist, wird mit der graphischen Abhängigkeit Druckverlust-Gasgeschwindigkeit dargestellt (Bild 3.15) [78, 59]. Das Bild 3.15 zeigt, dass der maximale Druckverlust im Regime einer gut ausgeprägten Strahlschicht fast 2 mal größer als der Arbeitsdruckverlust ist. Dieser Kurvenverlauf wurde durch die fluiddynamischen Untersuchungen von *Mitev* [104], *Markovski* [68] und *Kunii* [59] bewiesen. Mit der Steigerung der Gasgeschwindigkeit sind folgende Erscheinungen zu beobachten:

- Bei geringer Gasgeschwindigkeit verhält sich das Feststoff-Fluid-System wie eine durchströmte Schüttung, d. h., die Feststoffteilchen befinden sich in Ruhe, bilden also eine feste Schicht. Das Gas passiert die feste Schicht, ohne die Partikelanordnung zu stören. Die Gasgeschwindigkeit in der Schicht ist immer geringer als die Wirbelpunktgeschwindigkeit. Der Druckverlust steigt in diesem Bereich mit der Erhöhung der Gasgeschwindigkeit an (von Punkt A bis Punkt B).
- Wird die Gasgeschwindigkeit über die Wirbelpunktgeschwindigkeit der Feststoffteilchen gesteigert, bildet sich über der Eintrittsöffnung ein Hohlraum aus, der auch Kaverne genannt wird. In diesem Hohlraum beginnen die ersten Teilchen zu wirbeln und bilden dabei eine Art Walze aus. Es liegt also eine teilweise fluidisierte Schicht vor. Die verdichtete Kuppel des Hohlraumes bewirkt einen großen Widerstand auf den Gasstrom, was dazu führt, dass auch der Druckverlust ansteigt.

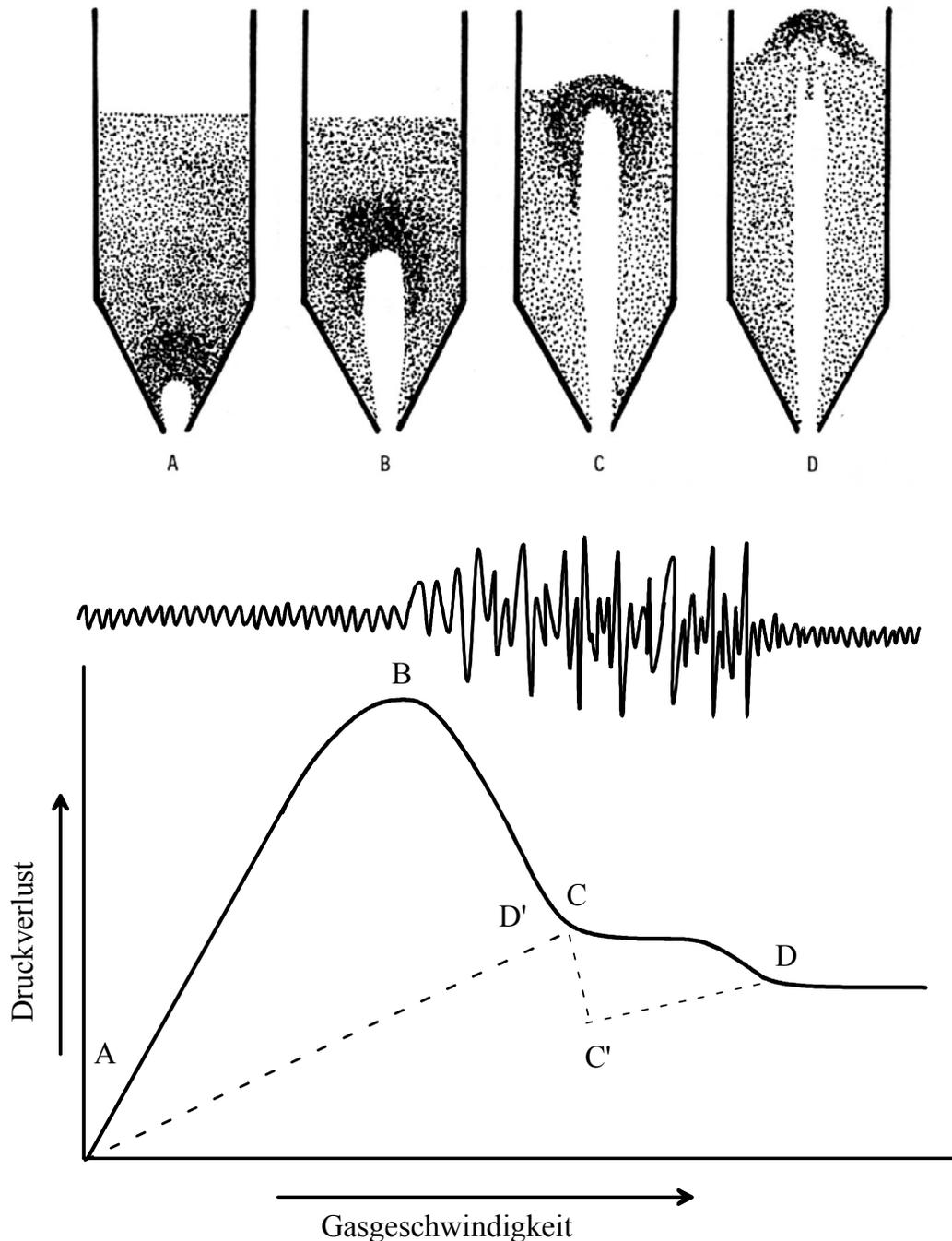


Bild 3.15: Prinzipielle Darstellung des Verhältnisses $\Delta P - w$ nach Mitev [78] und nach Kunii [59].

- Mit der Steigerung der Gasgeschwindigkeit kommt es zu einer Vergrößerung der Kaverne und mehr Teilchen beginnen zu wirbeln. Die Kaverne wird zu einer inneren Fontäne ausgedehnt. Oben auf dieser Fontäne existiert immer noch eine Kuppel aus verdichteter Schicht. Auch der Druckverlust steigt weiter an und erreicht fast seinen Maximalwert kurz vor dem Durchbrechen der Feststoffschicht (ΔP_{\max} im Punkt B).

- Mit der Steigerung der Gasgeschwindigkeit reißt die innere Fontäne die Schicht auf. Deswegen vermindert sich ΔP an der Linie BC bis zum Punkt C.
- Bei einer geringfügigen Steigerung der Gasgeschwindigkeit über den Punkt B hinaus kommt es zum Durchbrechen der Schicht nach dem Punkt C (genannt Anfangspunkt der Fluidisation). Dabei wird die Konzentration der Stoffteilchen im Bereich unmittelbar über der inneren Fontäne stark vermindert, was einen starken Druckabfall bis zum Punkt D hervor ruft (genannt Strahlanfangspunkt).
- Bei einer weiteren Steigerung der Gasgeschwindigkeit strömt das Gas durch den Kern, in dem der Druckverlust am niedrigsten ist. Dabei vergrößert sich die Höhe der Fontäne ohne eine merkbare Steigerung des Druckverlustes, der nach dem Punkt D nahezu konstant bleibt.

Die experimentellen Untersuchungen von *Mitev* [78] zeigen, dass jeder pneumatische Bereich einen charakteristischen Zeitverlauf der Gasschwingungen aufweist. Im Festbettbereich haben die regelmäßigen Schwingungen eine geringe Amplitude. Im Kanalbereich sind die Amplitude und die Frequenz der Schwingungen unregelmäßig und größer. So ist das auch in den Pulsations- und Kolbenbereichen. Am Punkt D beginnt die pneumatisch stabile Arbeit, d. h., die Amplitude und die Frequenz der Schwingungen sind gleichmäßig.

Da sich der Apparat nach oben konisch erweitert, wird die hohe Geschwindigkeit wieder abgebaut und die durch die Fontäne mitgerissenen Teilchen fallen wieder auf Grund der Gravitationskraft in die Schicht zurück. Dort bleiben die Feststoffteilchen aber nicht in Ruhe, sondern werden durch den Gasstrom wieder nach oben gerissen und der Vorgang beginnt von vorn.

Wird die Gasgeschwindigkeit soweit verringert, dass die Strahlenergie noch ausreicht, um die Adhäsionskräfte der Teilchen der Schicht zu überwinden, bleibt das Sprudelregime existent. Mit der punktierten Linie ist die Veränderung des Druckverlustes bei Verminderung der Gasgeschwindigkeit dargestellt. Wie zu sehen ist, bleibt die Schicht bis zum Punkt C' im Sprudelzustand. Dieser Punkt entspricht der unteren Grenze des Sprudelbereichs. Bei einer weiteren geringen Verminderung der Geschwindigkeit bricht der Strahl, also das Sprudelregime, zusammen. Dabei steigt der Druckverlust bis zum Punkt D' an. Bei D' ist ein Maximum zu beobachten, das aus dem Energieaufwand für die Veränderung der Schicht resultiert. Dieser Druckverlust ist wesentlich geringer als das Maximum des Anfahrvorganges. Bei einer weiteren Verringerung der Gasgeschwindigkeit vermindert sich

der Druckverlust auf der Linie D'A. Dabei ist für das Zusammenbrechen der Fontäne keine Energie mehr erforderlich.

Für alle Prozesse, die in der Strahlschicht ablaufen, ist es wichtig, den Einfluss der Wärmebedingungen des Prozesses und dessen Pneumatik zu untersuchen. Für die Praxis ist die Bestimmung des Schichtdruckverlustes und der minimalen Gasgeschwindigkeit, bei der sich das Material gleichmäßig über den ganzen Querschnitt des Apparates vermischt, von großer Bedeutung. Die Größe der minimalen Gasgeschwindigkeit ist eindeutig von den Feststoff- und Fluideigenschaften und von der Apparategeometrie abhängig.

Beispiel konischer Apparat [91]:

Ein Beispiel für einen konischen Apparat und für unterschiedliche Schichtmassen (Glaskugeln mit Durchmesser 3 mm) ist in Bild 3.16 zu sehen. Die punktierten Linien sind diejenigen, die den Bereich zwischen dem Anfang und dem Ende der Fluidisation abgrenzen. Mit gestrichelten Linien sind die Verläufe für die Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit für unterschiedliche Schichthöhen dargestellt. Es ist in Bild 3.16 zu sehen, dass die Schichthöhe einen wesentlichen Einfluss auf die Gasgeschwindigkeit am Anfang der Fluidisation und am Anfang der Strahlschicht (jet spouting) hat. Die Strahlschicht mit der maximalen Schichthöhe prägt sich erst bei der größten Gasgeschwindigkeit aus.

Allgemeine Charakteristiken der Strahlschicht (jet spouting in Bild 3.16) sind: hohe Gasgeschwindigkeit, hohe Porosität (größer als 0,75 in Abhängigkeit von den Prozessbedingungen), zyklische Bewegung der Partikel und pneumatische Verhältnisse, die sich von der konventionellen Wirbelschicht unterscheiden.

Die pneumatischen Unterschiede zur konventionellen Wirbelschicht sind folgende:

- keine Hysterese in der Abhängigkeit Druckverlust–Gasgeschwindigkeit
- die experimentellen Ergebnisse für den Beginn der Strahlschicht (spouting in Bild 3.16) entsprechen nicht den Korrelationen, die für die Wirbelschicht angewendet werden
- es gibt kaum Probleme mit der Instabilität, obwohl die pneumatischen Regimes sehr von den geometrischen Faktoren des Apparates abhängen.

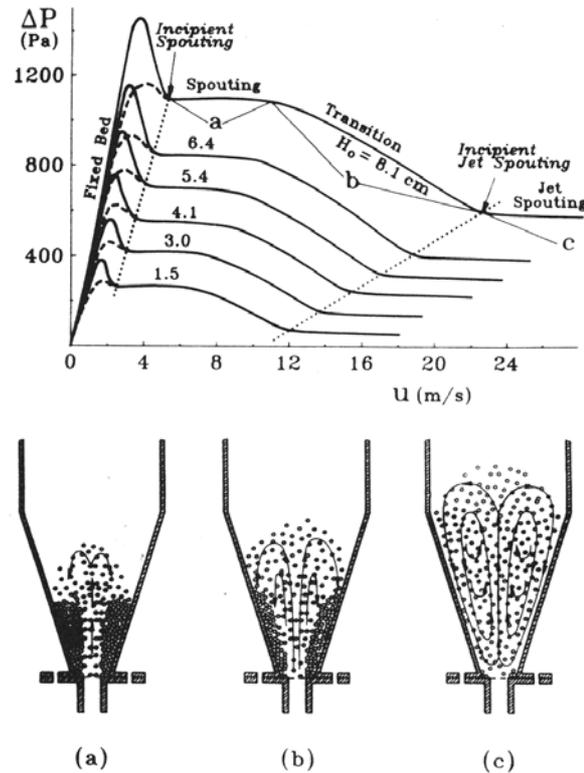


Bild 3.16: Schichtdruckverlust in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit für unterschiedliche Schichtmassen und verschiedene Fluidisationsregimes nach Olazar [91].

Nach der komplexen Methode der nichtlinearen Regression der experimentellen Daten wurden die Anpassungsparameter ermittelt und so wurde von *Olazar et al.* [91] folgende Gleichung für die Berechnung der minimalen Gasgeschwindigkeit vorgeschlagen:

$$(\text{Re}_0)_{ms} = 0,126 Ar^{0,5} (D_b/D_0)^{1,68} [\tan(\gamma/2)]^{-0,57} \quad (3-1)$$

Der Regressionskoeffizient aus allen experimentellen Daten beträgt $r^2 = 0,964$, und der maximale relative Fehler liegt unter 8%. Die präzise Anpassung belegt die allgemeine Anwendbarkeit der Gleichung (3-1) für konischen Apparat mit unterschiedlichen geometrischen Charakteristiken. Der Gültigkeitsbereich der Gleichung (3-1) liegt in den folgenden Grenzen: Konuswinkel $20^\circ - 45^\circ$, Höhe des konischen Abschnitts 36 cm – 60 cm, Apparatedurchmesser 36 cm, Apparatebodendurchmesser 3 cm - 6 cm, Partikeldurchmesser 1 mm - 25 mm und Partikeldichte $240 \text{ kg/m}^3 - 3520 \text{ kg/m}^3$.

Beispiel Zweikammerstrahlschichttrockner [75]:

Typische Verläufe für Polypropylen (Partikeldurchmesser $d_p = 3 \cdot 10^{-3} \text{ m}$) und bei zwei unterschiedlichen Gaseintrittsquerschnitten sind in Bild 3.17 für einen Zweikammerstrahlschichttrockner (Bild 3.18) dargestellt [75]. Auf Grund der experimentellen

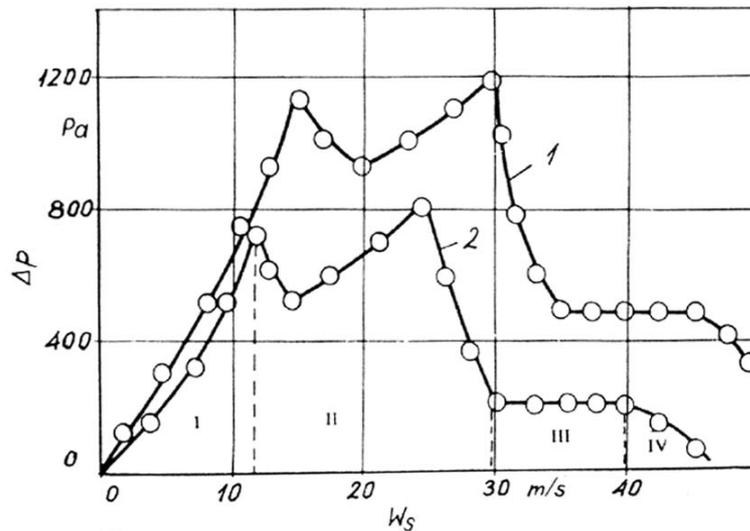
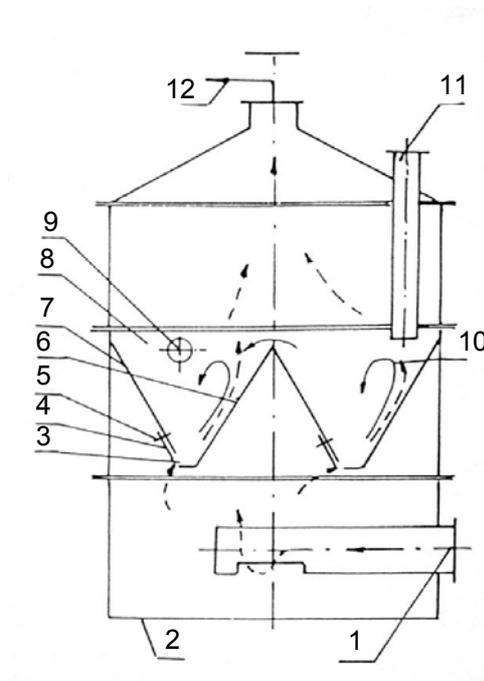


Bild 3.17: Druckabfall über die Strahlschicht als Funktion der Gasgeschwindigkeit am Apparateintritt und bei zwei unterschiedlichen Gaseintrittsquerschnitten (Kurven 1 und 2); I Kanalbildung; II Übergangsbereich; III Arbeitszone; IV Materialaustrag [75].



Ergebnisse wurde festgestellt, dass verschiedene Fluidisierungsregimes existieren (Zone I, II, III und IV). Nach dem maximalen Schichtdruckverlust in der ersten Kontaktstufe (Zone I) bis zum Bereich der stabilen Fluidisation (Zone III) infolge der Feststoffbewegung wurden Kanäle und Blasenbildung beobachtet (Übergangszone II). Bei einer Gasgeschwindigkeit von über 40 m/s werden Partikel aus dem Apparat ausgetragen. Es sind zwei ausgeprägte Maxima des Druckverlustes erkennbar, die dem Schichtdurchbruch der zwei Kammerstufen entsprechen. Dieser spezifische pneumatische Effekt

Bild 3.18: Schema des Zweikammer-Strahlschichttrockners.

lässt sich höchst-wahrscheinlich mit der völlig statischen Anordnung der Teilchen am Eintritt der beiden Stufen erklären, die zu unterschiedlichen Schlitzwiderständen führt. Dementsprechend kommt es nie zum gleichzeitigen Durchbruch der Wirbelschicht in den beiden Kontaktstufen.

Beispiel zylindrisch-konischer Apparat [68]:

Für die Strahlschicht (Bauform nach Mathur [71], Bild 3.1c) typische Druckverlustverläufe sind in Bild 3.19 zu sehen (jet spouted bed [68]). Mit der Steigerung der Schichtmasse wurde eine zunächst instabile Schicht mit charakteristischen Schwankungen des Druckverlustes beobachtet. Mit weiterer Vergrößerung der Gasgeschwindigkeit verschwinden die Schwankungen. Dasselbe Ergebnis wurde auch bei der Steigerung des Partikeldurchmessers beobachtet (nicht dargestellt). Die experimentellen Daten entsprechen folgender Gleichung

$$(\text{Re}_0)_{ms} = 2,8 * 10^{-2} Ar^{0,57} (H_0/D_0)^{0,48} (D_c/D_0)^{1,27} \quad (3-2)$$

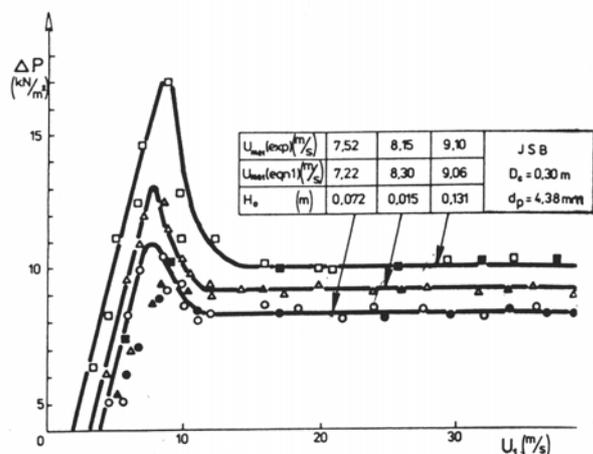


Bild 3.19: Typische Verläufe des Schichtdruckverlustes nach Markovski [68].

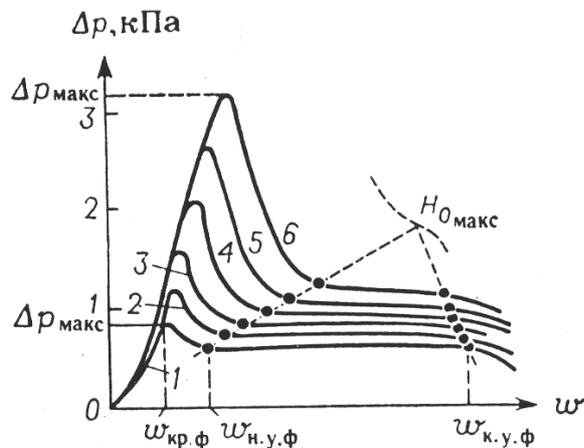


Bild 3.20: Schichtdruckverlust in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit nach Romankov, [104].

Diese Abhängigkeit wurde für folgende Bereiche der dimensionslosen Zahlen gefunden:

- Ar von $3 * 10^6$ bis $8,5 * 10^7$
- H_0/D_0 von 0,6 bis 2,3

- D_c/D_0 von 3,78 bis 7,75

wobei H_0 – die Schichthöhe, D_0 – der Apparatebodendurchmesser und D_c – der Durchmesser des konischen Teils eines konischen Apparates sind.

$(Re_0)_{ms}$ erfasst die Gasgeschwindigkeit am Gaseintritt. Der Korrelationskoeffizient wird $r^2 = 0,988$ abgegeben.

Beispiel zylindrischer Apparat [104]:

Ein Beispiel für einen zylindrischen Apparat (Bauform nach *Romankov* mit Konuswinkel 28° , Apparatedurchmesser 220 mm, Bodendurchmesser 53 mm und Schichthöhe von 100 bis 250 mm, Bild 3.1a) ist in Bild 3.20 dargestellt. Es ist zu sehen, dass der Strahlschichtprozess durch drei Gasgeschwindigkeiten charakterisiert ist:

- eine kritische Geschwindigkeit w_{wp} , die dem maximalen Schichtdruckverlust entspricht,
- eine Geschwindigkeit am Anfang der stabilen Fluidisation der Schicht $w_{Sch,min}$ und
- eine Geschwindigkeit am Ende der stabilen Fluidisation w_{End} .

Nach der Geschwindigkeit w_{End} geht die Schicht zur Blasenbildung über. Die Gasgeschwindigkeit w_{wp} hängt von der Schichthöhe, der Apparategeometrie und den Stoffeigenschaften der Schüttgüter ab. Von *Romankov* und *Raschkovskaia* [104] wurde zur Berechnung der Reynoldszahl zu Beginn der Fluidisation folgende Gleichung angegeben:

$$Re_{wp} = 0,364 Re_A \left(\frac{D_b}{D_0} - 1 \right)^{0,82} \left(tg \frac{\gamma}{2} \right)^{0,1} \quad (3-3)$$

wobei D_b – der Durchmesser des Festbetts ist, und die Re-Zahl des Austrags Re_A wird nach *Todes* [33] bestimmt

$$Re_A = \frac{Ar}{18 + 0,61\sqrt{Ar}} \quad (3-4)$$

Als Charakterisierungsgröße der Schicht wird die Ar-Zahl genutzt

$$Ar = \frac{d_p^3 (\rho_p - \rho_F) g}{v_F^2 \rho_F} \quad (3-5)$$

Die rechnerische Bestimmung der Geschwindigkeit zu Beginn der Fluidisation ist schwierig, weil sie von den Partikeleigenschaften abhängig ist. Deshalb lässt sie sich am besten

experimentell bestimmen. Eine Reihe von Korrelationen sind bei *Rabinovich* [101] zu finden. *Rabinovich* und *Klimenko* [50] verglichen die nach *Mathur* [70] berechneten Ergebnisse mit den experimentellen Daten verschiedener Autoren. Sie stellten eine gute Übereinstimmung fest und gaben zur Berechnung von $w_{Sch,min}$ folgende Gleichung an:

$$w_{Sch,min} = \frac{d_p}{D_b} \left(\frac{D_0}{D_b} \right)^{0,33} \left(2gH_0 \frac{\rho_p - \rho_F}{\rho_F} \right)^{0,5} \quad (3-6)$$

Von *Romankov* [104] wurde herausgefunden, dass $w_{Sch,min}$ mit der Erhöhung der Schichthöhe steigt und fast zwei mal kleiner als w_{wp} ist. Von anderen Autoren [117] wurde folgende Gleichung zur Berechnung der Reynolds-Zahl angegeben:

$$Re_{Sch,min} = 0,706 Re_A \left(\frac{D_b}{D_0} - 1 \right)^{0,82} \left(\operatorname{tg} \frac{\gamma}{2} \right)^{0,1} \quad (3-7)$$

Die Gleichung (3-7) ist gültig für Konuswinkel von 30° bis 50° und D_b/D_0 von 2 bis 4.

Nach dem Bereich der stabilen Arbeit wurde für Partikel mit $Ar < 10^4$ pulsierende Schicht und für Partikel mit größeren Ar -Zahlen Blasenbildung beobachtet. Die Gasgeschwindigkeit w_{End} am Ende des Bereiches der stabilen Arbeit hat auch große Bedeutung, weil die Fluidisation nach w_{End} unregelmäßig ist. Aus den experimentellen Daten lässt sich eine Gleichung zur Berechnung der Re_{End} -Zahl formulieren [104]:

$$Re_{End} = 0,1763 Re_A \left(\frac{D_b}{D_0} - 1 \right)^{-0,087} \left(\frac{H_{App}}{D_0} \right)^{0,6} \left(\frac{D_c}{D_0} \right)^{0,94} \left(\operatorname{tg} \frac{\gamma}{2} \right)^{-0,323} \quad (3-8)$$

Die Gleichung (3-8) ist gültig für die selben Bereiche wie Gleichung (3-7).

Eine Auflistung von Formeln für die Berechnung der minimalen Gasgeschwindigkeit wird in der Tabelle 3.1 dargestellt.

Tabelle 3.1: Literaturangaben zur Berechnung der minimalen Gasgeschwindigkeit und der Re-Zahl zu Beginn der Fluidisation.

Autor	Gleichung	Geometrie
<i>Mathur und Gishler</i> [70]	$w_{ms} = (d_p/D_c)(D_0/D_c)^{1/3} [2gH_0(\rho_p - \rho_F)/\rho_F]^{1/2}$ (3-9)	zylindrisch

<i>Thorley</i> [111]	$w_{ms} = (d_p/D_c)(D_0/D_c)^n [2gH_0(\rho_P - \rho_F)/\rho_F]^{1/2} \quad (3-10)$ <p>für $\gamma=45^\circ$ ist $n=0,23$ für $\gamma=85^\circ$ ist $n=0,13$</p>	konisch
<i>Nikolaev und Golubev</i> [90]	$(\text{Re})_{ms} = 0.051Ar^{0.59}(D_0/D_c)^{0.1}(H_0/D_c)^{0.25} \quad (3-11)$	konisch
<i>Gorshtein und Mukhlenov</i> [34]	$(\text{Re}_0)_{ms} = 0.174Ar^{0.50}(D_b/D_0)^{0.85}[\tan(\gamma/2)]^{-1.25} \quad (3-12)$	konisch
<i>Tsvik et al.</i> [114]	$(\text{Re}_0)_{ms} = 0.4Ar^{0.52}(H_0/D_0)^{1.24}[\tan(\gamma/2)]^{0.42} \quad (3-13)$	konisch
<i>Goltstiker</i> [32]	$(\text{Re}_0)_{ms} = 73Ar^{0.14}(H_0/D_0)^{0.9}(\rho_P/\rho_F)^{0.47} \quad (3-14)$	konisch
<i>Wan-Fyong et al.</i> [117]	$(\text{Re}_0)_{ms} = 1.24(\text{Re})_{\text{End}}(H_0/D_0)^{0.82}[\tan(\gamma/2)]^{0.92} \quad (3-15)$	konisch
<i>Abdelrazek</i> [1]	$w_{ms} = \frac{1}{1.74} \left[\frac{d_p}{D_c} \left(\frac{D_0}{D_c} \right)^{1/3} \left(\frac{2gH_0(\rho_P - \rho_F)}{\rho_F} \right)^{1/2} - 0.25 \right] \quad (3-16)$	zylindrisch
<i>Gay et al.</i> [26]	$w_{ms} = 1.26 \cdot 10^7 \frac{d_p \rho_P g}{\rho_F} \left(\frac{H_0}{D_c} \right)^{0.19} \left(\frac{D_0}{D_c} \right)^{5.62} \left(\frac{\mu_F^2}{\rho_P \rho_F D_c^3 g} \right)^{0.5} \quad (3-17)$	zylindrisch
<i>Merry</i> [74]	$w_{ms} = 0.0084 \left\{ \left(\frac{H_0}{D_0} \right) \left(\frac{d_p \rho_P}{\rho_F D_0} \right)^{0.35} + 5.2 \right\}^{2.5} \gamma^{0.5} (D_0)^{0.5} \quad (3-18)$	beliebig
<i>Kmieč</i> [52]	$w_{ms} = \left(\frac{\mu_F}{d_p \rho_F} \right) \left[0.072 \left(\frac{F_W}{F_G} \right)_{ms} Ar \right]^{0.714} \quad \text{mit} \quad (3-19)$ $(F_W/F_G)_{ms} = 0.0485 \varepsilon_{ms}^{3.1} (H_0/D_c)^{2.15} \gamma$	zylindrisch- konisch
<i>Mitev</i> [78]	$\text{Re}_{\text{Ein,ASF}} = 12,2 \text{Re}_A G^{-0.8} \quad (3-20)$ <p>wobei $G = 1,09 \cdot 10^{-3} Ar^{0.507} + 4,1$</p>	konisch
<i>Mitev</i> [78]	$\text{Re}_{\text{Ein,ASF}} = 12,2 \text{Re}_A G^{-0.8} \quad (3-21)$ <p>wobei $G = 3,9 \cdot 10^{-3} Ar^{0.443} + 1,1$</p>	prismatisch
<i>Markovski und Kaminski</i> [68]	$(\text{Re}_0)_{ms} = 0.28Ar^{0.57}(H_0/D_0)^{0.48}(D_c/D_0)^{1.27} \quad (3-22)$	konisch

Chen [19]	$w_{ms} = \frac{1}{K} \sqrt{\frac{2}{3C_W}} \left(\frac{d_p}{D_0}\right)^{1/2} \left(\frac{D_0}{D_c}\right)^2 \sqrt{2gH_0 \frac{\rho_P - \rho_F}{\rho_F}} \quad \text{mit} \quad (3-23)$ $K = \sqrt{\frac{2}{3C_W}} \left(\frac{D_0}{d_p}\right)^{1/2} \left(\frac{D_0}{D_c}\right)^{2/3}$	zylindrisch
Murthy und Singh [86]	$(\text{Re}_0)_{ms} = 0.013 \left(\frac{D_0}{D_c}\right)^{0.11} \left(\frac{H_0}{D_c}\right)^{0.52} Ar^{0.70} \left(\frac{\rho_P - \rho_F}{\rho_F}\right)^{0.076} \quad (3-24)$	zylindrisch-konisch
Olazar et.al. [93]	$(\text{Re}_0)_{ms} = 0.126 Ar^{0.5} \left(\frac{D_b}{D_0}\right)^{1.68} \left[\tan\left(\frac{\gamma}{2}\right)\right]^{-0.57} \quad (3-25)$	konisch

In Bild 3.21 wurde ein Vergleich der verschiedenen in der Literatur erwähnten Gleichungen zur Berechnung der minimalen Sprudelgeschwindigkeit dargestellt. Da alle verwendeten Gleichungen für konische Strahlschichtapparate gelten, weicht die berechnete Korrelationskurve für den untersuchten spaltförmigen Strahlschichtapparat (siehe Bild 3.21, Kurve 8) von den anderen Kurven ab.

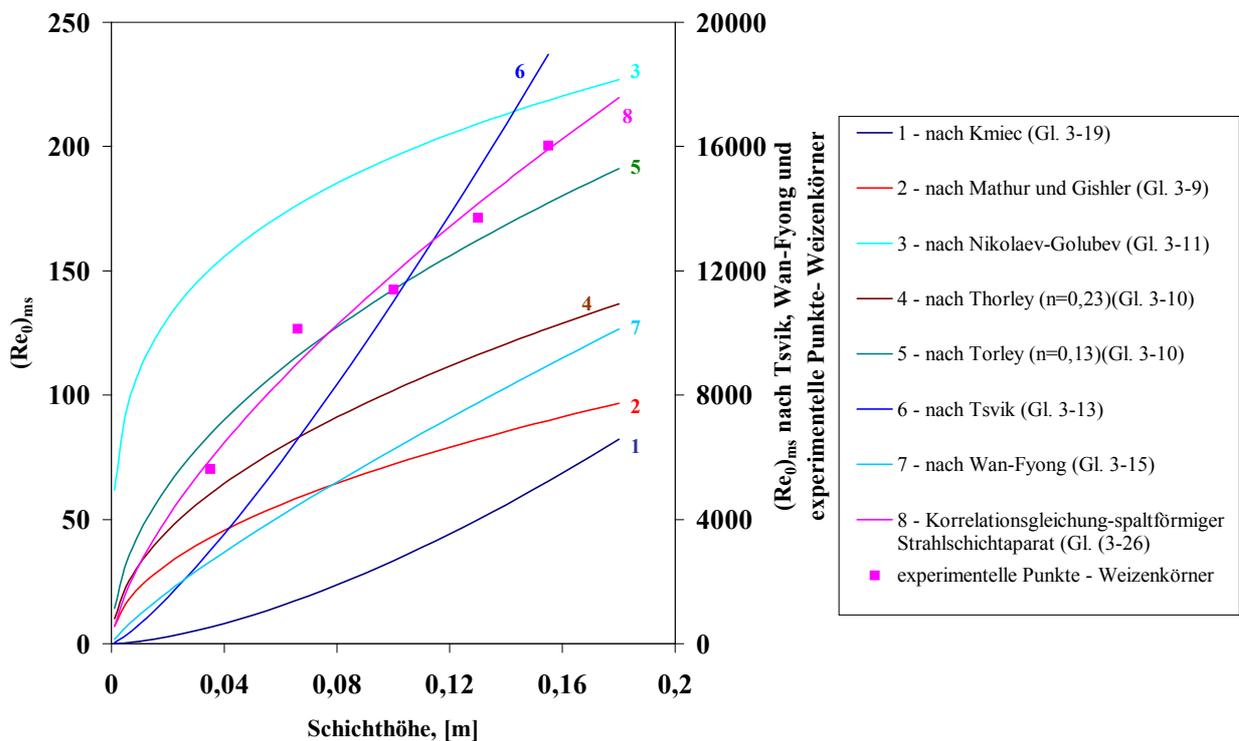


Bild 3.21: Vergleich von Literaturdaten zur minimalen Sprudelgeschwindigkeit: 1 – nach Kmieć (Gl. 3-19); 2 – nach Mahtur und Gishler (Gl. 3-9); 3 – nach Nikolaev – Golubev (Gl. 3-11); 4, 5 – nach Thorley (Gl. 3-10); 6 – nach Tsvik (Gl. 3-13); 7 – nach Wan-Fyong (Gl. 3-15); 8 – Korrelationsgleichung für spaltförmige Apparate (Gl. 3-26).

Für alle in Bild 3.21 verwendeten Gleichungen wurde die Schichthöhe von 1 bis 18 cm für folgende konstante Parameter variiert: $d_p = 4,07 \text{ mm}$, $\rho_p = 1315 \text{ kg/m}^3$, $\rho_F = 1,2 \text{ kg/m}^3$, $\nu_F = 15,7 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$, $\gamma = 25^\circ$, $D_c = 22,2 \text{ cm}$, $D_o = 0,7 \text{ cm}$.

Nach der Auswertung der experimentellen Daten wurde folgende Gleichung für die Berechnung der minimalen Gasgeschwindigkeit des prismatischen Strahlschichtapparat mit zwei Gaseintritten vorgeschlagen (Bild. 3.21, Kurve 9):

$$(\text{Re}_0)_{ms} = 3,5093 \text{Re}_A \left(\frac{H_0}{D_0} \right)^{0,6638} [\tan(\gamma/2)]^{0,92} \quad (3-26)$$

Die Gleichung 3-26 hat folgenden Gültigkeitsbereich: d_p von 0,47 mm bis 6,64 mm; ρ_p von 1257 kg/m^3 bis 2469 kg/m^3 ; $\rho_F = 1,2 \text{ kg/m}^3$; D_c von 0,21 m bis 0,4 m; D_o von 0,012 m bis 0,066 m; H_o von 1 cm bis 18 cm und $\gamma = 25^\circ$. Gleichung 3-26 aufweist für den gegebenen Gültigkeitsbereich eine Abweichung von 10 % je nach dem Versuchsgut sowie in Abhängigkeit vom Apparatebodendurchmesser D_o . Der Regressionskoeffizient beträgt $r^2 = 0,9703$ und der maximale relative Fehler liegt unter 8%.

3.3.2 Theoretische Betrachtung des physikalischen Modells zur Fluidisierung von Gas–Feststoff–Systemen nach *Mitev* [78, 79]

Es existieren viele Vorstellungen und Theorien zur Beschreibung des Wirbelvorgangs von dispersen Systemen [3, 14, 15, 30, 20, 121]. Jedoch sind sie nicht immer imstande, alle Zustände und Verhältnisse zu erklären.

Bei der Schaffung einer technologischen Einrichtung mit Wirbelschicht entstehen normalerweise komplizierte zu lösende rechnerische und technische Probleme. Eine weitere Schwierigkeit besteht bei der konstruktiven Gestaltung der Wirbelschichtapparate, in denen Wechselwirkungen zwischen den Feststoffpartikeln und dem Gas ablaufen sollen. Diese Wechselwirkungen zwischen dem Wirbelschichtmaterial und dem Fluidisierungsmedium sind z. B. Wärme- und Stoffübergangsprozesse. Der Wärme- und Stoffaustausch wird vor allem durch die Geometrie des Schichtmaterials (Partikel) und die Pneumatik (Relativgeschwindigkeit zwischen Partikel und Gas) sowie die Stoffeigenschaften des Systems bestimmt.

Zur Beschreibung der Fluidisierung fester Partikel in Wirbelschichten wird von Mitev ein physikalisches Modell angewendet, bei dem die hydrodynamischen Vorgänge an einem Einzelpartikel beschrieben werden, um danach auf die Bewegung einer Menge von Teilchen im unbegrenzten und begrenzten Raum zu schließen [77, 78, 79].

Erläuterung der mit dem Modell verbundenen Begriffe

Elementarkomplex

Ein Elementarkomplex besteht aus einem glatten sphärischen Feststoffteilchen und dem Fluid, das am Stofftransport beteiligt ist und es direkt umgibt.

Freie Fläche A_E

Die freie Fläche A_E (siehe Bild 3.22) ist die Fläche

- zwischen den Wänden des Kanals und dem Elementarkomplex (falls sich im Kanal nur ein Teilchen befindet) und
- zwischen den Elementarkomplexen (falls sich im Kanal eine Gruppe von Teilchen befindet).

A_E nimmt nicht am Energie- und Stofftransport zwischen einem Feststoffteilchen und seiner Umgebung teil.

Kanal

Als Kanal wird ein kleiner hypothetischer zylindrischer Teil der Wirbelschicht bezeichnet, in dem sich entweder ein einzelnes Partikel befindet oder eine Gruppe von N Partikeln, die hintereinander angeordnet sind.

Simplex von Romankov $Ro = A_E / A_p$

Der Simplex von Romankov wird als relative geometrische Charakterisierungsgröße der Schicht definiert.

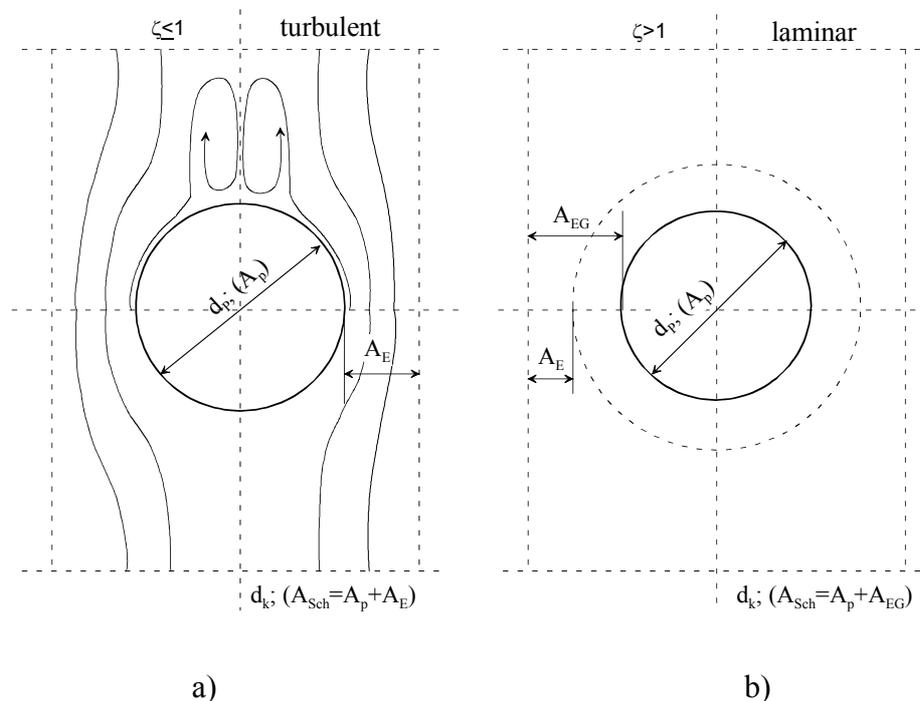


Bild 3.22: Verteilung der Querschnitte a) bei turbulenter $\zeta \leq 1$ und b) laminarer $\zeta > 1$ Umströmung des Teilchens im begrenzten Raum.

Zur Charakterisierung der Ausdehnung einer Wirbelschicht bei Veränderung der Gasgeschwindigkeit oder des quantitativen Verhältnisses zwischen dem Feststoffkörper und dem Fluidisierungsmedium wird häufig mit der Porosität (oder anders ausgedrückt dem relativen Lückenvolumen) gearbeitet. Diese Eigenschaft einer Wirbelschicht ist zu deren näherer Beschreibung geeignet, aber sie ist nicht in jedem Fall günstig. So eignet sich zum Beispiel die Nutzung dieser Größe nicht bei der Betrachtung der Wechselwirkung zwischen einem Teilchen und einem Fluid im engen Kanal. Dort ist die Geschwindigkeit des Gasstroms, der das Wirbeln der Partikel herbeiführt, konstant und hängt nicht von der

Porosität sondern von der freien Fläche A_E zwischen den Wänden des Kanals und dem Elementarkomplex ab. Im Fall $A_E = const$ führt die kleinste Steigerung der Gasgeschwindigkeit zum Austrag der Partikel. Im Bild 3.22 wurden die existierenden Querschnitte in Abhängigkeit vom Widerstandskoeffizient des Fluids dargestellt. Im Fall $\zeta \leq 1$ ist $A_E = A_{EG}$ (Bild 3.22a) und der Arbeitsquerschnitt des Fluids, das am Wirbeln teilnimmt, ist gleich A_p . Nach dem Beginn des stabilen Arbeitsbereiches der Schicht kann man die Geschwindigkeit bis zur Austragsgeschwindigkeit vergrößern. Dabei ändert sich nur der Wert der Porosität, d. h. die Steigerung von A_E zwischen den Elementarkomplexen führt zur Vergrößerung der Schichtvolumenausdehnung also auch der Schichthöhe. Allerdings charakterisiert die Porosität nur die Wirbelschicht und ermöglicht keine gesamte Charakterisierung des zweiphasigen Systems. Eine Charakterisierungsgröße ist die freie Fläche A_E unabhängig davon, ob sich die Partikel im engen Kanal oder in der Schicht befinden. In diesem Fall verliert die Porosität ihre physikalische Bedeutung. Zudem scheint eine Bestimmung des Einflusses der Porosität auf die an einem Teilchen wirkenden Kräfte in engen Kanälen schwer möglich zu sein.

Prozesse werden in Raum und Zeit durchgeführt. Wenn die Zeit t konstant ist, dann ist der Prozess nur vom Raum (seiner Größe, seinem Volumen) abhängig. Der Raum ist eine Funktion von den Koordinatenrichtungen x , y und z . Wenn eine Koordinate konstant ist, würde der Prozess in einer Ebene verlaufen (xy , yz , zx). Auf diese Art und Weise würde sich das Volumen auch als Funktion von der Fläche ausdrücken lassen. Und deshalb ist die freie Fläche eine unabhängigere Funktion als das Volumen. Die Porosität stellt die gleichförmige Volumenausdehnung der Schicht in die Koordinatenrichtungen x , y und z dar. Für eine bessere Erklärung der Begriffe begrenzter Raum, Ausdehnung einer Schicht und der Wechselwirkung zwischen den Feststoffteilchen und dem Fluidisierungsmedium wird eine neue geometrische Charakterisierungsgröße der Schicht – die relative freie Fläche vorgeschlagen. Sie wird von *Mitev* [77, 79, 80, 81, 82] als Simplex von Romankov $Ro = A_E / A_p$ (abgeleitet von Romankov) bezeichnet. Die Größe A_p ist die Feststoffoberfläche. Der Simplex Ro ist eine Gesamtcharakterisierungsgröße, die sowohl für Einzelteilchen als auch für Teilchengruppen gilt. Die Änderung der freien Fläche A_E führt zur Volumenausdehnung zwischen den Teilchen in den Achsrichtungen x und y und zur Berührung der Partikel in z -Richtung.

Das vorgeschlagene physikalische Modell [77, 79] für die Wechselwirkungen zwischen einem Fluid und einem Feststoffkörper im unbegrenzten Raum kann auch für begrenzte

Verhältnisse, z. B. der Wirbelschicht, angewendet werden. Das Wesen des physikalischen Modells vom Energie- und Stofftransport zwischen einem Feststoffteilchen und seiner Umgebung ist analog den Vorgängen zwischen einem Elementarkomplex und dessen Umgebung.

Um das Modell zur Fluidisierung von Gas-Feststoff-Systemen physikalisch fassbar und mathematisch lösbar zu gestalten, müssen für das Modell folgende Annahmen getroffen werden:

- Temperatur-, Konzentrations- und Geschwindigkeitsfelder sind stationär und Funktionen der Achsrichtungen:

$$T = f(x, y, z) \quad c = f(x, y, z) \quad w = f(x, y, z) \quad (3-27)$$

oder

$$\frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad \frac{\partial c}{\partial t} = 0 \quad \frac{\partial w}{\partial t} = 0 \quad (3-28)$$

- der Körper ist unbeweglich und das Medium bewegt sich auf der Achse z,
- die Partikel besitzen kugelförmige Geometrie,
- die Wirbelschicht ist monodispers,
- die Oberfläche der Partikel ist hydraulisch glatt,
- die Bewegung ist stationär,
- es erfolgt kein Wärme- und Stoffaustausch zwischen Fluid und Partikel,
- die Luftzuführung durch den Apparateeingang erfolgt gleichmäßig über den gesamten Querschnitt des Apparates,
- alle Wandeinflüsse werden vernachlässigt.

3.3.2.1 Kräftegleichgewicht für den Körper im unbegrenzten Raum

Philosophisch gesehen befinden sich alle Körper in der Natur im begrenzten Raum. Wenn man über einen unbegrenzten Raum spricht, muss man einen unbegrenzten aber endlichen Raum verstehen. In diesem Fall wirken die Schwerkraft F_G , die Widerstandskraft F_W , die Archimedes-Kraft F_{Ar} und die Schwerkraft des Fluids F_{GF} .

Bekannt ist, dass der Widerstand des Gases ΔP bei der Bewegung eines Körpers im unbegrenzten Raum durch folgende Gleichung beschrieben wird:

$$\Delta P = \zeta \frac{\rho w^2}{2} \quad (3-29)$$

Der Widerstand des Fluids wird mit F_{WF} bezeichnet, da es sich um die Bewegung des Elementarkomplexes handelt. Man betrachtet dabei das System Körper-Fluid als im Gleichgewicht befindlich. Zur Bestimmung dieser Kraft nimmt man an, dass sich die auf den Komplex wirkende Kraft im dynamischen Gleichgewicht mit dem Fluid befindet, wie in Bild 3.23 gezeigt wurde.

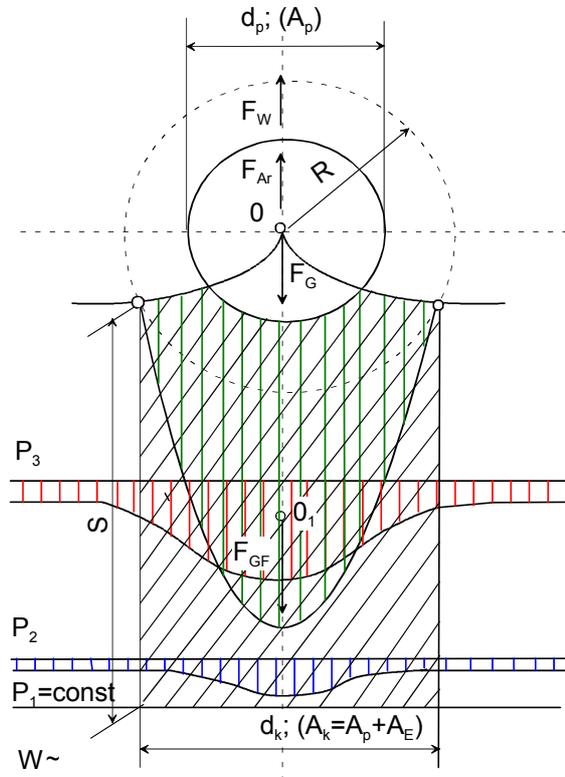


Bild 3.23: Physikalisches Modell für die Wechselwirkung zwischen Feststoffkörpern und Fluid im unbegrenzten Raum.

Laut Grundgesetz der Mechanik

$$\sum_{i=1}^n F_{i,z} = 0 \quad (3-30)$$

kann die Kraft F_{WF} bei der Bewegung des Komplexes im Widerstandsmedium so ausgedrückt werden:

$$F_G - F_{Ar} + F_{GF} - F_{WF} = 0 \quad (3-31)$$

oder

$$F_{WF} = F_G - F_{Ar} + F_{GF}$$

Laut dem zweiten Newtonschen Gesetz

$$d(m w) = \sum_{i=1}^n F_i dt \quad (3-32)$$

$$m \frac{dw}{dt} = \sum_{i=1}^n F_i \quad (3-33)$$

kann man folgendes schreiben:

- für den Fall, wenn das Teilchen unbeweglich ist und sich das Fluid bewegt

$$m_F w_F = m_P t g \quad (3-34)$$

- für den Fall, wenn das Fluid unbeweglich ist und sich das Teilchen bewegt

$$m_P m_P = m_F t g \quad (3-35)$$

Es ist bekannt, dass bei konstanten relativen Geschwindigkeiten zwischen dem Fluid und dem Körper die Menge der Bewegung des Fluids (m_F, w_F) gleich der Menge der Bewegung des Körpers (m_P, w_P) ist, d. h.:

$$m_F = m_P \quad (3-36)$$

$$m_F = m_P - \frac{F_{Ar}}{g} \quad (3-37)$$

$$m_F g = m_P g - \frac{F_{Ar}}{g} g$$

$$F_{GF} = F_G - F_{Ar} \quad (3-38)$$

Somit ist die Widerstandskraft:

$$F_{WF} = 2(F_G - F_{Ar}) \quad (3-39)$$

Mit Hilfe des Grundgesetzes der Mechanik (3-30), des zweiten Newtonschen Gesetzes (3-32) und dem Prinzip von Euler-Hermann D'Alambert

$$\frac{d(mw)_I}{dt} + \frac{d(mw)_{UI}}{dt} = 0 \quad (3-40)$$

kann man folgendes schreiben:

$$\frac{d(m_F w_F)_I}{dt} + \frac{d(m_P w_P)_{UI}}{dt} = F_{WF} \quad (3-41)$$

Wird angenommen, dass der Körper unbeweglich ist und sich nur das Fluid bewegt, so ist $w_P = 0$. Damit ergibt sich:

$$\frac{d(m_F w_F)}{dt} = F_{WF} \quad (3-42)$$

m_F ist hierbei die Masse des Fluids, das an der Bewegung des Komplexes teilnimmt, und w_F die Fluidgeschwindigkeit.

Wenn $m_F = A_K w_F t \rho_F$ in die Gleichung (3-42) eingesetzt und integriert wird, bekommt man:

$$\int_0^{w_F} d(A_K w_F^2 t \rho_F) = F_{WF} \int_0^t dt \quad (3-43)$$

$$F_{WF} = A_K \rho_F w_F^2 \quad (3-44)$$

Wenn die Gleichung (3-44) durch A_p ($A_p = \frac{\pi d_p^2}{4}$) geteilt wird, ergibt sich für die Widerstandskraft F_{WF} des Fluids bei der Bewegung des Elementarkomplexes:

$$F_{WF} = \zeta \rho_F w_F^2 A_p \quad (3-45)$$

wobei $F_{WF} = 2(F_G - F_{Ar})$ (Gleichung (3-39)) ist. Für die Verhältnisse des unbeschränkten Raums gilt $F_W = F_G - F_{Ar}$. Das führt zu:

$$F_W = A_p \zeta \frac{\rho_F w_F^2}{2} \quad (3-46)$$

Für die Einengungsverhältnisse gilt:

$$F_{WE} = A_p \zeta_E \frac{\rho_F w_F^2}{2} \quad (3-47)$$

wobei ζ der geometrische Simplex ist, der bisher Widerstandskoeffizient genannt wurde.

$$\zeta = \frac{A_K}{A_P} \quad (3-48)$$

Bekanntermaßen ist

$$F_G - F_{Ar} = \frac{\pi d_P^3}{6} (\rho_P - \rho_F) g \quad (3-49)$$

Löst man diese Beziehung mit der Gleichung (3-46) gemeinsam, führt dies zu einem Ausdruck für die Geschwindigkeit des Fluids, welche zum Fluidisieren eines Feststoffpartikels im begrenzten Raum erforderlich ist.

$$w_F = w_A = \sqrt{\frac{4 d (\rho_P - \rho_F)}{3 \rho_F \zeta}} \quad (3-50)$$

Betrachtet man das Kräftegleichgewicht bei der Bewegung des Körpers oder des Elementarkomplexes, kann man auf diese Art und Weise die Austragsgeschwindigkeit bestimmen. Aus den Gleichungen (3-45) und (3-46) ist zu sehen, dass der dynamische Druck bei der Bewegung des Elementarkomplexes vollständig ρw^2 ist. Betrachtet man nur die Bewegung des Körpers, ist er halb so groß: $\rho w^2 / 2$. Außerdem ist bei der Betrachtung des Gleichgewichts von Kräften für einen bewegten Elementarkomplex der Widerstandskoeffizient ζ geometrischer Simplex des Querschnittes (3-48).

Für die Vereinfachung wird deswegen nicht die Fluidwiderstandskraft bei der Bewegung des Elementarkomplexes bestimmt, sondern diese bei der Bewegung des Körpers.

3.3.2.2 Kräftegleichgewicht für den Körper im begrenzten Raum

Für die Fälle, dass sich der Körper im begrenzten Raum befindet, wirken auf ihn außer den schon genannten Kräften auch noch die Kräfte, die aus den begrenzten Verhältnissen resultieren (Bild 3.24). Das sind:

- die Kraft F_p aus dem Druckunterschied vor und nach dem Körper,
- die Kraft F_{DN} , welche auf den Körper infolge des dynamischen Druckes des Fluids wirkt und
- die Reaktionskraft des Strahls F_R , der sich zwischen dem Körper und dem begrenzten Raum befindet.

im unbegrenzten Raum	im begrenzten Raum
Kräfte des unbegrenzten Raums $F_G; F_{Ar}; F_{GF}$	Kräfte des unbegrenzten Raums $F_G; F_{Ar}; F_{GF}$
	Kräfte des begrenzten Raums $F_P; F_{DN}; F_R$

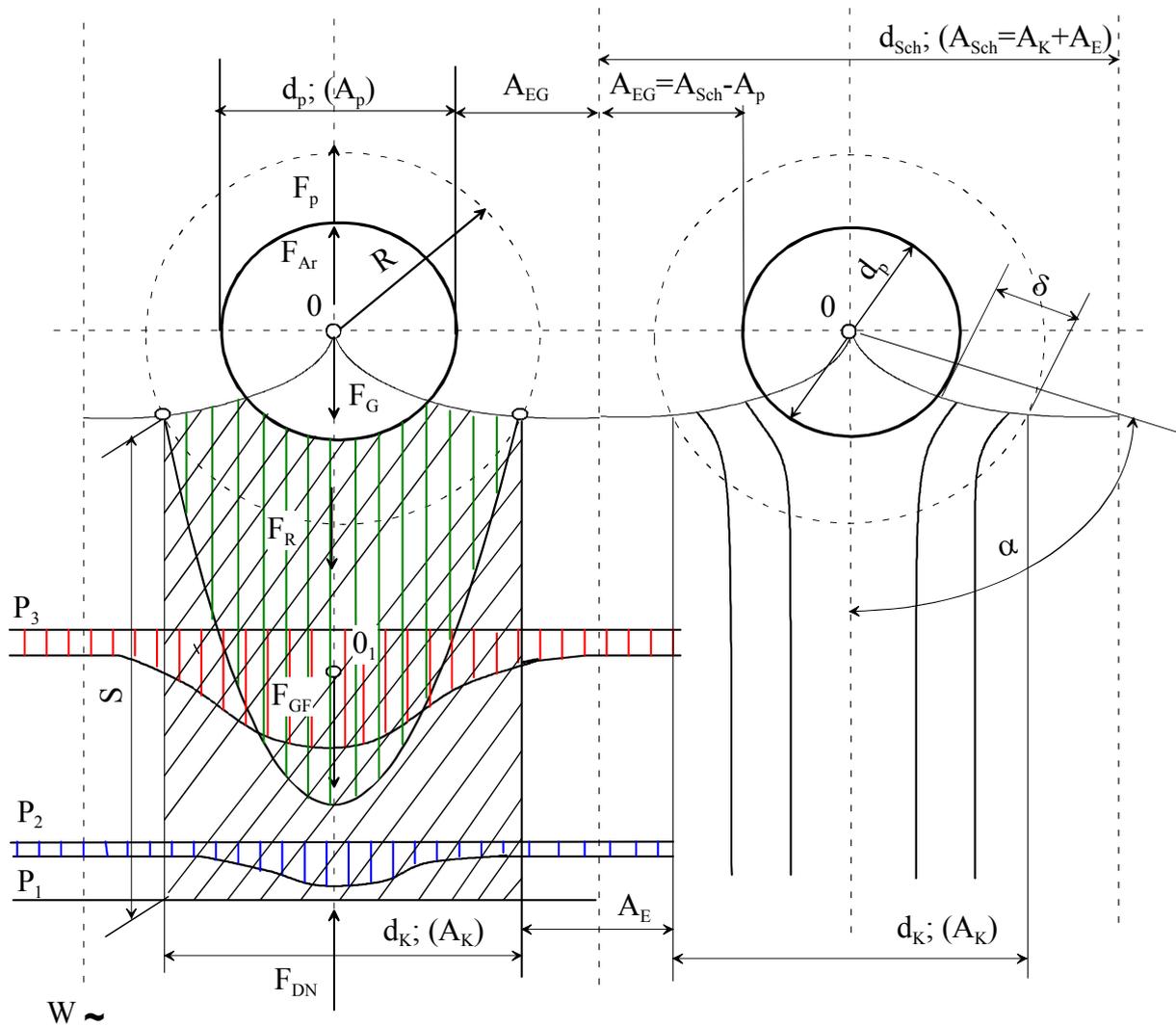


Bild 3.24: Physikalisches Modell für die Wechselwirkung zwischen Feststoffkörpern und Fluid im begrenzten Raum.

3.3.2.2.1 Gleichgewicht eines Teilchens

Zur Bestimmung der Widerstandskraft des Fluids F_{WE} , die auf den Körper während seiner Bewegung im begrenzten Raum wirkt, braucht man die Bedingung (3-30). So wird die Widerstandskraft wie folgt ausgedrückt:

$$F_{WE} = F_P + F_{DN} = F_G - F_{Ar} + F_R \quad (3-51)$$

Hierbei ist F_P die Kraft, die durch den Druckunterschied vor und nach dem Körper infolge des begrenzten Raums verursacht wird.

$$F_P = (p_1 - p_2) A_P = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{1 + Ro} \quad (3-52)$$

wo

$$(p_1 - p_2) = \frac{F_G - F_{Ar}}{A_{Sch}} = \frac{F_G - F_{Ar}}{A_P + A_E} \quad (3-53)$$

$$(p_1 - p_2) = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{1 + Ro} \quad (3-54)$$

F_{DN} ist die Kraft, welche auf den Körper infolge des dynamischen Druckes des Mediums wirkt:

$$F_{DN} = \Delta \bar{P} A_P = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro} \quad (3-55)$$

wo $\Delta \bar{P} = \frac{\rho w^2}{2}$ der dynamische Druck des Fluids ist. Eine Voraussetzung für das Gleichgewicht des Körpers ist:

$$\bar{F} = F_G - F_{Ar} - F_P = \zeta_E \frac{\rho w^2}{2} A_P \quad (3-56)$$

$$\Delta \bar{P} = \frac{\rho w^2}{2} = \frac{\bar{F}}{\zeta_E A_P} \quad (3-57)$$

$$F_{DN} = \frac{\bar{F}}{\zeta_E} = \frac{F_G - F_{Ar} - F_P}{\zeta_E} = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro} \quad (3-58)$$

F_R ist die Reaktionskraft des Strahls, jener strömt zwischen dem sphärischen Teilchen und der beschränkten Oberfläche:

$$F_R = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro} (1 - \zeta_E) \quad (3-59)$$

Die Richtung dieser Kraft ist umgekehrt der Richtung der Kraft des Fluids.

Die Ausdrücke für F_P, F_{DN}, F_R werden in die Gleichung (3-51) eingesetzt und so ergibt dies für die Widerstandskraft (bei $\zeta \leq 1$):

$$F_{WE} = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 - \frac{\zeta_E}{Ro} \right) \quad (3-60)$$

Werden die auf den sphärischen Körper in begrenzten Verhältnissen wirkenden relativen Kräfte betrachtet, sieht man, unter der Wirkung welcher Kräfte der Feststoffkörper bei bestimmten Bedingungen wirbelt.

$$\frac{F_P}{F_G - F_{Ar}} = \frac{1}{1 + Ro} \quad (3-61)$$

$$\frac{F_{DN}}{F_G - F_{Ar}} = \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro} \quad (3-62)$$

$$\frac{F_R}{F_G - F_{Ar}} = \frac{Ro}{1 + Ro} \left(\frac{1}{\zeta_E} - 1 \right) \quad (3-63)$$

Die experimentellen Ergebnisse von *Mitev* [78] belegen, dass der Feststoffkörper vor allem unter der Wirkung des Druckunterschiedes vor und nach dem Körper infolge des begrenzten Raums wirbelt, z. B.:

- bei $Ro = 0,1$:

$$\frac{F_P}{F_G - F_{Ar}} = \frac{1}{1 + 0,1} \approx 0,91 \quad (3-64)$$

- bei $Ro = 0,2$:

$$\frac{F_P}{F_G - F_{Ar}} = \frac{1}{1 + 0,2} \approx 0,833 \quad (3-65)$$

Die letzte Gleichung verdeutlicht, dass 83% des Körpergewichtes durch die Kraft F_p ausgeglichen wird.

Bei gemeinsamer Lösung der Gleichungen (3-47) und (3-60) und nach einer Folge von Umformungen und Vereinfachungen kommt man zu der Gleichung für die Bestimmung der relativen Gasgeschwindigkeit unter folgenden Bedingungen:

- Gleichgewicht der Kräfte,
- bestimmte pneumatische und geometrische Charakteristiken des Einengungszustands bei verschiedenen Archimedeszahlen:

für $Ar \geq 5 \cdot 10^3$ oder $\zeta \leq 1$:

$$\frac{w_{Sch,min}}{w_A} = \frac{X_0}{1 + Ro} \quad (3-66)$$

für $Ar \leq 5 \cdot 10^3$ oder $\zeta > 1$:

$$\frac{w_{Sch,min}}{w_A} = \frac{X_0}{1 + X_0} \quad (3-67)$$

wo:

$$X_0 = Ro \sqrt{\frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta_E}{Ro} \right)} \quad (3-68)$$

3.3.2.2.2 Gleichgewicht vieler Teilchen im begrenzten Raum

In der Literatur [77, 79] wird ein physikalisches Wirbelschichtmodell vorgeschlagen, das die Schicht als einen Komplex versteht, der aus Feststoffteilchen zusammengesetzt ist, die sich in Ordnungszuständen befinden (dargestellt auf dem Bild 3.25). Unter einer elementaren Vereinigung versteht man eine Verbindung aus drei bis vier Teilchen, die sich in korridor- oder schachbrettförmiger Anordnung befinden. Die Schicht besteht ebenfalls aus Reihen und Folgen, deren Teilchen sich auch in korridor- oder schachbrettartiger Anordnung befinden. Jedes Teilchen nimmt gleichzeitig an reihenförmiger oder versetzter Verbindung teil und der mittlere relative freie Querschnitt der Schicht ist im Moment des Wirbelns $Ro = 0,188$. Im Fall des Gleichgewichts einer großen Menge von Teilchen ist Ro das Verhältnis des mittleren arithmetischen Querschnitts zwischen den Teilchen, die sich in korridor- oder schachbrettförmiger Anordnung befinden, zu den folgenden Querschnitten der Teilchen. Das

Querschnittsverhältnis des Fluids zwischen den korridorangedordneten Teilchen A_{kor} und des Fluids zwischen den schachbrettartigangeordnete Teilchen A_s , bei $Ro = 0,188$, beträgt $(A_{kor}/A_s) = 2,75$. Das Massenverhältnis zwischen $(M_{kor}/M_s) \geq 3,15$ drückt den Verteilungsgrad des Gasstroms zum Querschnitt der Schicht aus (Bild 3.25b). Eine ungleichmäßige Verteilung des Gasstroms über dem Schichtquerschnitt wird durch das Auftreten von unausgeglichene Kräfte und Momenten verursacht [77]. Die Richtungen der Kräfte, die auf ein Teilchen wirken, sind zufällig, und hängen von der Beziehung zwischen den geometrischen und pneumatischen Charakteristiken ab. Das ist einer der Gründe, weshalb sich die Teilchen in einer Wirbelschicht ungeordnet bewegen.

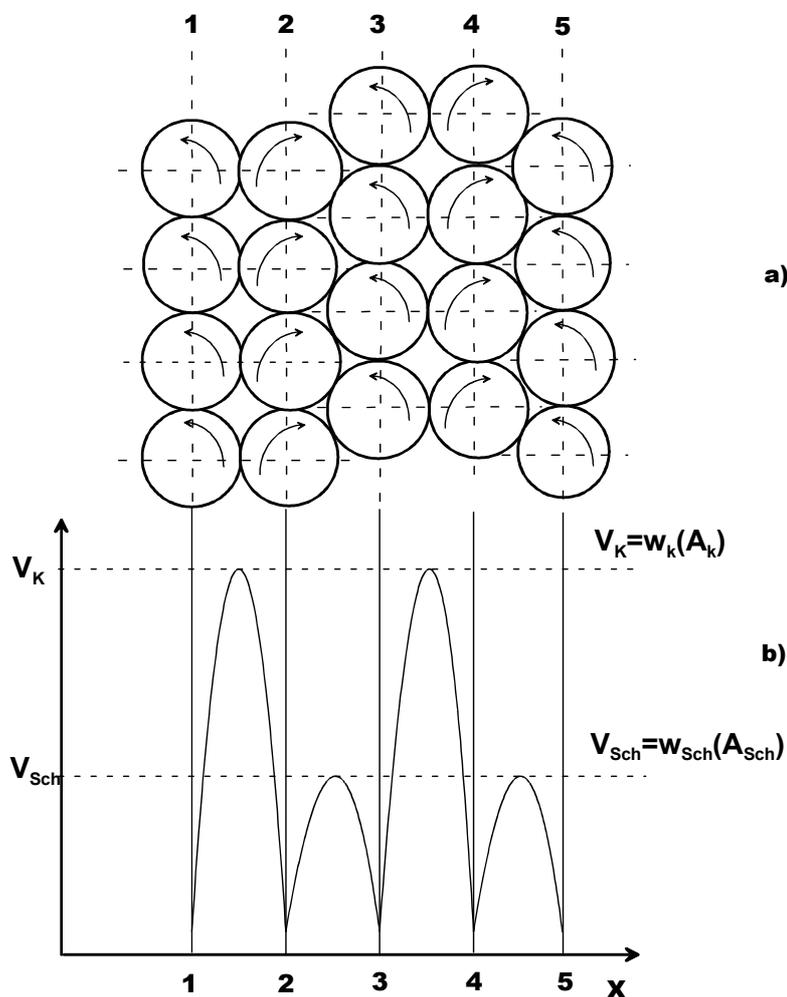


Bild 3.25: Physikalisches Wirbelschichtmodell.

Beim Betrachten des physikalischen Modells werden folgende Voraussetzungen getroffen:

- die Wirbelschicht besteht aus monodispersen kugelförmigen Teilchen,

- jedes Partikel befindet sich gleichzeitig in korridor- und schachbrettartiger Anordnung (Bild 3.26I und Bild 3.27II),
- das Fluid bewegt sich nach dem Modell der idealen Pfropfenströmung,
- die Wahrscheinlichkeit, dass Teilchen in versetzter oder reihenförmiger Anordnung gleichzeitig teilnehmen, ist gleich.

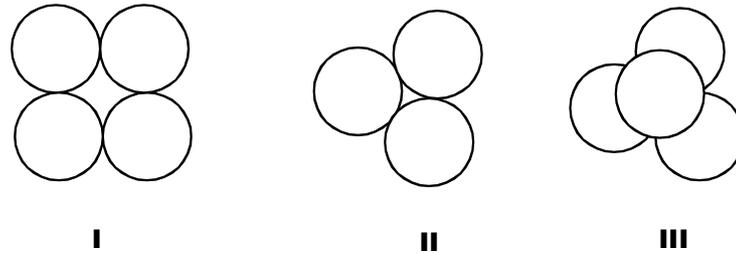


Bild 3.26: Anordnung der Teilchen; I – Korridoranordnung; II Schachbrettanordnung; III – versetzte Anordnung.

Die Erfahrung lehrt und bestätigt, dass sich bei der Fluidumströmung eines kugelförmigen Teilchens im begrenzten Raum die auf den Körper wirkenden Kräfte in Abhängigkeit vom Wert des relativen freien Querschnittes A_E verändern (Bild 3.27a).

Im Abschnitt 3.3.2.2.1 wird ein physikalisches Modell für das Wirbeln eines einzelnen Teilchens im begrenzten Raum und bei einer bestimmten relativen Austragsgeschwindigkeit der Teilchen unter den Bedingungen der Statik (3-30) und der Dynamik (3-33) vorgeschlagen. Die Geschwindigkeitsabnahme in einem beständigen begrenzten Raum $A_E = const$ führt zum Sinken des Teilchens, und bei Geschwindigkeitszunahme werden die Teilchen ausgetragen. Wenn der beschränkte Raum nicht beständig $A_E \neq const$ ist, kommt es zu einer Änderung der Werte der wirkenden Kräfte (Bild 3.27), zu einem neuen Gleichgewicht zwischen dem Fluid–Feststoffkörper und zu einem neuen Kräftegleichgewicht der Schicht. Bei Kenntnis des freien Querschnitts kann man die relative Gleichgewichtsgeschwindigkeit mit Hilfe der Gleichungen (3-66) und (3-67) bestimmen.

Zur Bestimmung der Wirbelschichtgeschwindigkeit betrachten wir das Gleichgewicht einer Teilchengruppe (z. B. von N Teilchen), die sich im Kanalzustand im begrenzten Raum (Bild 3.27b) befinden. Auf den Bildern 3.27a und 3.27b ist das Gleichgewicht eines einzigen Teilchens (Bild 3.27a) und das von N Teilchen (Bild 3.27b) dargestellt. Auf ein Teilchen im begrenzten Raum wirken die Kräfte $F_P, F_{DN}, F_G, F_{Ar}, F_R$. Befinden sich aber N Teilchen im engen Kanal, so ordnen sie sich bei der Fluidumströmung hintereinander an und so kann man sie als einen Körper aus N Teilchen betrachten. Auf jedes dieser Teilchen wirken die schon

beschriebenen Kräfte. Die aus dem Druckunterschied resultierende Kraft wird auf folgende Art und Weise ausgedrückt:

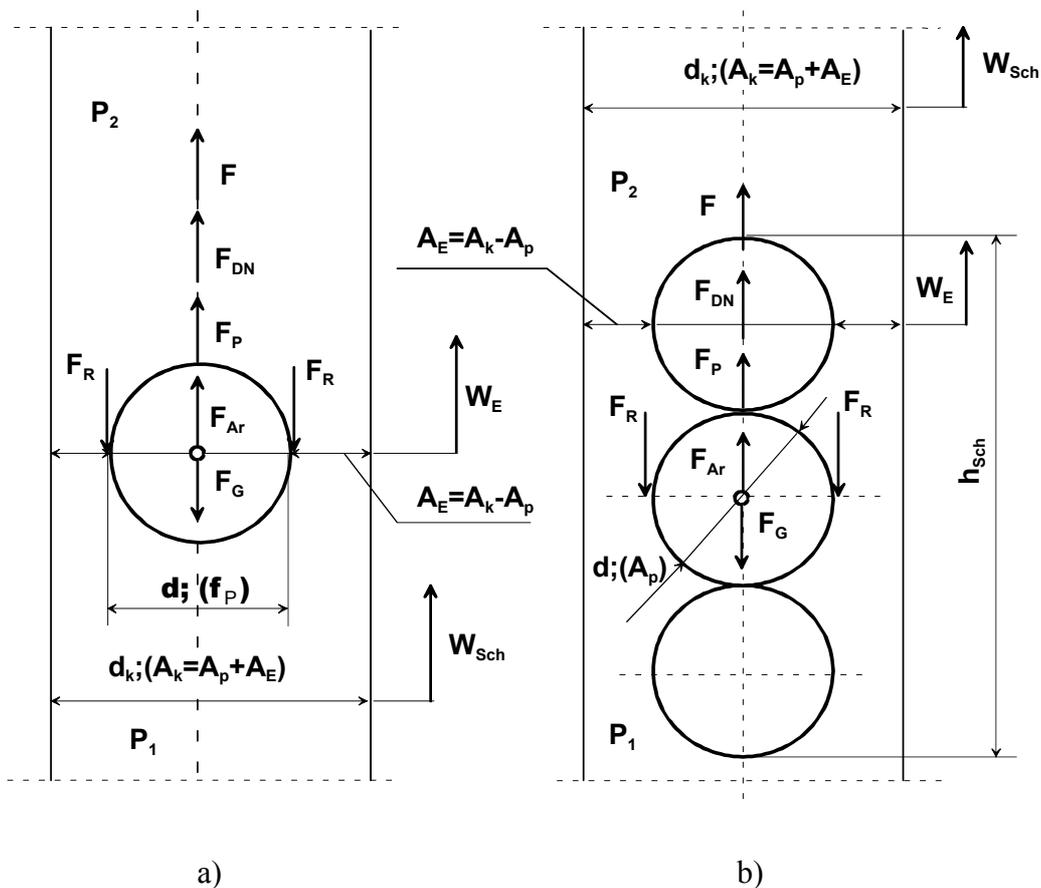


Bild 3.27: Gleichgewicht der Kräfte, wirkend auf ein Teilchen a) und auf eine Menge von Teilchen b) im begrenzten Raum.

- für ein einzelnes Teilchen:

$$F_P = (p_1 - p_2)A_P = \frac{F_G - F_{Ar}}{A_K} A_P = \frac{F_G - F_{Ar}}{A_P + A_E} A_P = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{1 + Ro}$$

oder:

$$\frac{F_P}{F_G - F_{Ar}} = \frac{1}{1 + Ro}$$

- für N Teilchen:

$$F_{P,N} = (p_1 - p_2)A_P = \frac{N(F_G - F_{Ar})}{A_K} A_P = N(F_G - F_{Ar}) \frac{1}{1 + Ro} \quad (3-69)$$

oder:

$$\frac{F_{P,N}}{N(F_G - F_{Ar})} = \frac{1}{1 + Ro} \quad (3-70)$$

$(F_P / (F_G - F_{Ar}))$ und $(F_{P,N} / N(F_G - F_{Ar}))$ sind die relativen Kräfte, die aus dem Druckunterschied vor und nach dem Teilchen für ein einzelnes Teilchen und für N Teilchen resultieren. Der restliche Teil der Schicht wird auf Kosten des Druckverlustes des Fluids ausgeglichen, den man über die Statikbedingung (3-30) bestimmt.

Die Gleichung hat folgendes Aussehen:

- für ein einzelnes Teilchen

$$F_{DN} = \frac{F_G - F_{Ar} - F_P}{\zeta_E} = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro}$$

oder:

$$\frac{F_{DN}}{F_G - F_{Ar}} = \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro}$$

- und für N Teilchen

$$F_{DN,N} = N(F_G - F_{Ar}) \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro} \quad (3-71)$$

oder:

$$\frac{F_{DN,N}}{N(F_G - F_{Ar})} = \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro}$$

Die Resultierende der Kräfte des Fluids wird durch die Gleichung (3-72) bestimmt:

$$F = (F_G - F_{Ar}) \frac{1}{\zeta_E} \frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta_E}{Ro} \right) \quad (3-72)$$

Die Kraft, mit der ein Körper auf das Fluid beim Wirbeln wirkt, wird durch die folgende Abhängigkeit bestimmt:

$$F_E = \zeta_E F = (F_G - F_{Ar}) \frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta_E}{Ro} \right)$$

oder:

$$\frac{F_E}{F_G - F_{Ar}} = \frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta_E}{Ro} \right) \quad (3-73)$$

Die rechte Seite der Gleichung (3-73) stellt das Verhältnis der Kräfte dar, und die linke Seite ist ein Verhältnis der geometrischen Charakterisierungsgrößen.

Mit Hilfe der Beziehung

$$\frac{F_{WE}}{F_G - F_{Ar}} = \left(\frac{w_E}{w_A} \right)^2 \quad (3-74)$$

kann man schreiben:

$$\frac{F_{WE}}{F_G - F_{Ar}} = \left(\frac{w_E}{w_A} \right)^2 = \frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta_E}{Ro} \right) \quad (3-75)$$

relative Kraft
relative
relative Geometrie
Gasgeschwindigkeit

wobei man zulässt, dass $\zeta_E = \zeta_A = \zeta$ ist.

Die Gleichung (3-75) beschreibt das Verhältnis zwischen den Massen, der relativen Gasgeschwindigkeit und den äußeren Bedingungen (geometrischen Gesamtcharakteristiken), dargestellt durch das geometrische Verhältnis zwischen den Teilchen.

Auf den Bildern 3.28 und 3.29 ist die Wirkung der Kräfte auf sphärische Teilchen dargestellt, die sich in einem Kanal oder in einer Schicht befinden. Bild 3.28 zeigt die Widerstandsänderung F_R bei der Umströmung, welche durch den Druckverlust in Abhängigkeit von der Fluidgeschwindigkeit w_{Sch} (für den vollen Querschnitt des Kanals) ausgedrückt wird. Es ist zu sehen, dass sich der Widerstand bei niedrigeren Geschwindigkeiten linear verändert (Bild 3.28, Kurve 1) während sich bei höheren Geschwindigkeiten eine quadratische Abhängigkeit (Bild 3.28, Kurven 2, 3, 4) ergibt.

Wenn der Kanalwiderstand gleich $F_G - F_{Ar}$ wird, werden die Teilchen ausgetragen, d. h. $Ro = const$. Wenn es eine Schicht aus Feststoffpartikeln (beim Kräftegleichgewicht und bestimmtem $Ro = const$) gibt, werden die Teilchen nicht ausgetragen. In diesem Fall variiert der freie Querschnitt um die Teilchen, d. h. der Romankovsimplex Ro wird verändert und das System verwandelt sich in einen Nichtgleichgewichtszustand. Bei einem neuen Gleichgewicht des Systems wird Ro wieder verändert und danach folgt ein neuer

Nichtgleichgewichtszustand usw., solange der Simplex Ro nicht $Ro = 0,188$ oder $\varepsilon = 0,435$ wird (für turbulente Zone und sphärische Teilchen).

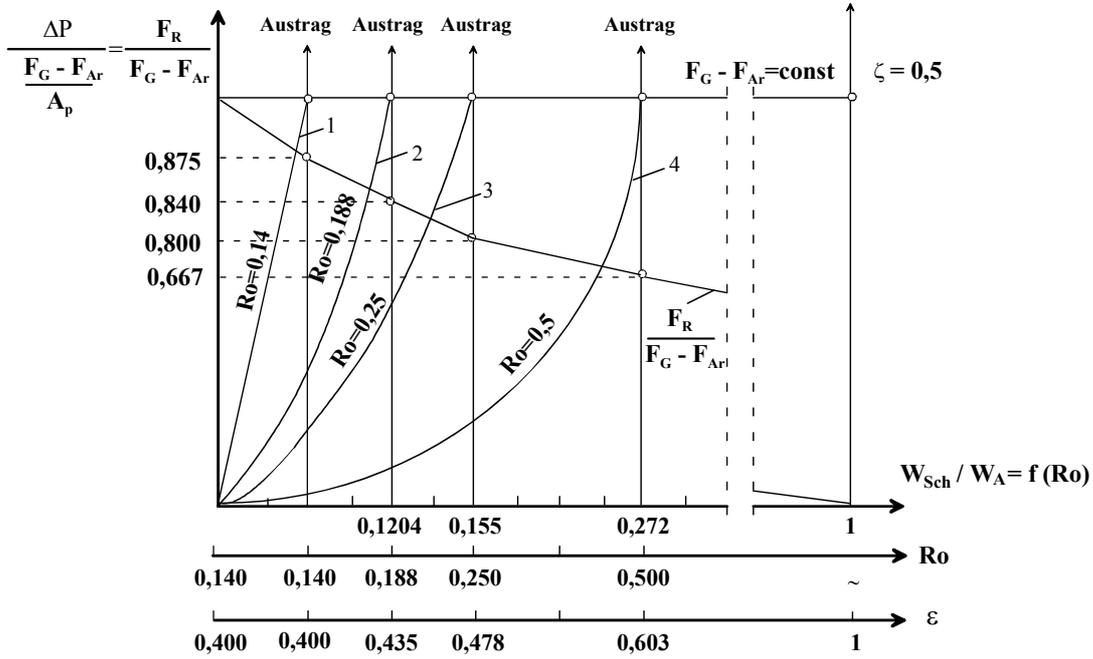


Bild 3.28: Darstellung des Wirbelschichtprozesses im begrenzten Raum.

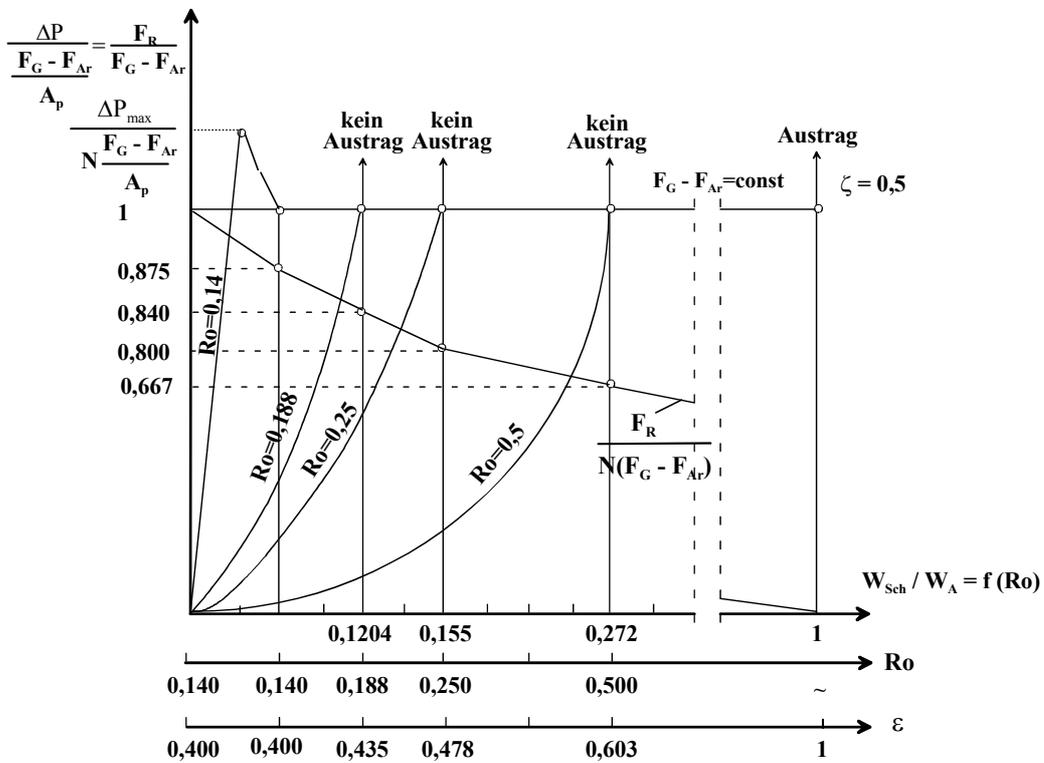


Bild 3.29: Darstellung des Wirbelschichtprozesses in der Schicht.

Nun wird das Wirbeln betrachtet, das ein Ergebnis des Beginns der stabilen Arbeit und der Erfüllung der mechanischen Gesetze (3-30) und (3-33) ist.

Bei der Durchführung einer Grenzwertbetrachtung der Gleichung (3-75) unter der Bedingung eines stabilen Koeffizienten für den hydrodynamischen Widerstand und für $Ro \rightarrow \infty$, kommt man zur folgenden Gleichung:

$$\lim_{Ro \rightarrow \infty} \frac{F_{WE}}{F_G - F_{Ar}} = \lim_{Ro \rightarrow \infty} \left(\frac{w_E}{w_A} \right)^2 = \lim_{Ro \rightarrow \infty} \frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta}{Ro} \right) = 1 \quad (3-76)$$

Für den Grenzfall ist $F_E = F_G - F_{Ar}$ und $w_E = w_A$.

Für die Grenzwertbetrachtung $Ro \rightarrow 0$ und $\zeta = const$

$$\lim_{Ro \rightarrow 0} \frac{F_{WE}}{F_G - F_{Ar}} = \lim_{Ro \rightarrow 0} \left(\frac{w_E}{w_A} \right)^2 = \lim_{Ro \rightarrow 0} \frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta}{Ro} \right) = \zeta \quad (3-77)$$

strebt die relative Geschwindigkeit zwischen den Teilchen gegen ζ . Diese theoretischen Ergebnisse werden von den experimentellen Werten bestätigt [77].

Mit Hilfe der Gleichung:

$$\frac{w_E}{w_A} = \sqrt{\frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta}{Ro} \right)} \quad (3-78)$$

wird die Geschwindigkeit w_E für die turbulente Zone im begrenzten Querschnitt A_E bestimmt. Die Geschwindigkeit des Stroms für den vollen Querschnitt des Kanals oder des Apparates w_{Sch} wird durch folgende Gleichung berechnet:

- Gleichung (3-66) für $Ar \geq 5 * 10^3$ oder $\zeta \leq 1$,
- Gleichung (3-67) für $Ar < 5 * 10^3$ oder $\zeta > 1$.

Anhand der Gleichungen (3-61), (3-62), (3-70) und (3-71) sieht man, dass die relativen Kräfte nicht von der Menge der Teilchen abhängig sind. Deswegen werden die Gasgeschwindigkeiten w_E im begrenzten Raum oder w_{Sch} im vollen Querschnitt für ein einzelnes Teilchen und für eine größere Anzahl von Teilchen durch die Gleichungen (3-78), (3-66) und (3-67) berechnet. Auf diese Art und Weise wird die Wirbelpunktgeschwindigkeit rechnerisch oder experimentell bestimmt.

3.4 Untersuchungen zum Einfluss verschiedener Parameter auf den Schichtdruckverlust

Die pneumatischen Kennwerte wurden für den Apparat (Bild 3.4) mit Schicht bestimmt. Bei den Experimenten wurden Schüttgüter verschiedener Partikeldurchmesser, verschiedener Dichte und verschiedener Archimedeszahl untersucht (Tabelle 3.2). Der Partikeldurchmesser wurde von 0,47 mm bis 10 mm und die Archimedeszahl von $8,5 \cdot 10^3$ bis $2,6 \cdot 10^7$ variiert. Die Feststoffe sind den Gruppen B und D der Geldart-Klassifikation zuzuordnen [27, 28].

Tabelle 3.2: Partikel-Charakterisierungsgrößen.

Korngüter	d_p [mm]	ρ_p [kg/m ³]	Ar [-]	w_{wp} [m/s]	Re_{wp} [-]	w_A [m/s]	Re_A [-]	Geldart Klassifikation [28]
Glaskugeln	0,47	2469	$8,5 \cdot 10^3$	0,2	5,7	3,8	114	B
Hirse	1,65	1254	$1,9 \cdot 10^5$	0,5	51	6,3	663	D
Senfkörner	2,18	1180	$4,1 \cdot 10^5$	0,62	86	7,2	1003	D
Weizenkörner	4,07	1315	$2,94 \cdot 10^6$	1,1	284	11,6	2763	D
Kaffeebohnen	6,64	1257	$12,2 \cdot 10^6$	1,47	621	13,4	5678	D
Holz-kugeln	10,0	794	$2,6 \cdot 10^7$	1,46	928	13,1	8311	D

Es wurden Untersuchungen mit verschiedenen Schichtmassen von 500 g bis 2000 g und bei unterschiedlichen Luftvolumenströmen des Gaseintritts EB von 17,5 m³/h bis 58,12 m³/h durchgeführt. Der Abstand a zwischen beiden Eingängen ist dabei von 20 mm bis 100 mm variiert. Im Rahmen dieser Arbeit wurde experimentell die Pneumatik der Schicht in Abhängigkeit folgender Einflussparameter untersucht:

- der Abstand zwischen beiden Eingängen,
- das Stoffsystem (verschiedene Versuchsgüter),
- die Schichtmasse und die Schichthöhe,
- der Luftvolumendurchsatz am Eintritt EA und am Eintritt EB,
- der Querschnitt des Eintritts EA.

In Bild 3.30 sind die Ergebnisse für 1000 g Kaffeebohnen dargestellt. Die Kurve I (Bild 3.30c) charakterisiert den leeren Apparat, die Kurve II den Apparat mit Schicht, und die Kurve III zeigt die Änderung des Schichtdruckverlustes. Man erkennt das für die Strahlschicht markante Maximum des Druckverlustes (Punkt 2), das den Schichtdurchbruch und auch den Beginn der Fluidisation charakterisiert. Der maximale Schichtdruckverlust spielt eine wichtige Rolle bei der Ventilatorauswahl. Die Gebläseleistung muss groß genug sein, um diesen maximalen Druckverlust zu überwinden.

Durch die charakteristischen Punkte 1 bis 5 wird der Verlauf eines Strahlschichtprozesses beschrieben:

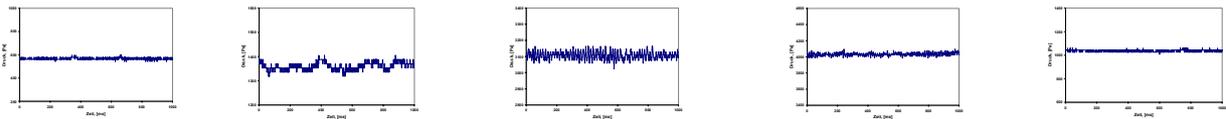
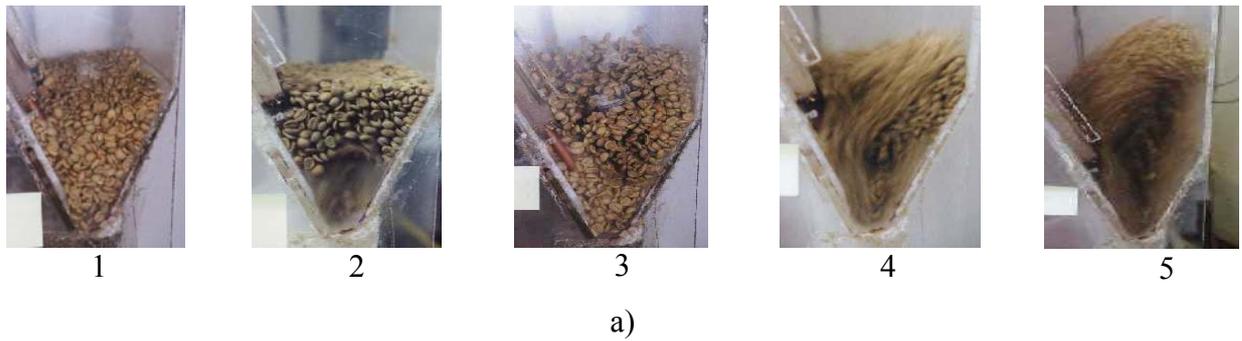
- Punkt 1 – Festbett,
- Punkt 2 – Beginn der Fluidisation,
- Punkt 3 – Kanalbildung,
- Punkt 4 – Beginn der stabilen Arbeit der Schicht,
- Punkt 5 – stabile Arbeit der Schicht.

In Bild 3.30b sind die Zeitverläufe der Gasschwingungen als Druckänderungen in Abhängigkeit von der Zeit bei jeweils konstanter Gasgeschwindigkeit dargestellt. Es sind deutlich die für die jeweiligen Regimes charakteristischen Verläufe zu erkennen. Die ausgewählten Kurven zeigen den Verlauf der Gasschwingungen einer

- ruhenden gasdurchströmten Schicht (Punkt 1),
- fluidisierten Schicht mit aufsteigenden Gasblasen (Punkt 2),
- Schicht mit aufsteigenden Blasen, die an der Schichtoberfläche zerplatzen (Punkt 3),
- rotierenden Strahlschicht (Punkt 4),
- stabil rotierenden Strahlschicht (Punkt 5).

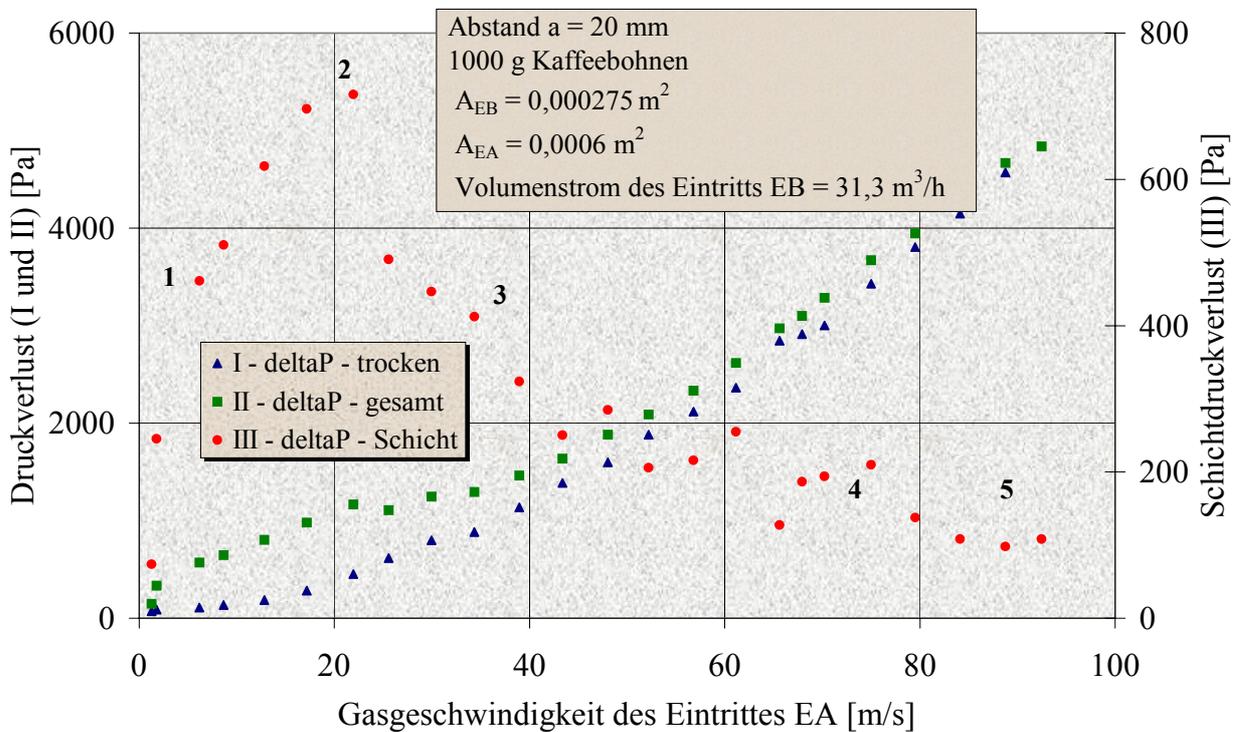
Die Fotos (Bild 3.30a) entsprechen den charakteristischen Punkten von 1 bis 5 bei jeweils konstanter Gasgeschwindigkeit. Aufgrund der spezifischen Fluidisation im untersuchten Strahlschichtapparat fluidisiert nicht die gesamte Schicht, sondern es bildet sich in der Mitte eine fluidisierte Zone und an den Seiten eine Feststoffschüttung, die sich infolge der Zirkulation nach unten bewegt. Diese charakteristische Fluidisation ist deutlich in Bild 3.30 (Punkte 4, 5) und in Bild 3.31 (Punkt 4) zu sehen.

Der Zeitverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten (Bild 3.31) weist nach, dass unterschiedliche Bereiche der Fluidisation existieren. Deutlich erkennbar ist der sinusförmige Verlauf der Kurven bei den Gasgeschwindigkeiten $w_{EA} = 52,2$ m/s und $w_{EA} = 61,2$ m/s.



Zeitverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Fluidisations-Regimes

b)



c)

Bild 3.30: c) Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 20 \text{ mm}$ und 1000 g Kaffeebohnen; Punkt 1 – Festbett; Punkt 2 – Beginn der Fluidisation; Punkt 3 – Kanalbildung; Punkt 4 – Beginn der stabilen Arbeit der Schicht; Punkt 5 – stabile Arbeit.

Die Amplituden der Schwingungen weisen auf Druckstöße infolge zerplatzender Gasblasen an der Schichtoberfläche hin. Eine stabile Fluidisation, gekennzeichnet durch einen homogenen Wirbel ohne Blasenbildung, stellte sich bei der Gasgeschwindigkeit $w_{EA} = 75 \text{ m/s}$ ein.

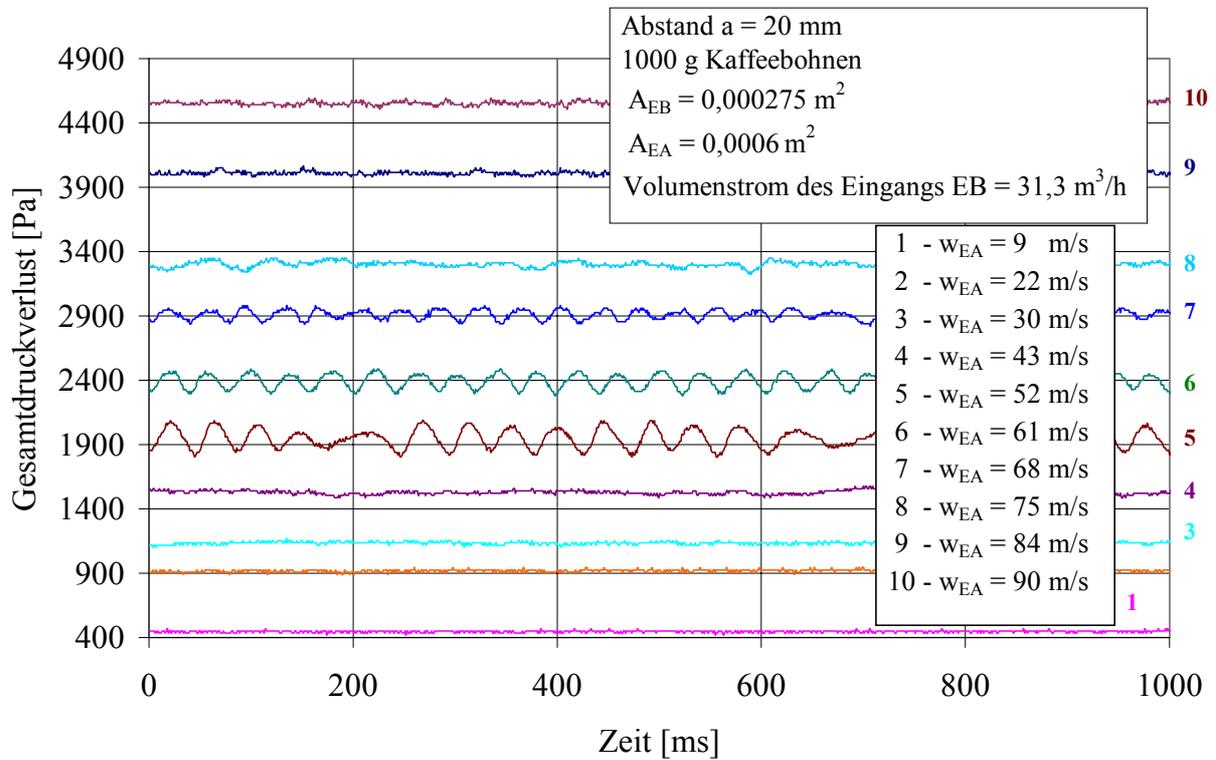
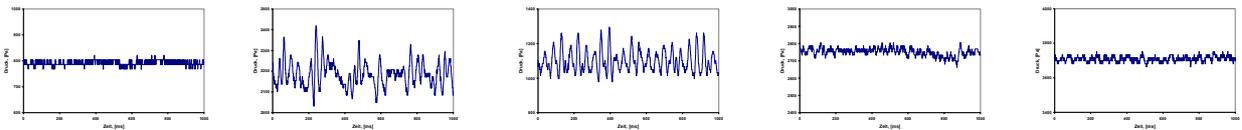
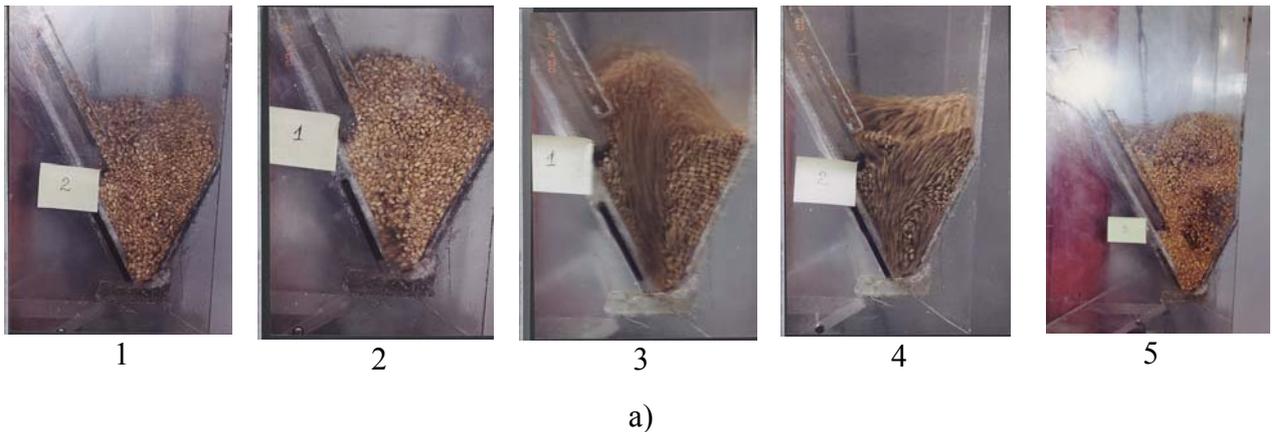


Bild 3.31: Der Zeitverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eingangs EA, Abstand $a = 20 \text{ mm}$ und 1000 g Kaffeebohnen.

Denselben Charakter haben auch die Kurven für 1000 g Weizenkörner (siehe Bild 3.32). Bild 3.33 zeigt die Kurvenverläufe der Gasschwingungen für 1000 g Weizenkörner. Mit steigender Gasbelastung erhöht sich die Blasenbildung und die Aufstiegsgeschwindigkeit der Blasen. Das Fluidisierungsgas drückt den Feststoff an die Seiten und strömt in der Mitte als Kanal (Bild 3.32a, Punkt 3) durch. Damit verringert sich der Druckverlust entscheidend. Es ist deutlich der unregelmäßige Verlauf der Amplituden der Gasschwingungen zu sehen. Bei einer Gasgeschwindigkeit von $w_{EA} = 65,6 \text{ m/s}$ verringerten sich die Amplituden deutlich aufgrund der nahezu gleichmäßigen Fluidisation.



Zeitverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Fluidisations-Regimes

b)

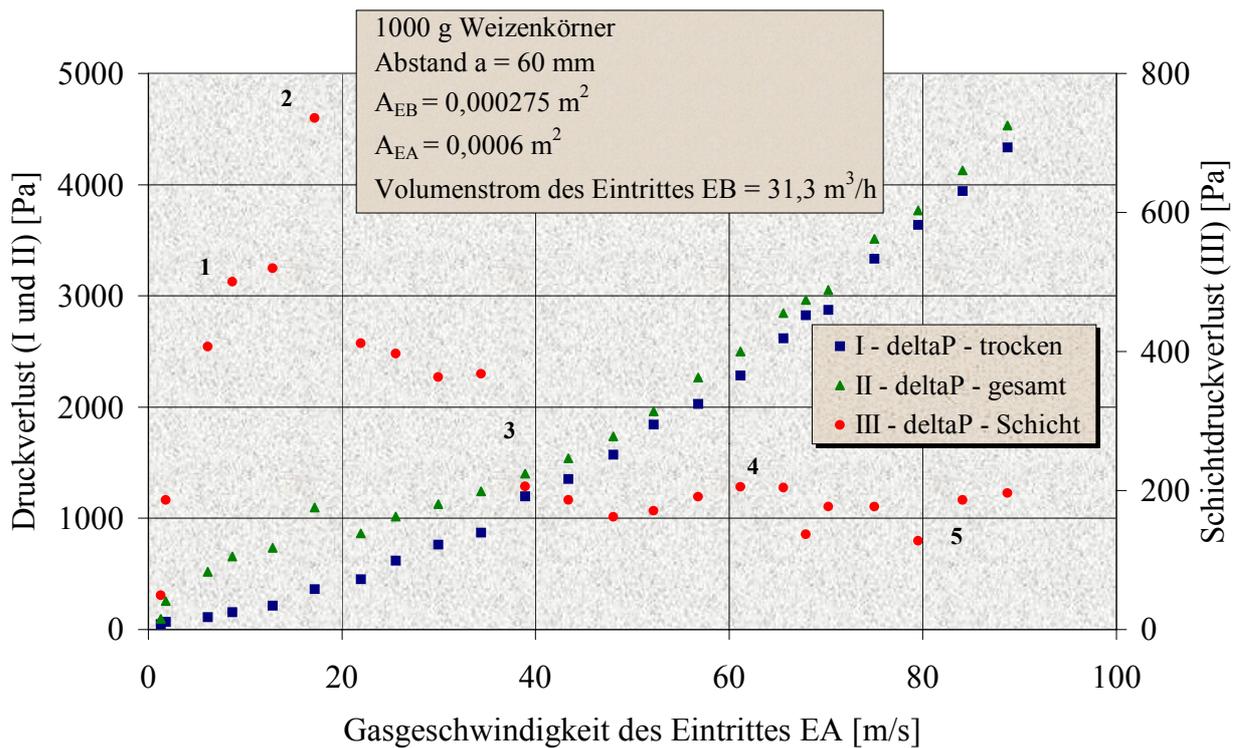


Bild 3.32: c) Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 80 \text{ mm}$ und 1000 g Weizenkörner; Punkt 1 – Festbett; Punkt 2 – Beginn der Fluidisation; Punkt 3 – Kanalbildung; Punkt 4 - Beginn der stabilen Arbeit der Schicht; Punkt 5 - stabile Arbeit.

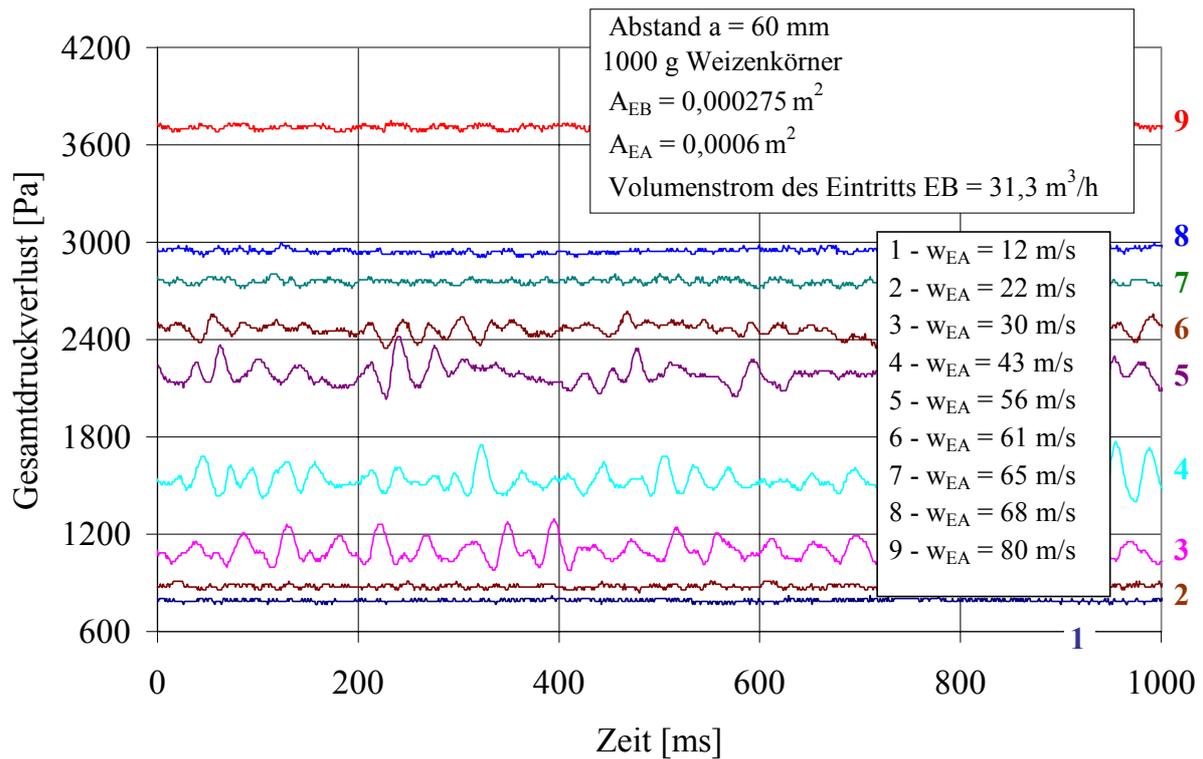


Bild 3.33: Der Zeitverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eingangs EA, Abstand $a = 80 \text{ mm}$ und 1000 g Weizenkörner.

Die Auswertung der experimentellen Ergebnisse führte zu dem Ergebnis, dass mit der vorhandenen Konstruktion (Strahlschichtapparat und Gasverteilerelement) stabile Fluidisationsregime der Schicht erzielt werden können.

Mit Hilfe der graphischen Darstellung Schichtdruckverlust in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA bei unterschiedlichen Abständen ist zu sehen, dass a darauf keinen wesentlichen Einfluss hat (Bild 3.34).

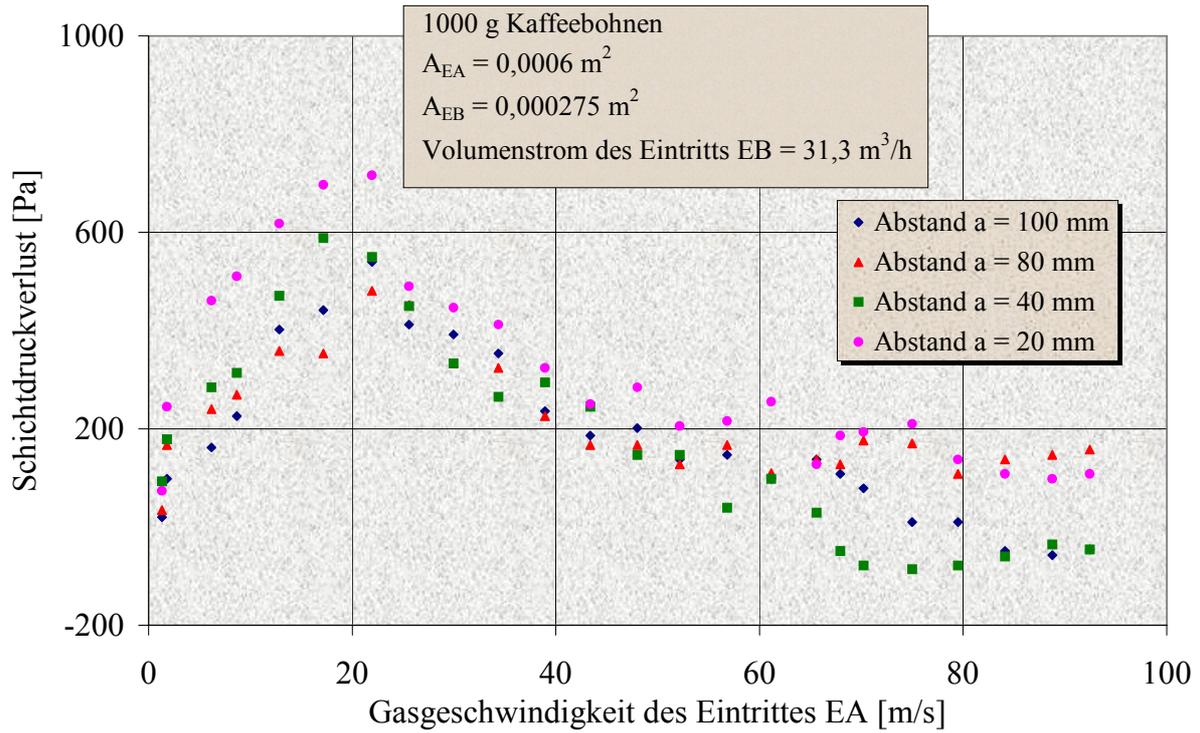


Bild 3.34: Schichtdruckverlust in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA bei unterschiedlichen Abständen.

Es wurden Untersuchungen bei verschiedenen Volumenströmen des Eintritts EB durchgeführt (Bilder 3.35 und 3.36). Bei beiden Materialien (Kaffeebohnen und Weizenkörner) wirkt sich \dot{V}_{EB} nur auf den maximalen Druckverlust aus. Im Arbeitsbereich stimmen die Punkte fast überein.

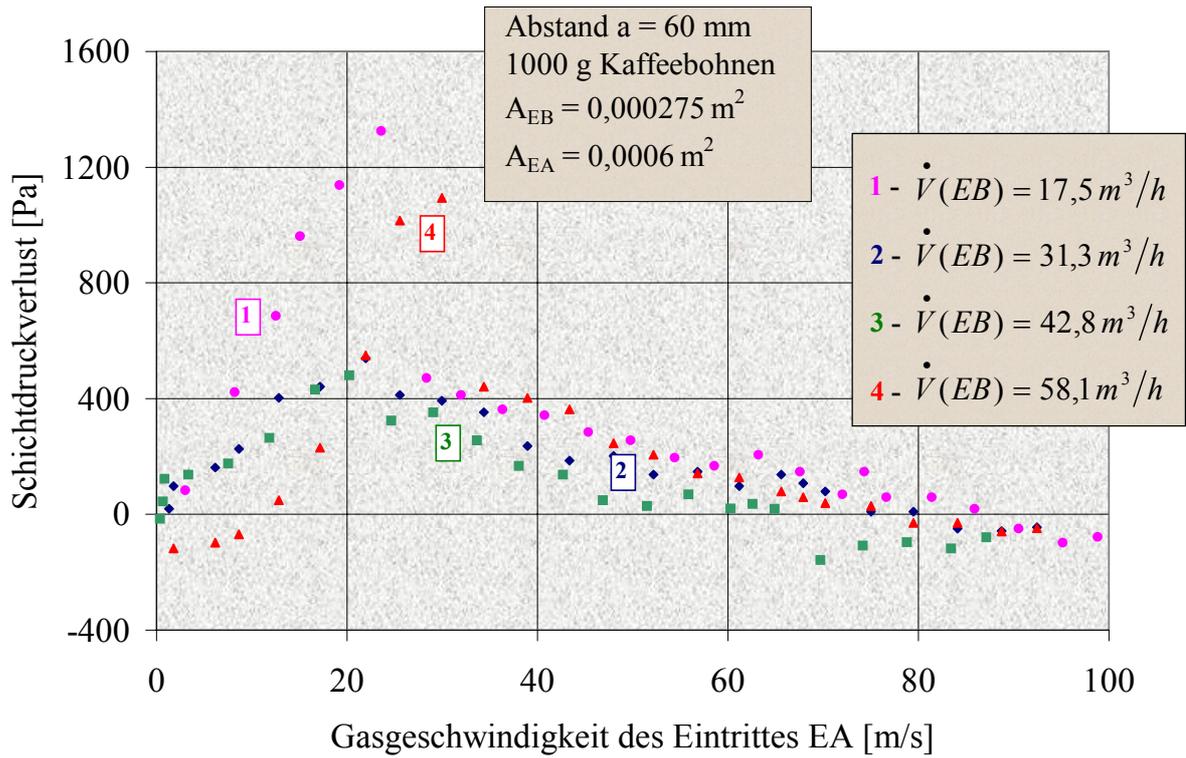


Bild 3.35: Schichtdruckverlust in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA bei verschiedenen Volumenströmen des Eintritts EB und 1000 g Kaffeebohnen.

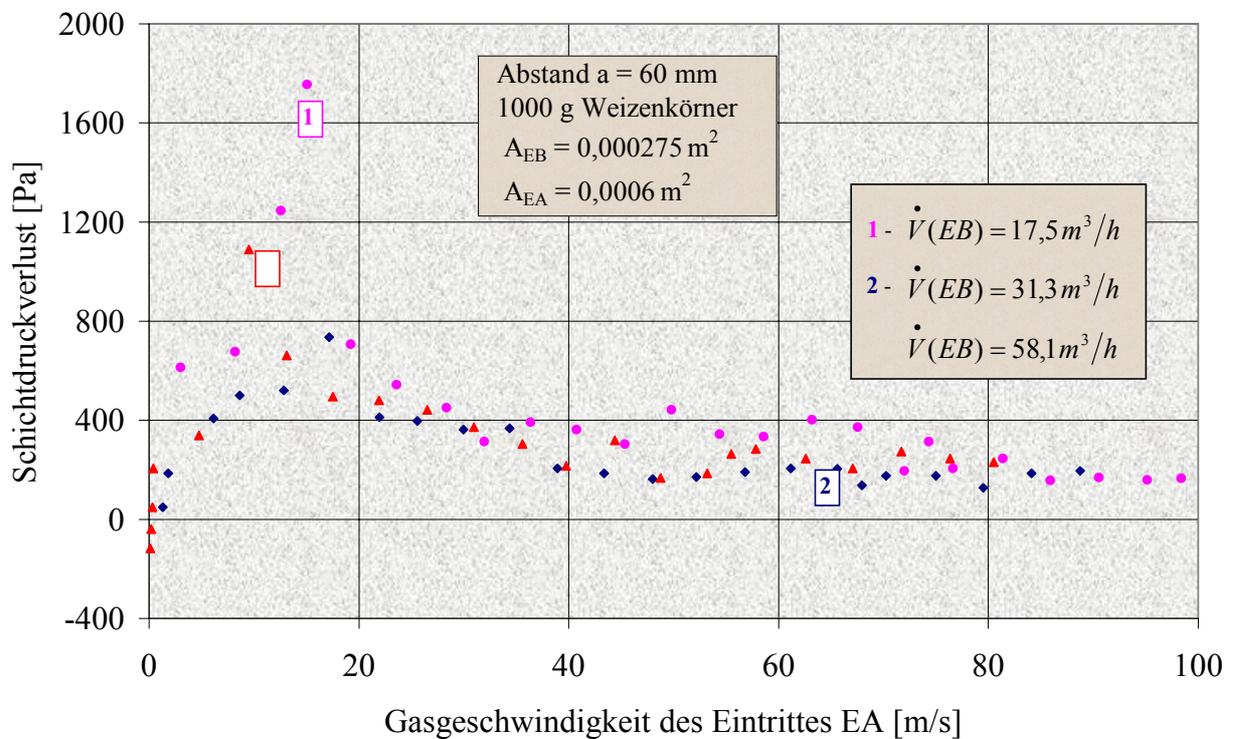


Bild 3.36: Schichtdruckverlust in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA bei verschiedenen Volumenströmen des Eintritts EB und 1000 g Weizenkörner.

In der vorliegenden Arbeit wurden auch Untersuchungen mit verschiedenen Schichtmassen durchgeführt. In Bild 3.37 ist ein Beispiel für 500 g, 1500 g und 2000 g Weizenkörner dargestellt. Die Erhöhung der Schichtmasse führt zu höheren Schicht- und damit auch zu höheren Gesamtdruckverlusten. Die Linien 1, 2 und 3 verbinden folgende charakteristische Punkte:

- Beginn der Fluidisation (Linie 1),
- instabile Fluidisation mit Kanalbildung (Linie 2) und
- Beginn der stabilen Arbeit der Schicht (Linie 3).

Es ist deutlich zu sehen (Bild 3.37), dass die maximalen Schichtdruckverluste und die Gasgeschwindigkeit beim Beginn stabiler Fluidisation für 2000 g Weizenkörner die größten Werte haben.

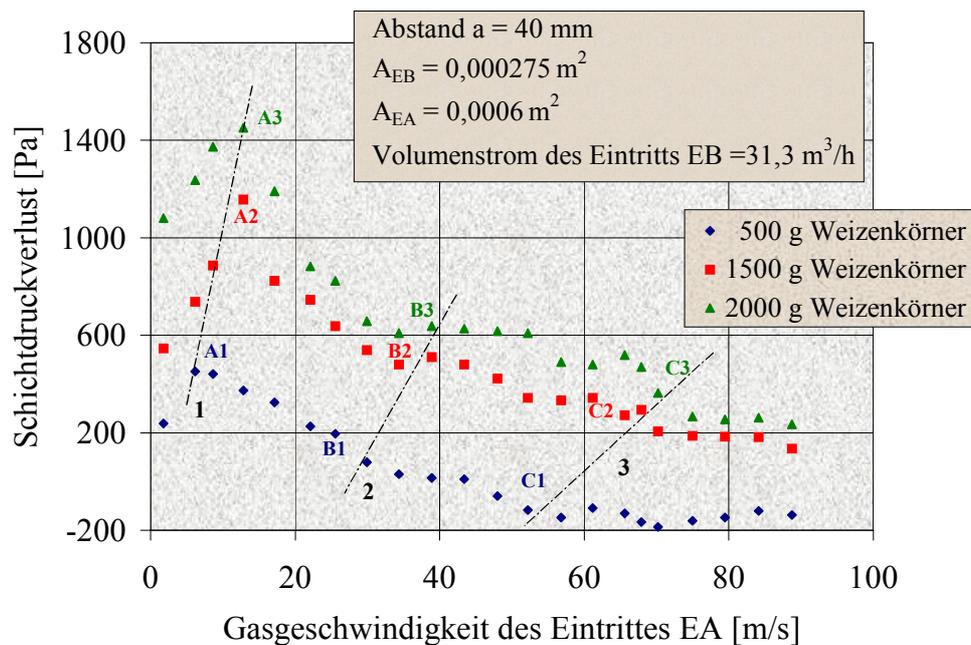


Bild 3.37: Schichtdruckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA bei unterschiedlichen Schichtmassen; Punkt A – Beginn der Fluidisation; Punkt B – Kanalbildung; Punkt C – Beginn der stabilen Fluidisation der Schicht.

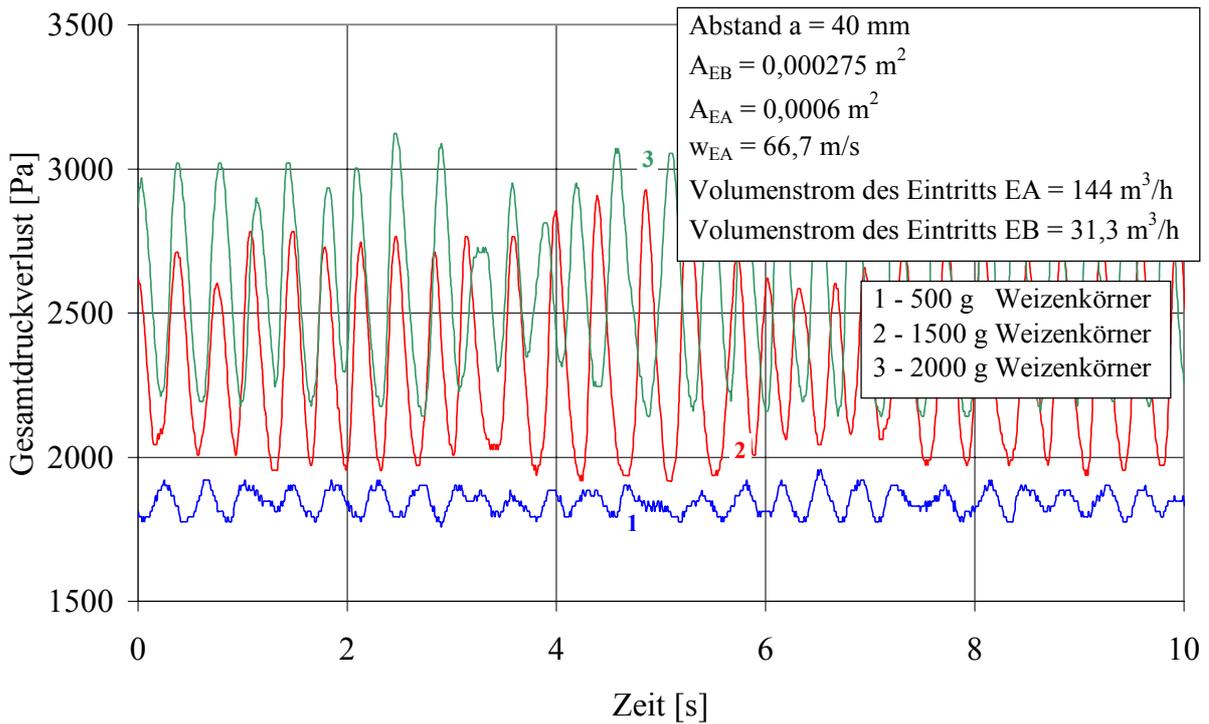


Bild 3.38: Zeitverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Schichtmassen (Weizenkörner).

Die Bilder 3.38 (für Weizenkörner) und 3.39 (für Kaffeebohnen) zeigen den Kurvenverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Schichtmassen und konstanter Gasgeschwindigkeit des Eingangs EA. Aus den Bildern ist zu erkennen, dass sich die Blasenbildung in der Schicht mit steigender Schichthöhe verstärkt. Bei einer Gasgeschwindigkeit $w_{EA} = 71,3 \text{ m/s}$ (Kurve 1, Bild 3.39) fluidisiert die Schicht stabil. Diese Gasgeschwindigkeit reicht aber nicht für die gute Fluidisierung der Schicht mit der höheren Masse (Kurven 3, 4, und 5, Bild 3.39). Aus dem Bild ist zu erkennen, dass der unregelmäßige stochastische Verlauf der Gasschwingungen bei 1000 g, 1250 g und 1500 g Kaffeebohnen auftritt.

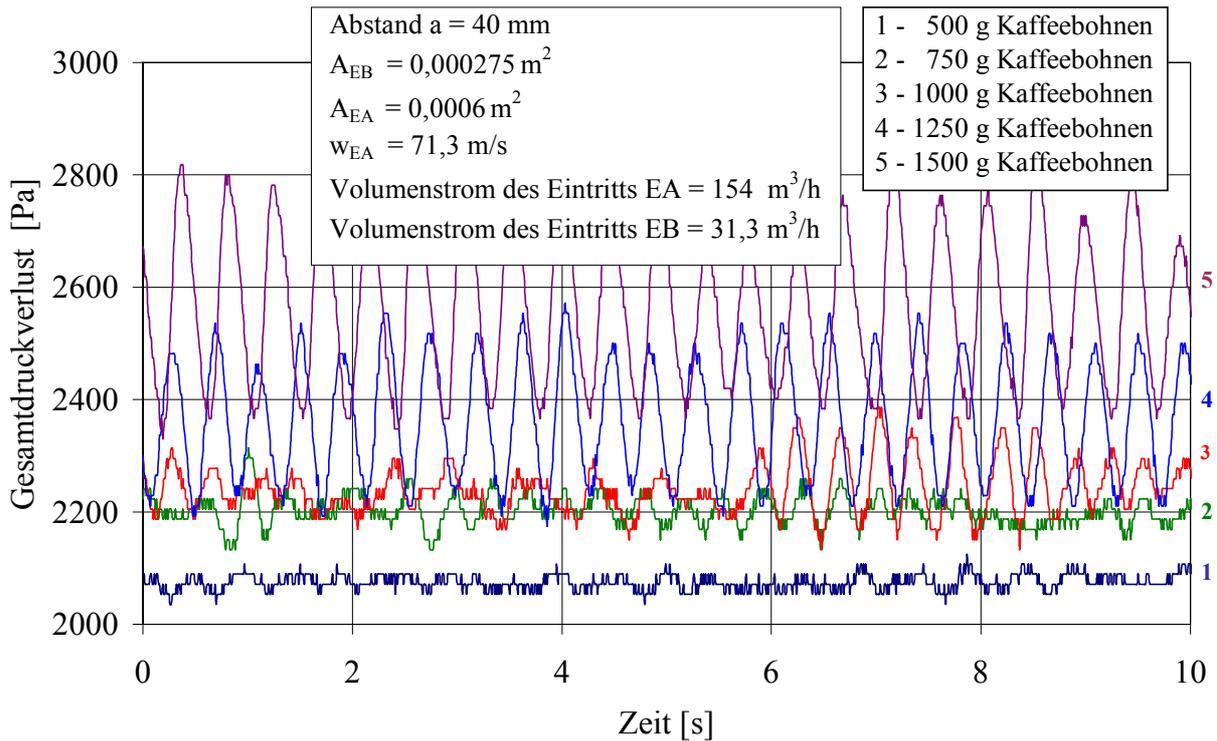


Bild 3.39: Zeitverlauf der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Schichtmassen (Kaffeebohnen).

3.5 Klassifizierung der pneumatischen Bereiche

3.5.1 Stand des Wissens zu den Strahlschichtregimes

Eine Strahlschicht zeichnet sich durch unterschiedliche Fluidisierungsregimes aus. Hydrodynamische Regimes unterscheiden sich durch die Verteilung der beiden Phasen (kontinuierliche – Gas und disperse – Feststoff) in der Schicht (stabil oder instabil). Diese Verteilung hängt von folgenden Parametern ab: Gasgeschwindigkeit der kontinuierlichen Phase, Apparatekonstruktion, Eintrittsquerschnitt, physikalisch-chemische Eigenschaften der disersen Phase. Das instabile Regime eines Gas–Feststoff–Systems ist ein pneumatischer Zustand der Schicht, bei dem Kanäle, Blasen und Tot-Zonen beobachtet werden. Das stabile Regime ist durch eine gute Verteilung der beiden Phasen im Apparat charakterisiert. Die Regimes der stabilen und instabilen Fluidisation der Schicht sind ein geometrisches Gebiet von Arbeitspunkten bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten, unterschiedlichen Archimedeszahlen, Schichtmassen und Eintrittsquerschnitten.

Nach der Aussage verschiedener Autoren [25, 29, 85, 33] lässt sich der Existenzbereich einer Wirbelschicht pneumatisch zwischen der Wirbelpunkt- und Austragsgeschwindigkeit begrenzen. In der neueren Literatur werden die pneumatischen Arbeitsregimes der Wirbelschicht und der Strahlschicht durch

- *Re-G-Diagramme* (Bild 3.40, 3.46) [78, 104, 75],
- *H₀-w-Diagramme* (Bild 3.41) [91],
- *w-d-Diagramme* (Bild 3.42, 3.43) [17, 91, 59] oder
- *ΔP-w-Diagramme* (Bild 3.44, 3.45) [78, 68, 91, 104] dargestellt.

In Bild 3.40 ist die Abhängigkeit der Re-Zahl vom geometrischen Simplex G nach Mitev dargestellt [75]. Der aus den Versuchsergebnissen gemäß Bild 3.40 ermittelte Parameter *n* nimmt den Wert von -0,25 an und ist für alle im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Produkte gleich.

$$\text{Re} = AG^n \quad (3-79)$$

$$A = f(\text{Ar}) \quad (3-80)$$

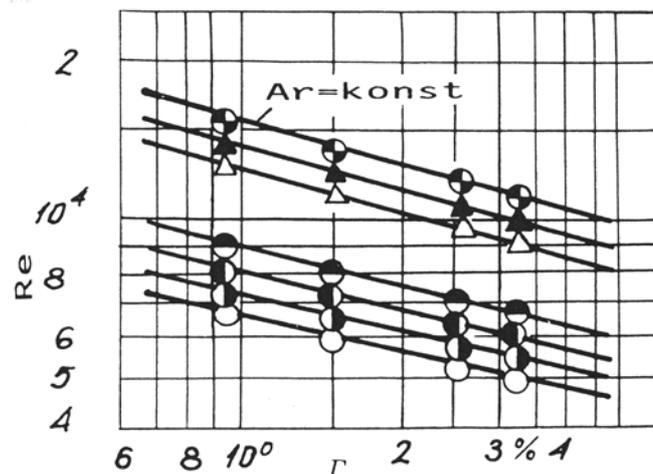


Bild 3.40: Mittlere Re-Zahl als Funktion des geometrischen Simplex G für Zweikammerstrahlschichttrockner und unterschiedliche Schüttgüter [75].

Die Strahlschichtregimes in konischen Apparaten sind von der Apparategeometrie und vom Partikeldurchmesser abhängig [83]. Für die Darstellung der für einen stabilen Gas-Feststoffkontakt charakteristischen Regime wurde das von *Mathur* und *Gishler* [69] vorgeschlagene Diagramm (Bild 3.41) (Höhe der ruhenden Schicht in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit) verwendet.

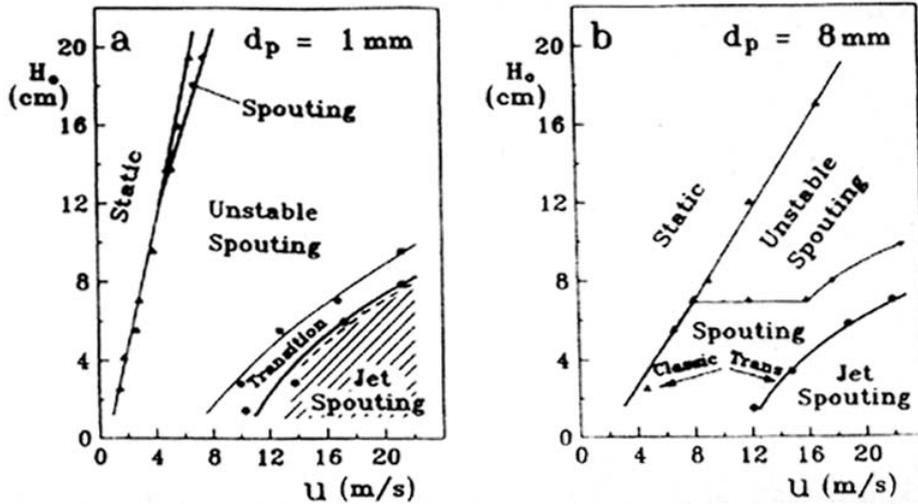


Bild 3.41: Abhängigkeit der Schichthöhe von der Gasgeschwindigkeit für Korngüter bei unterschiedlichen Durchmessern: a) $d_p = 1 \text{ mm}$ und b) $d_p = 8 \text{ mm}$, für einen konischen Strahlschichtapparat [91].

Ein Beispiel für Partikel mit Durchmessern $d_p = 1 \text{ mm}$ und $d_p = 8 \text{ mm}$ ist in Bild 3.41 eingezeichnet. Die Grenzen zwischen den verschiedenen Regimes wurden experimentell bestimmt und mit gestrichelten Linien gezeichnet. Auf der Basis dieser experimentellen Daten wurden die Strahlschichtregimes für die Expansion der Schicht in konischen Apparaten definiert.

In Bild 3.42 wurden die Regimes in einem konischen Apparat mit einer konventionellen Gas-Feststoff-Fluidisation (Wirbelschicht) verglichen. Die Gasgeschwindigkeit (in Bild 3.42 - w^* , w^*) und der Partikeldurchmesser wurden nach den Gleichungen:

$$w^* = w \left(\rho_p^2 / (\rho_p - \rho_f) g \mu_f \right)^{1/3} \quad (3-81)$$

$$d_p^* = Ar^{1/3} \quad (3-82)$$

berechnet.

Die Werte von d_p^* , entsprechend der Geldart-Klassifikation, wurden auf der X-Achse dargestellt. Die berechnete Austragsgeschwindigkeit wurde mit gestrichelter Linie und die minimale Sprudelgeschwindigkeit mit punktierter Linie gezeichnet.

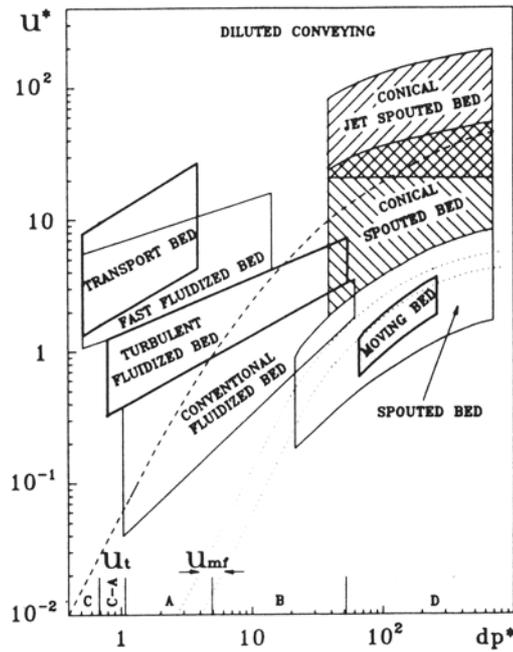


Bild 3.42: Arbeitsbereiche für verschiedene Gas-Feststoff-Regimes [91].

Es wurde beobachtet, dass die untersuchten Strahlschichtregimes die Vorteile der konventionellen Wirbelschicht mit den Vorteilen des „Transport Bed“ verbinden und somit in Bereichen operieren können, die für die andere Regimes nicht erreichbar sind (Bild 3.42). Die konischen Strahlschichtapparate schließen unterschiedliche Verwendungsbedingungen ein, in denen auch die Behandlung großer und schwerer Feststoffpartikel möglich ist.

Um das Verhalten eines bestimmten Gas-Feststoff-Kontaktierungs-Verfahrens voraussagen zu können, muss bekannt sein, was für ein Fluidisationsregime vorliegt. Man kann dann entscheiden, ob die Feststoffe

- im internen Kreislauf,
- im externen Kreislauf (Zyklon) oder
- im einfachen Durchlauf behandelt werden müssen.

Diese Frage ist besonders wichtig für die erforderliche Apparatekonstruktion.

Verschiedene Autoren haben diese Regime in unterschiedlichen Koordinaten dargestellt, wie z. B. $w^* = f(d_p^*)$ (siehe Bild 3.43), [62, 69, 59], $w = f(\varepsilon_A)$ [11], $Re_p = f(G, Ar)$ [78]. Jedes Diagramm enthält den Partikeldurchmesser. Die Achsen (Bild 3.43) wurden mit den dimensionslosen Variablen d_p^* und w^* bezeichnet und nach folgenden Gleichungen

$$d_p^* = d_p \left[\frac{\rho_F (\rho_P - \rho_F) g}{\mu_F^2} \right]^{1/3} = Ar^{1/3} \quad (3-83)$$

$$w^* = w \left[\frac{\rho_F^2}{\mu_F (\rho_P - \rho_F) g} \right]^{1/3} = \frac{Re_p}{Ar^{1/3}} \quad (3-84)$$

berechnet.

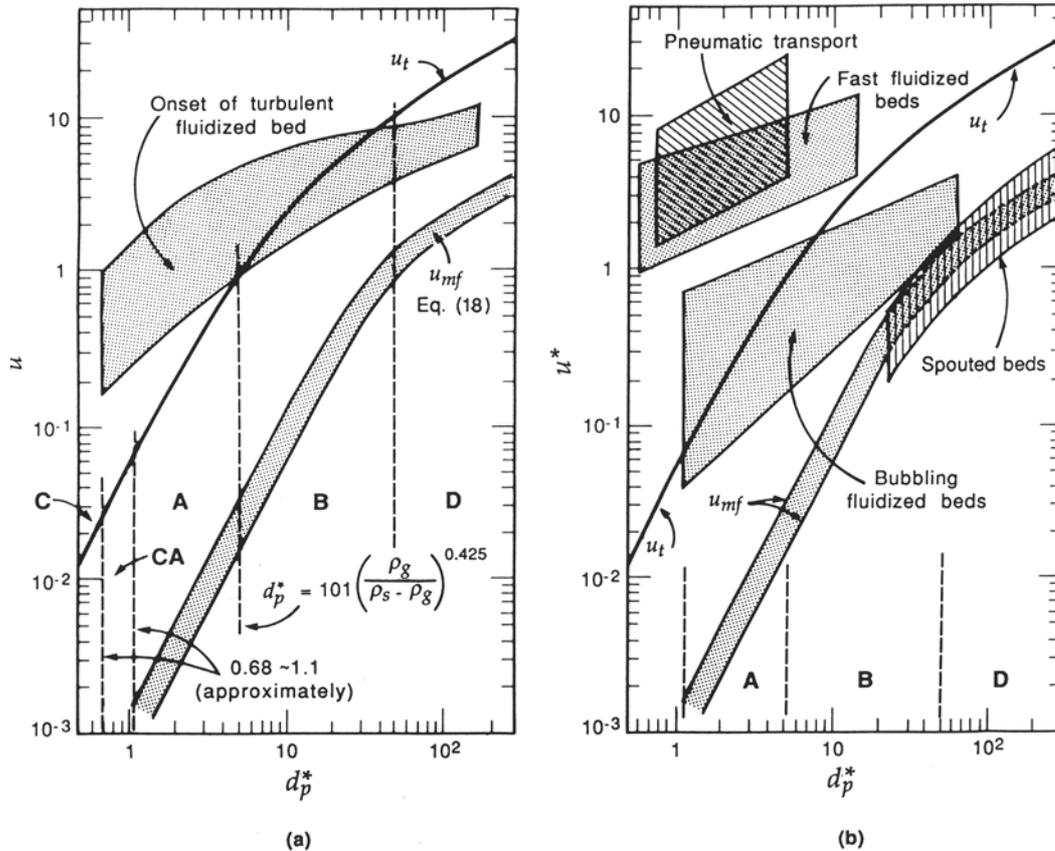


Bild 3.43: Allgemeines Diagramm der Regimes für den ganzen Bereich der Gas-Feststoff-Fluidisation; die Buchstaben C, A, B und D beziehen sich auf die Geldart-Klassifikation, angepasst von Grace [36], einschließlich der Information von van Deemter [116], Horio u.a. [42] und Čatipović u.a. [17].

Bild 3.43 ist das Original-Grace-Diagramm und enthält auch Informationen aus anderen Quellen. Es ist zu sehen, wie sich die Wirbelpunktgeschwindigkeit und die Austragsgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser verändern. Dargestellt sind auch die veränderten Grenzen nach der Geldart-Klassifikation. Auf diese Weise wurde für Gase bei Umgebungsbedingungen die AB-Grenze nach der Gleichung

$$(d_p^*)_{AB} = 101 \left(\frac{\rho_F}{\rho_P - \rho_F} \right)^{0.425} \quad (3-85)$$

berechnet. Die CA-Grenze ist nicht so klar und wurde für Kohäsion zwischen den Partikeln angenähert. Somit verschieben die stärksten Oberflächenkräfte die CA-Grenze nach links. Die Diagramme zeigen (Bild 3.43a und 3.43b), dass die Strahlschicht für die Partikel der Geldart-D-Gruppe geeignet ist (sogar bei Gasgeschwindigkeiten niedriger als $w_{Sch,min}$).

Die normale blasenbildende Wirbelschicht ist über einen breiten Bereich von Arbeitsbedingungen und Partikeldurchmessern für die Geldart-A- und Geldart-B-Gruppe zu beobachten. Für größere Partikel (D-Gruppe) fluidisiert die Schicht in einem relativ begrenzten Gasgeschwindigkeitsbereich. Für Partikel mit kleineren Durchmessern (A-Gruppe) beginnt die blasenbildende Schicht erst bei mehrfachen $w_{Sch,min}$ und bleibt über die Austragsgeschwindigkeit der Primär-Partikel bestehen. Nach Bild 3.43 ist schnelle Fluidisation (fast fluidized bed) nur für sehr kleine Partikel und sehr hohe Gasgeschwindigkeiten (höher als $1000 w_{Sch,min}$) möglich.

In Bild 3.43 wurden die experimentellen Daten von vielen Autoren bei unterschiedlichen Parametern dargestellt:

- Gas: Luft, N₂, CO₂, He, H₂, Freon-12, CCl₄
- Temperatur: 20°- 300°C
- Druck: 1 - 85 bar

Nach Grace sind Erweiterungen verschiedener Arbeitsbereiche durchaus möglich. Dieses Diagramm ist die einzige zur Zeit existierende physikalisch begründete Darstellung, und Untersuchungsergebnisse sollten auf ihre Übereinstimmung mit diesem Diagramm überprüft werden.

Nach Mörl u. a. werden die Arbeitsbereiche in einem Wirbelschichtgranulationstrockner durch die erreichbare Granulatgröße begrenzt [83]. Es wird der minimale Durchmesser der in die Wirbelschicht kontinuierlich zugeführten Granulationskeime festgelegt und damit die untere Arbeitsgrenze bezüglich der Granulationsabmessungen fixiert. Der maximale Durchmesser der austretenden Granulate wird nach folgender Gleichung, die aus den Stoffübergangsbedingungen herrührt, bestimmt:

$$d_{FA\max} = - \frac{8 \beta P R_D \dot{m}_{FE}}{R_G \rho_P \dot{m}_{GE}} \frac{\left[\frac{\dot{m}_{FE}}{\dot{m}_{FIE}(1-x_{FIE})} + 1 \right]}{\ln \left[1 - \frac{\dot{m}_{FIE} x_{FIE} (1-Y_{GE})}{\dot{m}_{GE} (Y_S - Y_{GE})} \right]} \quad (3-90)$$

Die Arbeitsregimes der Wirbelschicht und der Strahlschicht werden nach Mitev in Abhängigkeit von der apparativen Gestaltung, der Veränderung der Gasgeschwindigkeit, der Veränderung der relativen freien Querschnitte des Anströmbodens und der Dispersität des Materials betrachtet [104, 80, 105, 82, 41].

In Bild 3.44a wurden die Arbeitsregimes eines Wirbelschichtapparates in einer Darstellung des Schichtdruckverlustes über die relative Gasgeschwindigkeit $\Delta P = f(w/w_A)$ bei konstanter Schichtmasse, bei konstanter Dispersität des Materials $Ar = const$ und bei konstantem relativen freien Querschnitt des Anströmbodens $G = const$, dargestellt. In Bild 3.44b wurde die Veränderung der Porosität der Schicht veranschaulicht.

Mit der Veränderung der relativen Gasgeschwindigkeit w/w_A von 0 bis 1 in Wirbelschichtapparaten kann eine Veränderung des Schichtdruckverlustes und des Schüttgutverhaltens vom Festbett bis zum Austrag der Partikel beobachtet werden (siehe Bild 3.44a – Bereiche von I bis V).

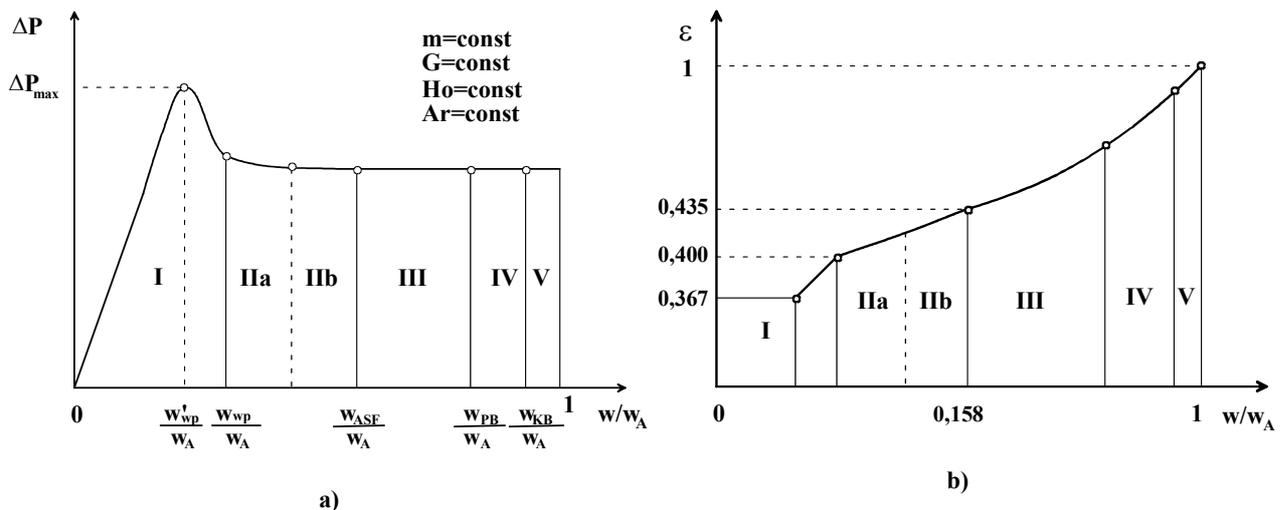


Bild 3.44: a) Arbeitsregimes der Wirbelschicht; I – Festbett; IIa – Anfang der Bildung der Wirbelschicht; IIb – Übergangsbereich; III – Anfang der stabilen Fluidisation (ASF); IV – Pulsationsbereich (PB); V – Kolbenbereich (KB); b) Abhängigkeit der Porosität der Schicht in Abhängigkeit von der relativen Gasgeschwindigkeit.

Bei kleinen Geschwindigkeiten vergrößert sich der Schichtdruckverlust fast linear. Die Gesetzmäßigkeit für die Bereiche in der ruhender Schicht werden durch die Ergun-Gleichung berechnet [25]. Bei weiterer Erhöhung der Gasgeschwindigkeit nimmt der Druckverlust zunächst quadratisch bis ΔP_{\max} zu und fällt dann auf einen nahezu konstant bleibenden Wert bis $w/w_A = 1$. Bei sehr geringen Gasgeschwindigkeiten ändert sich die Porosität der Schicht fast nicht (ε von 0,367 bis 0,4) bis zum ΔP_{\max} . Danach vergrößert sich die Porosität in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit. Bei unterschiedlichen Ar-Zahlen (siehe Bild 3.45a, b, c) verschieben sich die Arbeitregimes I-V in ihrer Größe. Wenn der Druckverlust seinen maximalen Wert erreicht, ist das Grundgesetz der Statik (Gl. 3-30) erfüllt. Das ist eine notwendige Bedingung für die Existenz des Gleichgewichtes, aber nicht notwendig für die Existenz der Wirbelschicht. Bei weiterer Steigerung der Relativgeschwindigkeit erfolgt eine Stabilisierung der Schicht bis $\varepsilon_0 = 0,435$, und der geometrische Simplex von Romankov wird $R_0 = 0,188$. Bei Erreichen dieses Wertes liegt eine gute Durchmischung der Partikel vor - das ist der Anfang der stabilen Arbeit (ASF) (Bereich III - Bereich der stabilen Arbeit). Bei der hier vorliegenden Relativgasgeschwindigkeit $w/w_A = 0,158$ wird nicht nur das Gesetz der Statik (3-30), sondern auch das Gesetz der Dynamik (3-33) erfüllt. Der Bereich III endet beim Pulsationsbereich (PB) und es schließt sich die Pulsationszone IV an. Bei Vergrößerung der Ar-Zahlen verkleinert sich der Bereich II (Bild 3.45a, b, c). Im besonders turbulenten Gebiet bei $\zeta < 1$, ist der Bereich II sehr klein. Das Verhältnis $(w_{Sch}/w_A)/(w_{wp}/w_A)$ liegt zwischen 0,01 und 0,05. Bei der Archimedeszahl $Ar = 1$ und $\zeta \gg 1$ ist der Bereich II sehr groß: $(w_{Sch}/w_A)/(w_{wp}/w_A) < 0,2$, d. h. der Arbeitsbereich III ist klein ($(w_{Sch}/w_A) < 0,2$).

Auf diese Weise können in diesem Übergangsbereich II in Abhängigkeit von der Archimedeszahl auch Kolben-, Blasen- und Kanalbildung festgestellt werden. In allen Fällen ist die Frequenz der Schwingungen im Bereich II ungleichmäßig und die Amplitude groß.

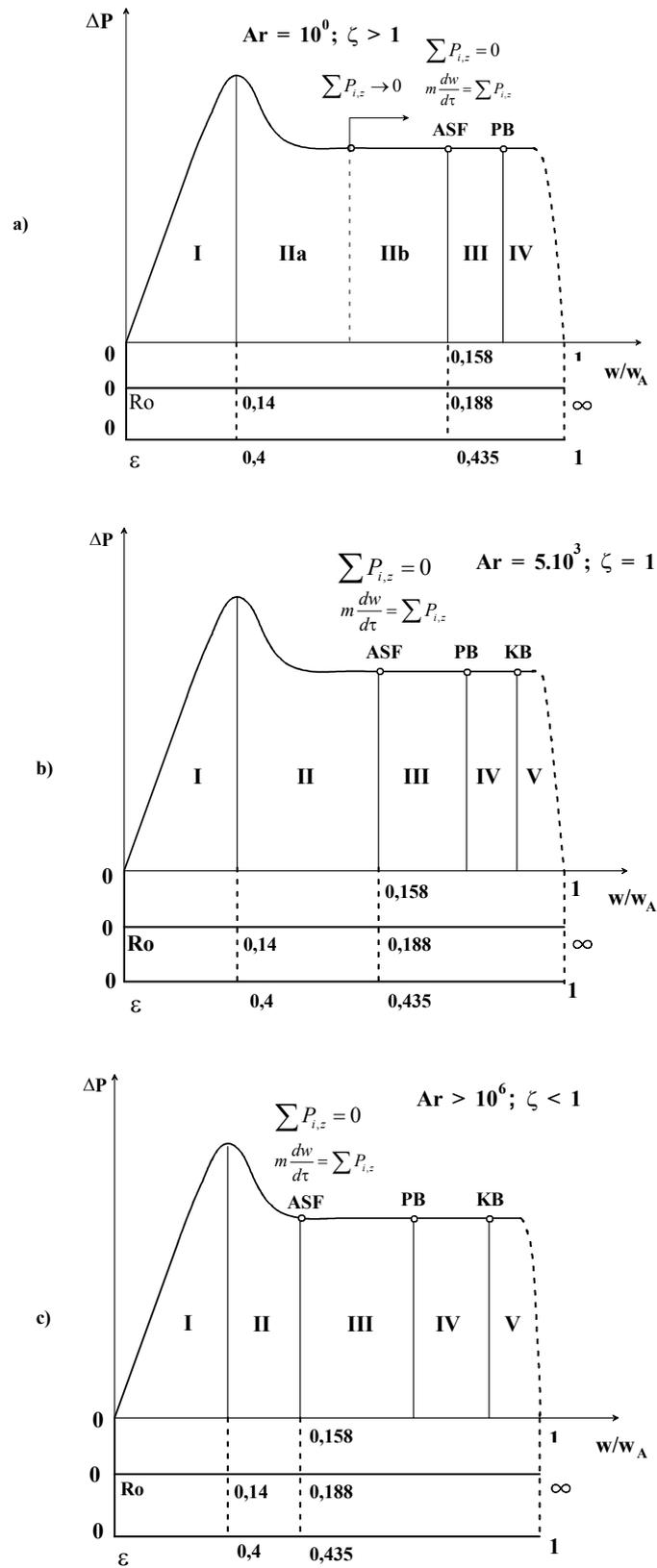


Bild 3.45: Arbeitsregimes der Wirbelschicht bei unterschiedlichen Ar -Zahlen; a) $Ar = 10^0$, $\zeta > 1$; b) $Ar = 5 \cdot 10^3$, $\zeta = 1$; c) $Ar > 10^6$, $\zeta < 1$; ASF – Anfang stabiler Fluidisation; PB – Pulsationsbereich; KB – Kolbenbereich.

In Bild 3.45a, b, c sind nun zusätzlich die Arbeitsbereiche des Wirbelschichtapparates bei $Ar = const$ und $H_0 = const$ eingezeichnet:

I - unbewegliche Schicht,

II - Übergangzone, die noch zwei Unterzonen einschließt:

IIa - Übergangzone, in der die Schicht ebenfalls aus Reihen und Folgen besteht, gemäß dem physikalischen Modell und dem teilweisen Schichtgewichtsausgleich, d. h.

$$\sum_{i=1}^n P_{i,z} \rightarrow 0,$$

IIb - Übergangzone, in der sich eine Komplexbildung Feststoff-Fluid vollzieht.

In Abhängigkeit von der Polydispersität der Schicht, dem freien Querschnitt des Anströmbodens und seiner Konstruktion werden Schichtvermischung, Kanalbildung und Blasenbildung beobachtet. Beim Übergang vom Bereich IIb zum Bereich III werden die Gesetze der Statik (3-30) und der Dynamik (3-33) erfüllt.

III - Bereich der stabilen Arbeit der Schicht – durch eine gleichmäßige Teilchenbewegung charakterisiert, ohne Pulsation und Kolbenbildung.

IV - Pulsationsbereich – durch einzelne Austragungen von Feststoff in die Beruhigungskammer und ein ungleichmäßiges Wirbeln charakterisiert.

V - Kolbenbereich – dieser Bereich entsteht dann, wenn die Gasgeschwindigkeit am Anströmboden w_{Ein} niedriger als die Gasgeschwindigkeit zwischen den Teilchen w_E ist, d. h., der dynamische Druck des Gases am Eintritt ist nicht so groß. Dieser Bereich hängt sehr von der Polydispersität der Schicht ab.

Im Folgenden werden Arbeitsregimes der Wirbelschicht und der Strahlschicht bei konstanter Schichtmasse aber unterschiedlichen Ar-Zahlen, Apparatkonstruktionen und Querschnitten des Anströmbodens betrachtet. Im Bild 3.27 (Abschnitt 3.3.2.2.2) ist das Gleichgewicht der Kräfte zu sehen, die auf ein Teilchen (Bild 3.27a) und auf eine Menge von Teilchen (Bild 3.27b) wirken. Ausgehend von der Massenbilanz und dem Grundgesetz der Mechanik (3-10) wurden die Arbeitsbereiche in Wirbelschichten bestimmt. Die Massenbilanz im Gleichgewichtszustand ist

$$\dot{m} = \rho_F \dot{V} = \rho_F w_{Sch} (A_p + A_E) = \rho_F w_E A_E = \rho_F w_{Ein} A_{Ein} = const \quad (3-91)$$

wobei w_{Sch} die Gasgeschwindigkeit im Querschnitt der ruhenden Schicht ist, w_E ist die Geschwindigkeit des freien Querschnitts $A_E = A_{Sch} - A_P$, und w_{Ein} ist die Gasgeschwindigkeit am Gaseintritt (siehe Bild 3.27).

Wird Gleichung (3-91) durch die Massenbilanz $\dot{m}_p = \rho_F A_P w_A = \rho \dot{V}$ eines beliebigen Teilchens dividiert, so führt das zur folgenden charakteristischen Gleichung

$$\dot{m}_{ch} = \frac{\dot{m}}{\dot{m}_p} = \frac{\dot{V}}{\dot{V}_p} = \frac{w_{Sch}}{w_A} (1 + Ro) = \frac{w_E}{w_A} Ro = \frac{w_{Ein}}{w_A} A_{Ein,0} = X_0 = const \quad (3-92)$$

wobei \dot{m}_{ch} die charakteristische Fluidmasse ist, die für das Gleichgewicht des Partikels notwendig ist und

$$A_{Ein,0} = \frac{A_{Ein}}{A_P} \quad (3-93)$$

Beim Gleichgewicht von N Teilchen im begrenzten Raum ist die Kraft des dynamischen Druckes des Fluids am Gaseintritt

$$N(F_G - F_{Ar}) = A_P \frac{\rho_F w_{Ein}^2}{2} \quad (3-94)$$

Aus (3-94) ergibt sich folgende Gleichung für die Bestimmung der Gasgeschwindigkeit am Gaseintritt:

$$w_{Ein} = \sqrt{\frac{2N(F_G - F_{Ar})}{\rho_F A_P}} \quad (3-95)$$

wobei $F_G - F_{Ar}$ durch die Archimedeszahl ausgedrückt ist

$$F_G - F_{Ar} = \frac{\pi}{6} \rho_F v^2 Ar \quad (3-96)$$

Nach dem Einsatz in die Gleichung (3-94) und einigen Umwandlungen resultiert daraus:

$$\frac{w_{Ein}}{w_A} = \sqrt{\frac{4}{3} \frac{Ar}{Re_A^2} N} = \sqrt{\zeta N} \quad (3-97)$$

Nach Gleichung (3-92) ist

$$\frac{w_{Ein}}{w_A} A_{Ein,0} = \frac{w_E}{w_A} Ro \quad (3-98)$$

wobei

$$\frac{w_E}{w_A} = \sqrt{\frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta}{Ro}\right)} \quad (3-99)$$

ist und nach dem Einsetzen in (3-98) ergibt sich daraus

$$\frac{w_{Ein}}{w_A} A_{Ein,0} = Ro \sqrt{\frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta}{Ro}\right)} = X_0 \quad (3-100)$$

wobei laut Gleichung (3-92) $\dot{m}_{ch} = X_0$ ist. Außerdem ist X_0 auch der relative Querschnitt des Kanals, falls die Gasgeschwindigkeit gleich der Austragsgeschwindigkeit ist:

$$w_{Ein} A_{Ein,0} = w_A X_0 \quad (3-101)$$

Nach Gleichung (3-97) ist die Gasgeschwindigkeit am Apparateeintritt

$$w_{Ein} = w_A \sqrt{\zeta N} \quad (3-102)$$

und der relative Eingangsquerschnitt

$$A_{Ein,0} = \frac{X_0}{\sqrt{\zeta N}} = X_0 (\zeta N)^{-0,5} \quad (3-103)$$

Der Simplex G ergibt sich aus dem geometrischen Verhältnis des Gaseintrittsquerschnitts und des Querschnitts der ruhenden Schicht. Der geometrische Simplex G ändert sich mit dem Eintrittsquerschnitt oder der Schichtmasse

$$G = \frac{A_{Ein}}{A_{Sch}} 100 \quad (3-104)$$

d. h. $A_{Ein} = A_{Sch} G$ wobei $A_{Sch} = A_E + A_P$ und nach Division durch A_P :

$$\begin{aligned} A_{Ein} &= A_{Sch} G \\ A_{Ein,0} &= G(1 + Ro) \end{aligned} \quad (3-105)$$

Löst man diese Gleichung mit der Beziehung (3-103), so führt dies zu einem Ausdruck für den relativen Eintrittsquerschnitt:

$$G = \frac{A_{Ein,0}}{1 + Ro} = \frac{X_0}{(1 + Ro) \sqrt{\zeta N}} \quad (3-106)$$

Zur Bestimmung der Arbeitsbereiche und Existenzgrenzen wurde die charakteristische Gleichung

$$\dot{m}_{ch} = X_0 = \frac{w_{Sch}}{w_A} (1 + Ro) = \frac{w_E}{w_A} Ro = \frac{w_{Ein}}{w_A} A_{Ein,0} = const \quad (3-107)$$

benutzt, die sich auf Grund einer Materialbilanz ergibt, mit

$$A_{Ein,0} = \frac{A_{Ein}}{A_p} = G(1 + Ro) \quad (3-108)$$

Die Relativgeschwindigkeit ist in verschiedenen Querschnitten der Schicht definiert (siehe Bilder 3.47, 3.48):

- relative Geschwindigkeit des Fluides im Querschnitt der ruhenden Schicht ($\zeta < 1$)

$$\frac{w_{Sch}}{w_A} = \frac{X_0}{1 + Ro} \quad (3-109)$$

- relative Geschwindigkeit des Gases im engsten Querschnitt A_E zwischen den Komplexen

$$\frac{w_E}{w_A} = \frac{X_0}{Ro} = \sqrt{\frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta}{Ro}\right)} \quad (3-110)$$

- relative Geschwindigkeit des Gases am Eingang des Apparates in Abhängigkeit vom relativen Eintrittsquerschnitt

$$\frac{Re_{Ein}}{Re_A} A_{Ein,0} = X_0 = Ro \sqrt{\frac{Ro}{1 + Ro} \left(1 + \frac{\zeta}{Ro}\right)} \quad (3-111)$$

d. h. $Re_{Ein} = X_0 Re_A \frac{1}{A_{Ein,0}} = X_0 Re_A \frac{1}{G(1 + Ro)} = Re_A \sqrt{\zeta N}$, wo

$$A_{Ein,0} = G(1 + Ro) = \frac{X_0}{\sqrt{\zeta N}} \quad (3-112)$$

$$\zeta = \frac{4}{3} \frac{Ar}{Re^2} \quad (3-113)$$

$$N = \frac{H_0}{d} \quad (3-114)$$

So wie bei $\dot{m} = f(Ro)$ bei $Ar = const$, $H_0 = const$, so unterscheiden sich auch Re_{Ein} und $A_{Ein,0}$ oder der freie Querschnitt des Anströmbodens bei verschiedenen Werten des Simplex Ro .

- relative Geschwindigkeit des Fluides im Querschnitt der ruhenden Schicht, ausgedrückt durch die Gaseintrittsgeschwindigkeit

$$w_{Sch} = w_{Ein} \frac{A_{Ein,0}}{(1 + Ro)} \quad (3-115)$$

bzw. geschrieben als Re-Kriterium

$$Re_{Sch} = Re_{Ein} \frac{A_{Ein,0}}{(1 + Ro)} \quad (3-116)$$

$$Re_{Sch} = Re_{Ein} G \quad (3-117)$$

Während die minimale Relativgasgeschwindigkeit im Querschnitt der ruhenden Schicht einen wesentlichen Einfluss auf die Bestimmung der Gasmenge hat, die für das gleichmäßige Wirbeln des Materials nötig ist, zeigt sich die Eintrittsgasgeschwindigkeit am Eintrittsboden als eine der Bestimmungsgrößen für die Bildung der Arbeitsbereiche der Schicht. Bild 3.46a zeigt das $Re_{Ein,ASF} - G - Ar - Diagramm$. Das Diagramm stellt die pneumatischen Bereiche des Wirbelschichtapparates, des prismatischen und des konischen Apparates dar [76, 78]. $Re_{Ein,ASF}$ ist die Reynoldszahl am Gaseintritt zu Beginn der stabilen Fluidisation und wurde nach der Gleichung

$$Re_{Ein,ASF} = \frac{w_F d_p}{\nu_F} \quad (3-118)$$

berechnet.

Hierin sind w_F die Eintrittsgasgeschwindigkeit, d_p der Partikeldurchmesser und ν_F die kinematische Viskosität des Gases.

Die Linien 1 - 9 sind die Linien der Durchflussmenge $\dot{m} = const$ bei verschiedenen Archimedeszahlen.

Es lassen sich folgende Bereiche unterscheiden:

- Die Bereiche vor den Kurven 10, 11 und 12 sind die Bereiche der Kanäle und Blasen. Die Kurven 10, 11 und 12 sind die Grenzen zwischen Kanalbildung und stabiler Arbeit des Wirbelschichtapparates, des prismatischen Apparates und des konischen Apparates.
- Der Bereich zwischen den Kurven 10 und 14 ist der Bereich der stabilen Arbeit der Wirbelschicht. Für die prismatischen Apparate liegt dieses Gebiet zwischen den Kurven 11 und 13, und für die konischen Apparate zwischen 12 und 15.
- Hinter den Kurven 13, 14 und 15 ist das Pulsationsgebiet.

Diese Regime hängen vom geometrischen Simplex G bzw. vom freien Querschnitt der Schicht und der Schichthöhe ab. Das $Re_{Ein,ASF} - G - Ar - Diagramm$ dient zur Bestimmung der pneumatischen Arbeitszustände von Wirbelschicht- und Strahlschichtapparaten, wenn die Gasgeschwindigkeit des Eintrittes und der Simplex G bekannt sind.

Die Linien 10, 11, 12 zeigen den Beginn der normalen Arbeit an – ASF. Diese Linien verbinden die Punkte für ASF bei verschiedenen Archimedeszahlen. Sie können auf theoretischem oder experimentellem Wege ermittelt werden. Die Koordinaten des Punktes ASF, die auf den Linien 10, 11 und 12 liegen, wurden auf folgendermaßen bestimmt:

- für die Wirbelschicht durch die Gleichung (3-119) (Kurve 10) [78]

$$Re_{Ein,ASF} = X_0 Re_A [G(1 + Ro)]^{-1} \quad (3-119)$$

$$G = \frac{X_0}{1 + Ro} \frac{1}{\sqrt{\zeta N}} \quad (3-120)$$

- für prismatische Apparate (Kurve 11) [76]

$$Re_{Ein,ASF} = 12,2 Re_A G^{-0.8} \quad (3-121)$$

$$G = 3,9 * 10^{-3} Ar^{0,443} + 1,1 \quad (3-122)$$

- für konische Apparate (Kurve 12) [78]

$$Re_{Ein,ASF} = 12,2 * Re_A G^{-0.8} \quad (3-123)$$

$$G = 1,09 * 10^{-3} Ar^{0,507} + 4,1 \quad (3-124)$$

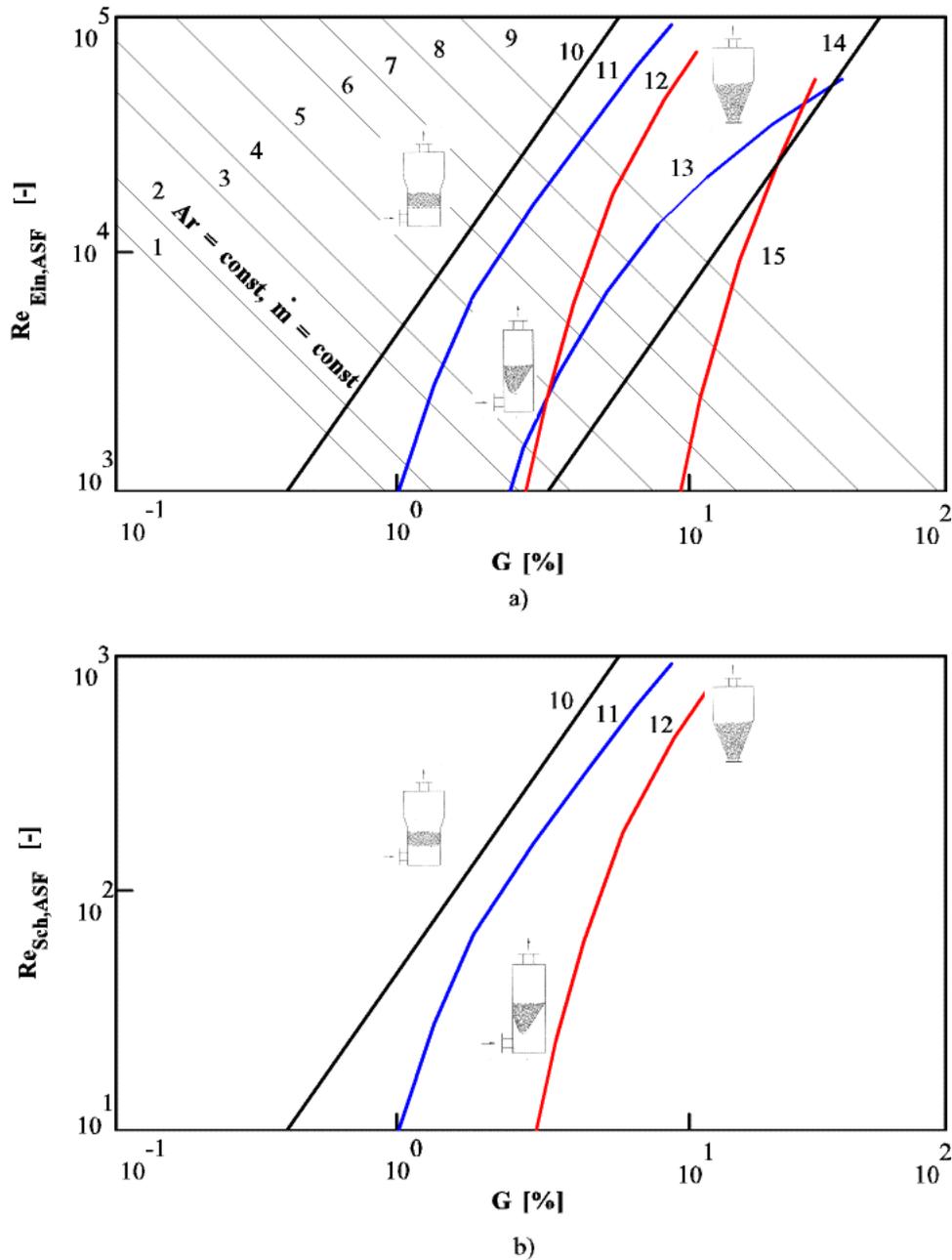


Bild 3.46: Zusammenhang $Re_{Ein,ASF}-G-Ar$ a) und $Re_{Sch}-G$ b) für Wirbelschicht- (Kurve 10), prismatische (Kurve 11) und konische Apparate (Kurve 12) nach Mitev [78].

Der Beginn der normalen Arbeit in den Koordinaten $Re_{Sch,ASF}-G$ ist in Bild 3.46b dargestellt. Diese Arbeitsbereiche für die verschiedenen Bauformen von Fluidisationsapparaten erlauben die Beschreibung des hydrodynamischen Zustandes der Feststoffteilchen, die die gleiche Archimedeszahl haben, aber sich in verschiedenen Apparatekonstruktionen befinden. Die Ermittlung der verschiedenen Arbeitsbereiche zeigt die Möglichkeiten für die Realisierung gleicher Prozesse in verschiedenen Apparatekonstruktionen, und so auch für

eine Auswahl der optimalen Apparatekonstruktion für gegebene pneumatische Wärme- und Stoffübergangsprozesse.

3.5.2 Relative Arbeitsgeschwindigkeiten

Mitev betrachtet folgende verschiedene Arbeitsgeschwindigkeiten des Gases:

- kritische Geschwindigkeit w_{wp} ,
- minimale Geschwindigkeit beim Anfang der stabilen Fluidisation $w_{Sch,min}$ und
- Gasgeschwindigkeit am Anströmboden w_{Ein} ,

die in den Bildern 3.47 und 3.48 zu sehen sind [78]. Alle oben genannten Geschwindigkeiten werden im Verhältnis zur Austragsgeschwindigkeit w_A betrachtet.

w_{wp}/w_A - **Die relative Wirbelpunktgeschwindigkeit** ist die, bei der die erste Bewegung der Schicht beobachtet wurde. Bei dieser Geschwindigkeit erreicht der Druckverlust seinen maximalen Wert ΔP_{max} . Dieser Wert ΔP_{max} muss bei der Apparategestaltung und der Ventilatorauswahl berücksichtigt werden. Die Wirbelpunktgeschwindigkeit ist eine Funktion der Ar-Zahl (siehe Kurve 1, Bild 3.47). Kurve 1 ist die Grenze zwischen dem Festbett und der Schicht, die sich zu bewegen beginnt. In der Nähe der Kurve 1 ist das Gesetz der Statik (3-30) - die erste Bedingung für die Existenz der Wirbelschicht - erfüllt. Die Porosität im Festbett, die von der Form und der Dispersität der Partikel abhängig ist, liegt zwischen $\varepsilon = 0,35$ bis $\varepsilon = 0,6$. Die relative kritische Geschwindigkeit und Re bei w_{wp} wurde nach den Gleichungen

$$\frac{w_{wp}}{w_A} = \frac{18 + 0,61\sqrt{Ar}}{1400 + 5,22\sqrt{Ar}} \quad (3-125)$$

$$Re_{wp} = \frac{Ar}{1400 + 5,22\sqrt{Ar}} \quad (3-126)$$

berechnet [33].

$w_{Sch,min}/w_A$ - Beim Erreichen der **relativen minimalen Arbeitsgeschwindigkeit** werden die beiden Bedingungen für die Fluidisierung der ganzen Schicht – die Gesetze der Statik (3-30) und der Dynamik (3-33) erfüllt. Der Bereich II, der von der Linien 1 w_{wp}/w_A und der Linie 2 $w_{Sch,min}/w_A$ begrenzt wird, ist der Übergangsbereich. Der relative freie Querschnitt A_E

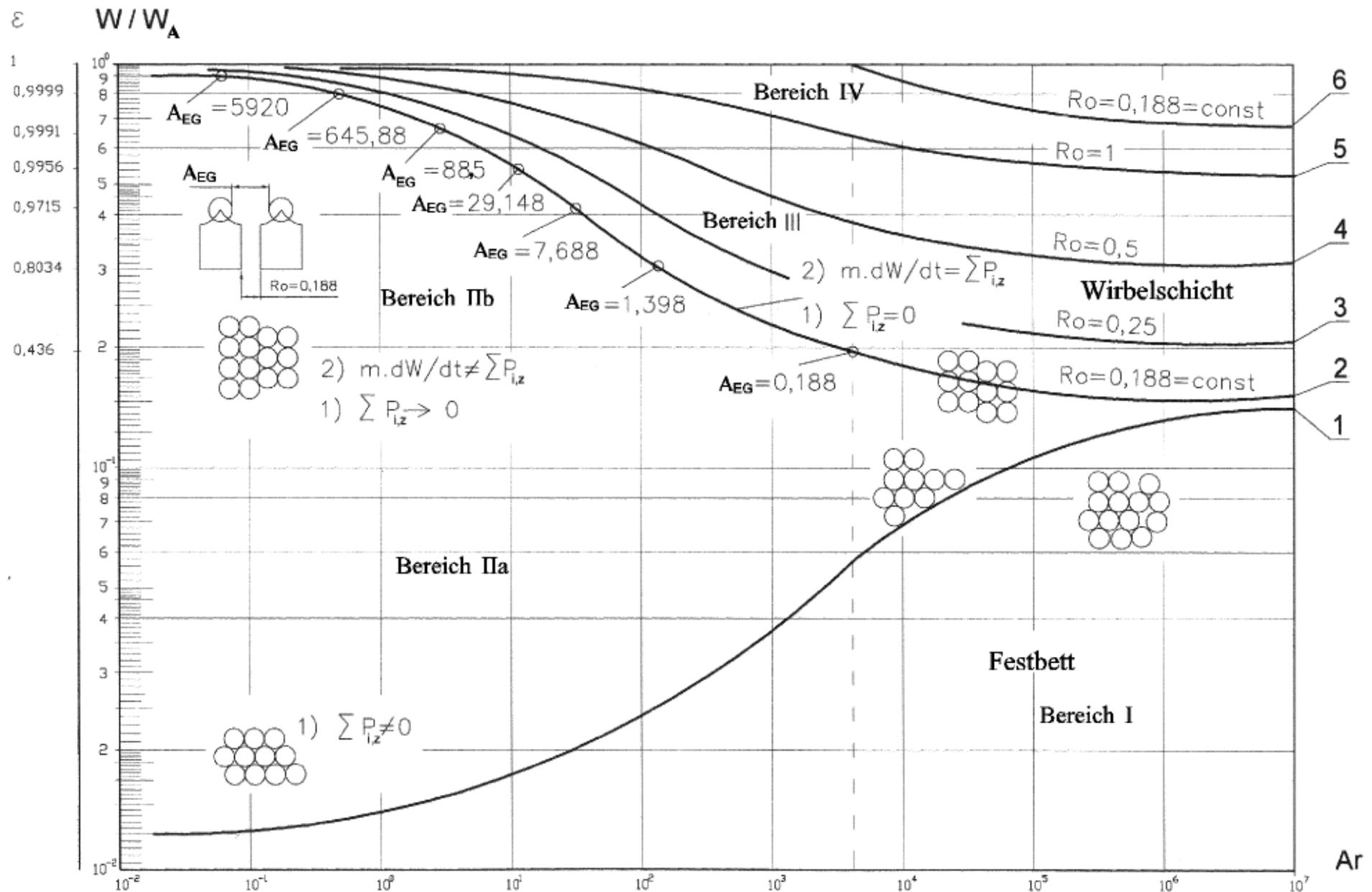


Bild 3.47: Relative Gasgeschwindigkeiten in Abhängigkeit von der Archimedes-Zahl; Linie 1 - W_{wp}/W_A ; Linie 2 - $W_{Sch,ASF}/W_A$; Linie 3 - W_{Sch}/W_A bei $Ro=0,25$; Linie 4 - W_{Sch}/W_A bei $Ro=0,5$; Linie 5 - W_{Sch}/W_A bei $Ro=1$; Linie 6 - W_F/W_A (nach Gl. 3-75).

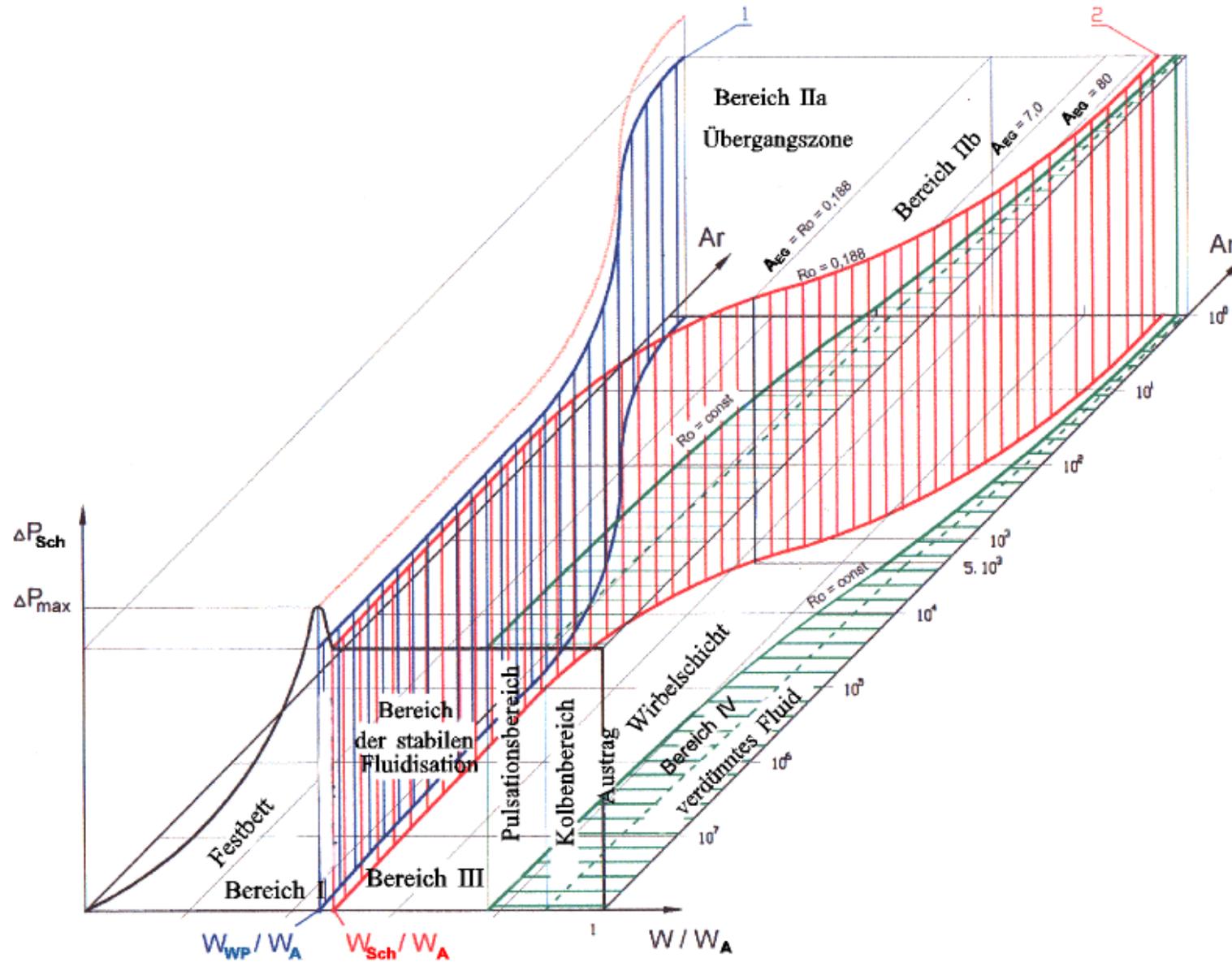


Bild 3.48: Dreidimensionale Darstellung des ΔP - W/W_A -Archimedes-Diagramms;
 Linie 1 - W_{WP}/W_A ; Linie 2 - $W_{Sch,ASF}/W_A$.

zwischen den Elementarkomplexen ändert sich und nimmt einen Wert von 0,188 an. Er ist auch gleich $Ro = w_E/w_A = 0,188$ und die Porosität wird $\varepsilon = 0,435$. Wenn die Anfangsporosität größer als 0,435 ist, wird die minimale Arbeitsgeschwindigkeit (nach der Bestimmung des Simplex von Romankov Ro) nach den Gleichungen (3-66) und (3-67) (Abschnitt 3.3.2.2.1) berechnet. Aus dem Bild 3.47 ist zu sehen, dass der Bereich II im turbulenten Gebiet schmal ist. In manchen Fällen wurde der Bereich nicht beobachtet, weil der Abstand zwischen w_{wp} und $w_{Sch,min}$ klein ist. Infolgedessen wurde die Annahme getroffen, dass die Wirbelpunktgeschwindigkeit eigentlich die minimale Geschwindigkeit zu Beginn der stabilen Fluidisation ist. Für das laminare Gebiet ist der Abstand zwischen w_{wp} und $w_{Sch,min}$ relativ groß (Bild 3.47). Es sind zwei Zonen zu beobachten: Bereich IIa, in dem $A_E = Ro = 0,188$ ist und sich die Wirbelschicht bildet und Bereich IIb, in dem $A_E > 0,188$ ist und sich die Schichtteilchen vermischen. Im Gebiet IIb ist das Newtonsche Gesetz noch nicht erfüllt bis zu dem Moment, wenn $Ro = 0,188$ wird und $w_{Sch,min}/w_A$ die Linie 2 erreicht.

w_{Ein}/w_A - Der Bodendruckverlust und die Existenzbereiche der Schicht werden von der **Gasgeschwindigkeit am Anströmboden** beeinflusst. Wenn z. B. der Querschnitt des Anströmbodens gering und die Gasgeschwindigkeit am Eingang des Apparates groß ist, wird der Bodendruckverlust relativ groß und in der Schicht bilden sich Kanäle. Nach Gl. (3-102) lässt sich w_{Ein} berechnen. Für den Simplex G gilt Gl. (3-106).

3.5.3 Experimentelle Ergebnisse zur Ermittlung der Regimes in einem Strahlschichtapparat mit zwei parallelen Gaseingängen

Die visuellen Beobachtungen und die Druckmessungen zeigen die unterschiedlichen pneumatischen Zustände der Strahlschicht. Diese Regimes hängen vom geometrischen Simplex G bzw. vom Querschnitt der ruhenden Schicht A_{Sch} und von der Schichthöhe ab. Dazu wird die Abhängigkeit der Re-Zahl von der Ar-Zahl bestimmt, wobei die Re-Zahlen mit der Gasgeschwindigkeit am Gaseintritt beim Beginn stabiler Fluidisation w_{Ein} berechnet wurden. Die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen für prismatische Apparate mit zwei Gaseintritten sind in Bild 3.49 dargestellt und beziehen sich auf die in der Tabelle 3.2 (Abschnitt 3.4) angegebenen Produkte.

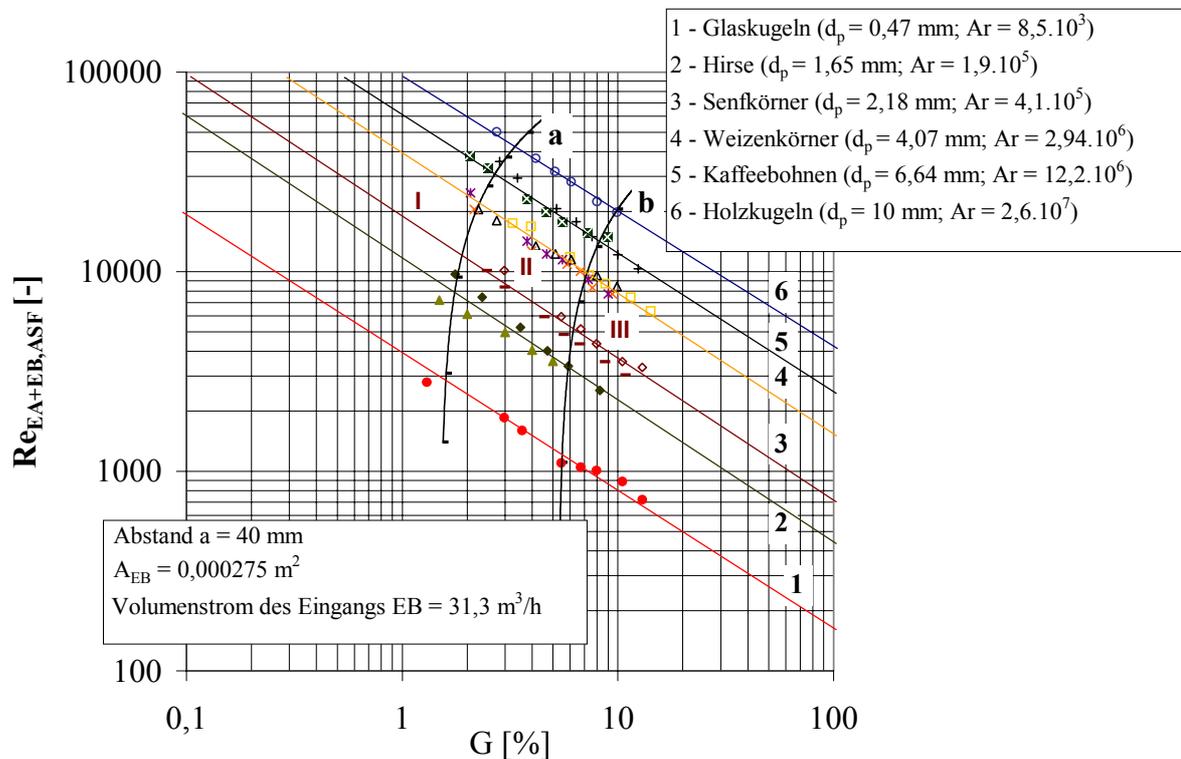


Bild 3.49: Re-G-Ar-Diagramm für den prismatischen Apparat mit zwei parallelen Gaseingängen.

Die Linien von 1 bis 6 sind jene, bei denen die Archimedeszahl konstant ist. Kurve 7 ist die Grenze zwischen der Kanalbildung und der pneumatisch stabilen Arbeit des Apparates. Bereich I ist das Gebiet der Kanalbildung (Bild 3.49) und charakterisiert eine schlechte Durchmischung des Materials. Im Bereich II liegt die pneumatisch stabile Arbeit der Schicht vor. Das Material verteilt sich gleichmäßig über den ganzen Querschnitt des Apparates. Es

werden keine Tot-Zonen beobachtet. Nach der Kurve 8 beginnt das Pulsationsgebiet. Das Regime III charakterisiert die unregelmäßige Fluidisation und Blasenbildung. Ein solches Regime wird beobachtet:

- bei größeren Geschwindigkeiten des Fluidisierungsmediums,
- manchmal vor dem Erreichen der Gasgeschwindigkeit für den Beginn stabiler Fluidisation und
- bei größeren Schichthöhen (nach dem Gebiet der pneumatisch stabilen Arbeit, wegen unregelmäßiger Gasverteilung im Apparat bei größerer Gasgeschwindigkeit).

Eine genaue Grenze zwischen den Pulsations- und Kolbenbereichen ist nicht festzustellen.

Der Simplex G ergibt sich aus dem geometrischen Verhältnis des Querschnitts an beiden Gaseintritten zur Oberfläche der ruhenden Schicht. G ändert sich mit dem Eintrittsquerschnitt und der Schichtmasse.

$$G = \frac{\text{Eingangsquerschnitt } EA + EB}{\text{Querschnitt der ruhenden Schichtoberfläche}} 100, \% \quad (3-127)$$

Als Ergebnis der Auswertung der experimentellen Daten (Bild 3.49) wurden folgende Gleichungen für die Berechnung der Re-Zahl zu Beginn der stabilen Fluidisation und für die Berechnung des Simplex G formuliert:

$$\text{Re}_{EA+EB,ASF} = 42,3 \text{Re}_A G^{-1,979} \quad (3-128)$$

$$G = 6 \cdot 10^{-8} Ar + 1,8094 \quad (3-129)$$

Die Gleichungen (3-130) bis (3-134) und deren Parameter wurden anhand eigener experimenteller Ergebnisse mit verschiedenen Produkten ermittelt (siehe Bild 3.50). Diese Gleichungen ermöglichen die Berechnung von $\text{Re}_{EA+EB,ASF}$ aus Re_A bei bestimmten G.

$$\text{für } G = 2 \% \quad \text{Re}_{EA+EB,ASF} = 6,79 \text{Re}_A + 1330,3 \quad (3-130)$$

$$\text{für } G = 4 \% \quad \text{Re}_{EA+EB,ASF} = 4,34 \text{Re}_A + 1030,6 \quad (3-131)$$

$$\text{für } G = 6 \% \quad \text{Re}_{EA+EB,ASF} = 3,23 \text{Re}_A + 1059,4 \quad (3-132)$$

$$\text{für } G = 8 \% \quad \text{Re}_{EA+EB,ASF} = 2,65 \text{Re}_A + 932,7 \quad (3-133)$$

$$\text{für } G = 10 \% \quad \text{Re}_{EA+EB,ASF} = 2,44 \text{Re}_A + 725,8 \quad (3-134)$$

Die Re-Zahl des Austrages wird nach Gl. 3-4 bestimmt.

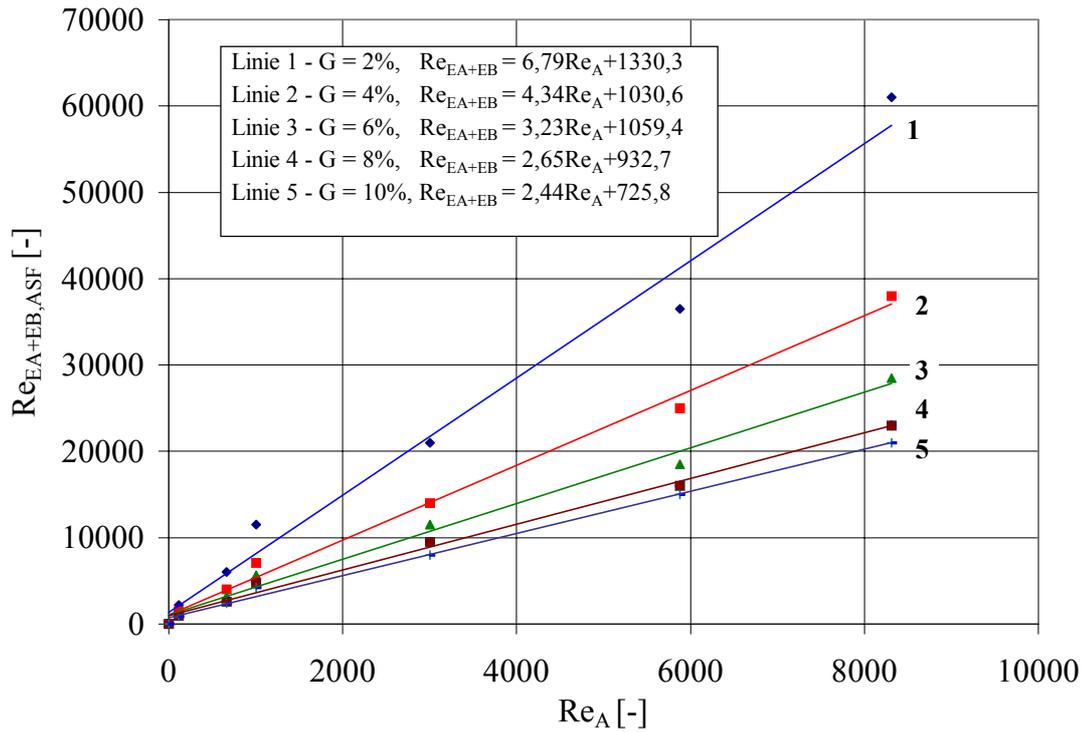


Bild 3.50: $Re_{EA+EB,ASF}$ - Re_A -Diagramm (Gl. 3-130 bis 3-134).

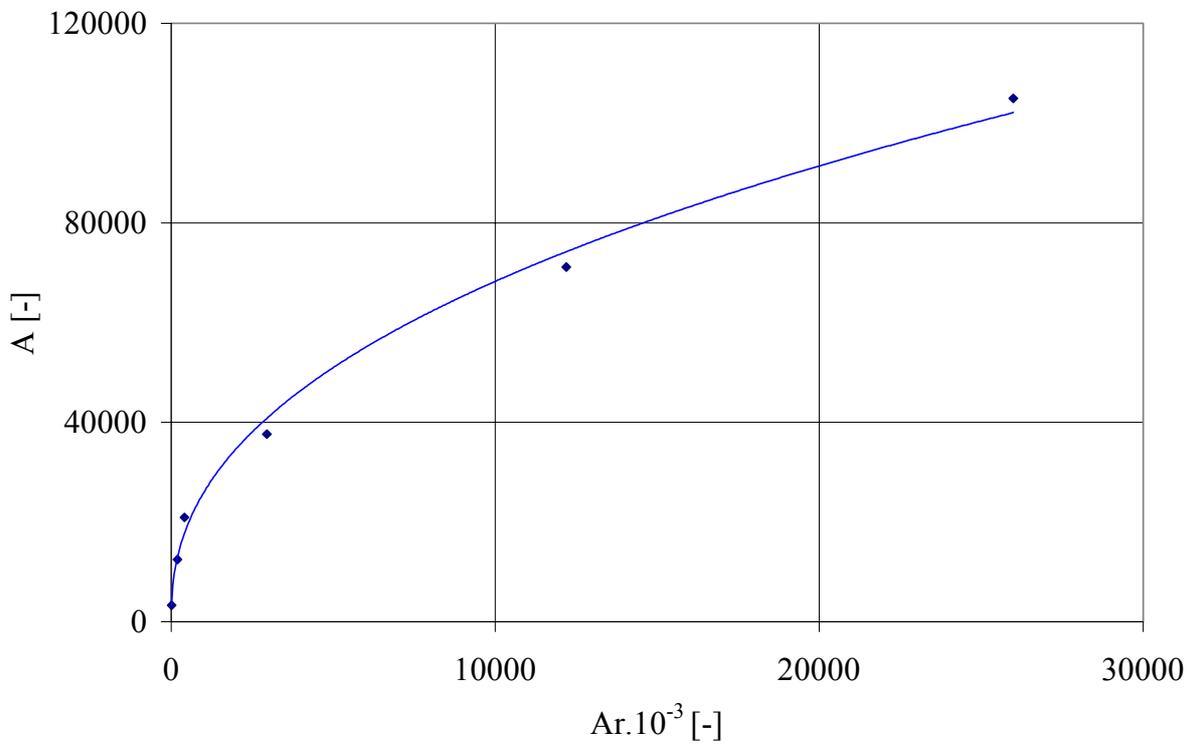


Bild 3.51: Abhängigkeit der Gleichungskonstante A (Gl. 3-135) von der Ar-Zahl.

Aus dem Bild 3.51 sind die Gleichungsparameter A und n zu bestimmen.

$$\text{Re}_{EA+EB,ASF} = AG^n \quad (3-135)$$

$$A = f(Ar)$$

$$A = 1407 Ar^{0,4215} \quad (3-136)$$

Diese Ergebnisse beziehen sich auf die in Tabelle 3.2 (Abschnitt 3.2.2.3) angegebenen Produkte.

Bild 3.52 zeigt den Vergleich zwischen den theoretisch berechneten Grenzen der stabilen Arbeit der Wirbelschicht (Linien 10 und 14) und den experimentell bestimmten Grenzen der stabilen Arbeit für Strahlschichtapparate unterschiedlicher Bauarten. Die Existenzgrenzen sind in der Tabelle 3.3 dargestellt. Die stabile Fluidisation der Schicht für den untersuchten Strahlschichtapparat mit zwei parallelen Eingängen beginnt bei $G = 1,55 \%$.

Tabelle 3.3: Existenzgrenzen für den untersuchten Strahlschichtapparat mit zwei parallelen Gaseingängen.

Bereich	Existenzgrenze
I - Kanalbildung	$G < 1,55 \%$
II - stabile Fluidisation der Schicht	$G = 6 \cdot 10^{-8} Ar + 1,8094$ bis $G = 2 \cdot 10^{-7} Ar + 6,0852$
III - Pulsationsbereich	$G > (2 \cdot 10^{-7} Ar + 6,0852)$

Die in Bild 3.52a dargestellten Arbeitsbereiche der Wirbelschicht und der Strahlschicht ermöglichen den Ergebnisvergleich der selben Vorgänge, die in verschiedenen Apparatekonstruktionen ablaufen und unterstützen auf diese Art und Weise die Auswahl des optimalen Apparates. Die Arbeitsbereiche der Wirbelschicht und der Strahlschicht überdecken sich teilweise. Die Existenzgrenzen der unterschiedlichen Bereiche hängen von der Apparatekonstruktion und der Schichthöhe ab. Deshalb kann ein Vergleich der Arbeitsbereiche verschiedener Apparatebauarten nur bei $H_0 = \text{const}$ verwirklicht werden.

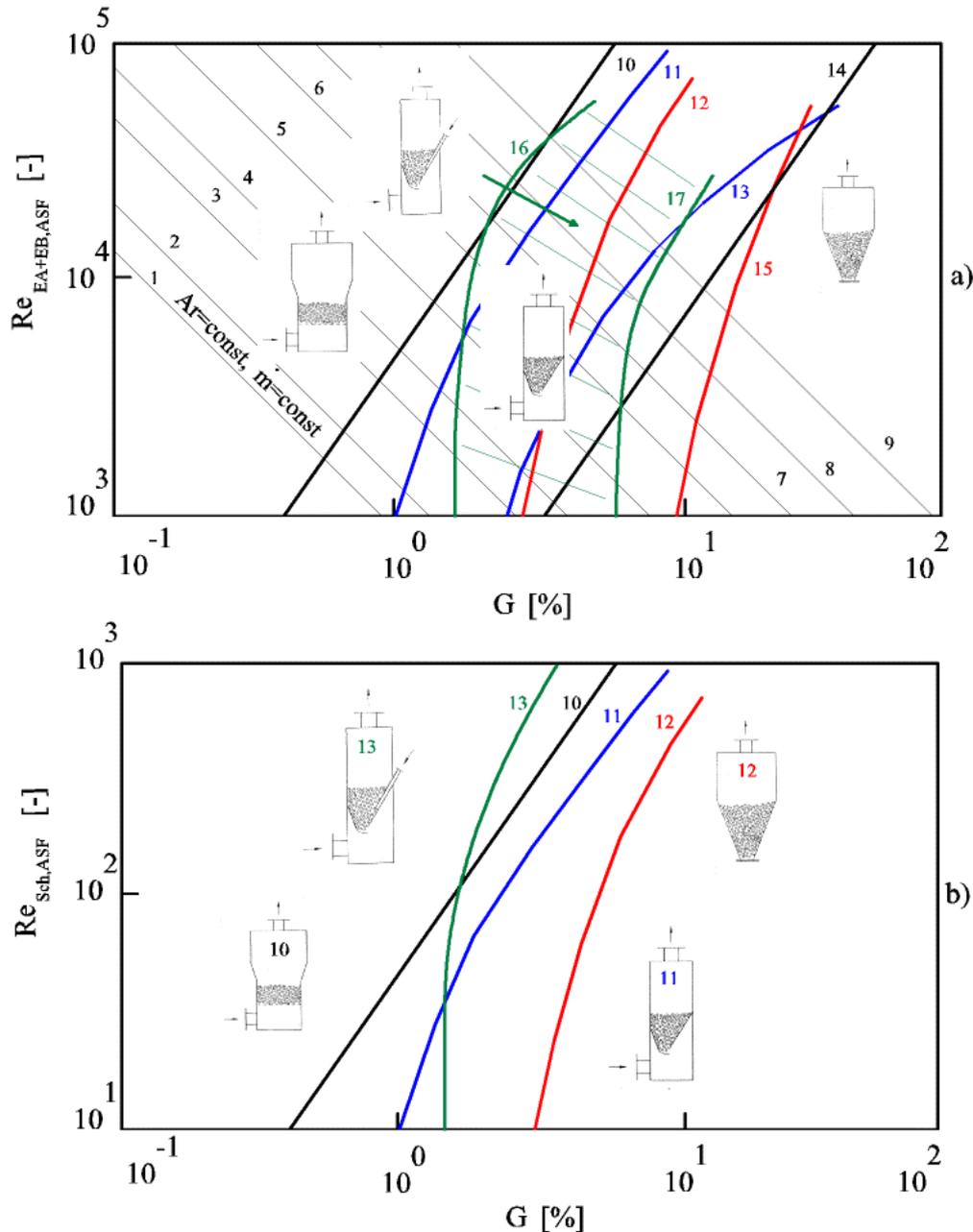


Bild 3.52: Vergleich zwischen den Grenzen der stabilen Arbeit für Wirbelschichtapparate und unterschiedliche Bauformen von Strahlschichtapparaten in den Koordinaten a) $Re_{EA+EB,ASF} - G - Ar$ und b) $Re_{Sch,ASF} - G$.

Zur dreidimensionalen Darstellung des $Re_{Ein,ASF} - G - Ar - Diagramms$ wurde MATLAB- (siehe Bild 3.53a und 3.53b) Programm verwendet. In dem Bild 3.53 deutlich zu sehen, dass mit Vergrößerung der Ar -Zahl der Bereich der stabilen Fluidisation breiter und länger wird. Die experimentellen Ergebnisse bestätigen die theoretisch berechneten in den Abschnitten 3.3.1 und 3.3.2 Kurven $\Delta P - w/w_A$ (Bild 3.48) und $w/w_A - Ar$ (Bild 3.47).

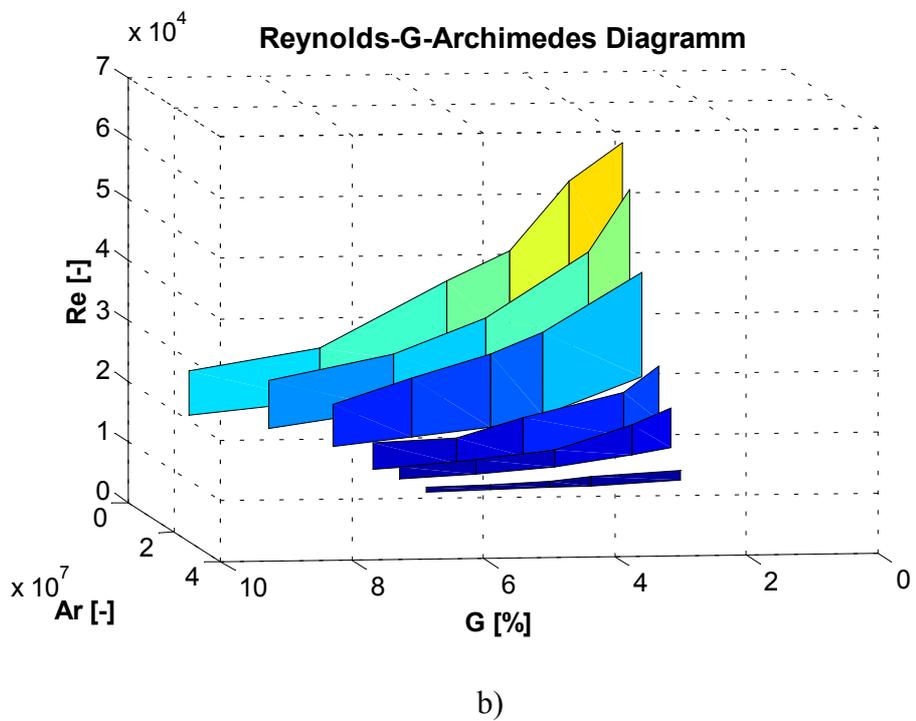
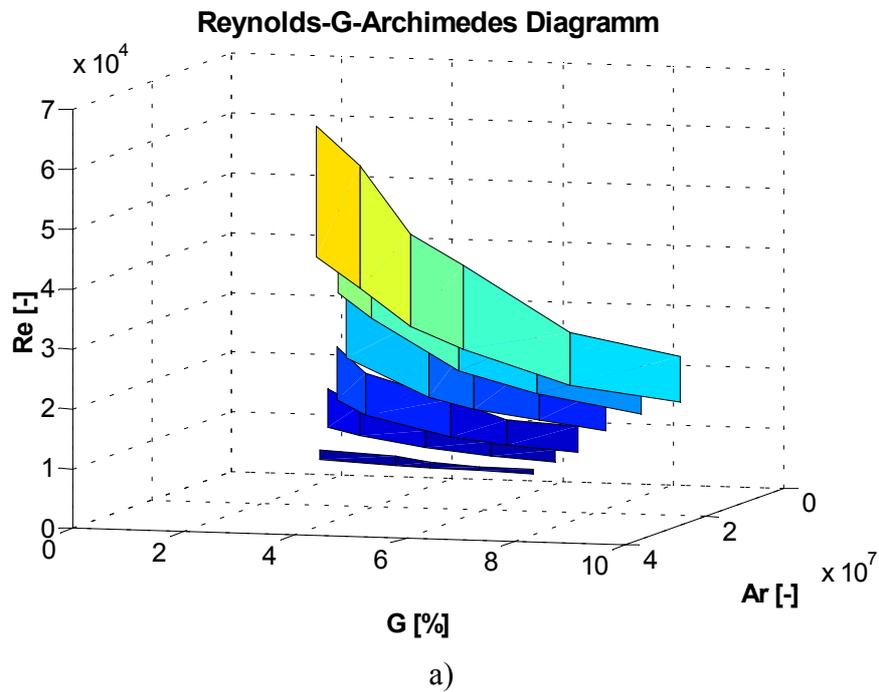


Bild 3.53: Dreidimensionale Darstellung des $Re_{EA+EB,ASF} - G - Ar$ - Diagramms (die Farbänderung (dunkelblau zu hellgrün) entspricht einer Erhöhung der Re-Zahl).

In Bild 3.54 werden die Kurven, die den Anfang der stabilen Fluidisation für die Wirbelschicht (Kurve 2) kennzeichnen, mit denen für unterschiedliche Konstruktionen von Strahlschichtapparaten (Kurven 3, 4, 5) verglichen. Es ist zu sehen, dass im turbulenten Bereich bei $Ar > 10^3$ die Kurve 3 für konische Apparate über den Kurven 2, 4 und 5 liegt. Das bedeutet, dass bei der gleichen Ar -Zahl die Geschwindigkeit $w_{Sch,min}$ für konische Apparate größer als $w_{Sch,min}$ für die anderen Apparatekonstruktionen ist. In konischen Apparaten wird mehr Energie für eine stabile Fluidisation gebraucht als bei den anderen Apparaten. Im Vergleich mit den anderen Strahlschichtapparaten liegt die Kurve für den untersuchten prismatischen Strahlschichtapparat mit zwei parallelen Gaseingängen näher der Kurve 2 der Wirbelschicht.

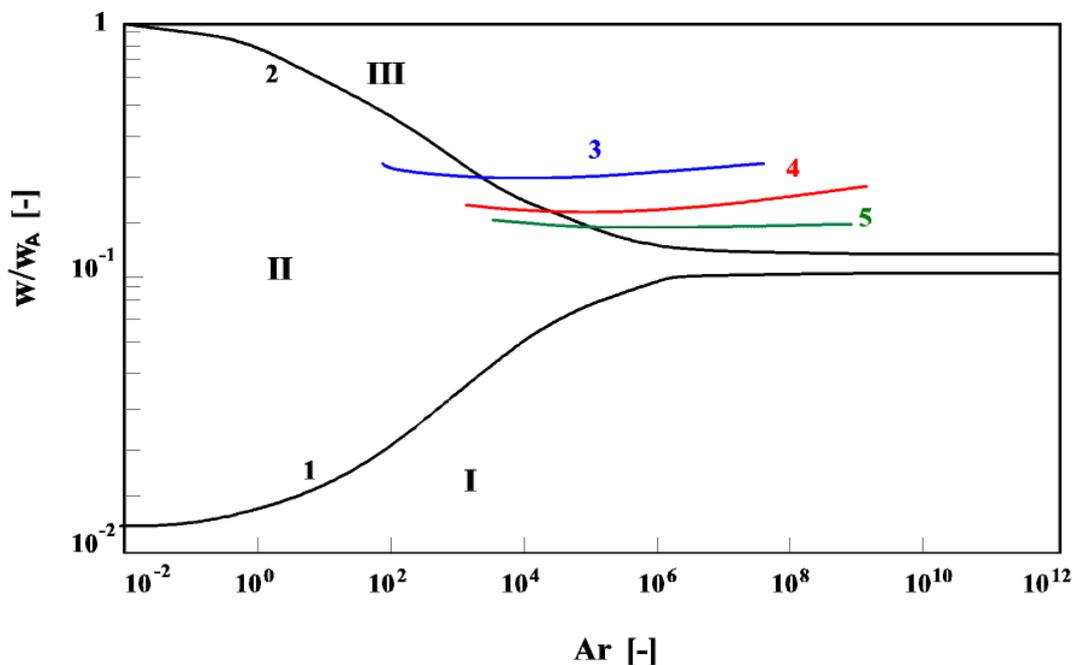


Bild 3.54: Relative Fluidgeschwindigkeiten unterschiedlicher Apparatekonstruktionen: 1 – w_{wp}/w_A für Wirbelschicht; 2 – $w_{Sch,min}/w_A$ für Wirbelschicht; 3 – $w_{Sch,min}/w_A$ für konische Apparate; 4 – $w_{Sch,min}/w_A$ für prismatische Apparate; 5 – $w_{Sch,min}/w_A$ für prismatische Apparate mit zwei parallelen Gaseingängen; I – Festbett; IIa – Anfang der Schichtbewegung; IIb – Übergangszone; III – Bereich der stabilen Fluidisation; IV – Pulsationsbereich; V – Kolbenbereich.

3.6 Zusammenfassende Diskussion zur Fluidodynamik des prismatischen Strahlschichtapparates

Im Rahmen der Arbeit wurden einige theoretische Beispiele über den Schichtdruckverlust und die Klassifizierung der pneumatischen Bereiche eines Strahlschichtapparates genannt. Auf Grund dieser Beispiele wurde die Fluidodynamik eines prismatischen Strahlschichtapparates mit zwei Gaseintritten untersucht.

Für die Durchführung experimenteller Untersuchungen wurde ein spaltförmiger Strahlschichtapparat gebaut. Es wurden eine Reihe von Versuchen zur Untersuchung des Druckverlustes des leeren Apparates in Abhängigkeit vom Querschnitt des Gaseintrittes EA A_{EA} , vom Abstand zwischen beiden Gaseintritten a und vom Volumenstrom des Eintrittes EB \dot{V}_{EB} durchgeführt. Die experimentellen Ergebnisse zeigen, dass der Gaseintritt EB einen wesentlichen Einfluss auf den Apparatedruckverlust nur bei kleinerem Gesamtvolumenstrom und A_{EA} größer als $10 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$.

Die pneumatischen Kennwerte wurden auch für den Apparat mit Schicht bestimmt. Dabei wurden folgende Parameter variiert:

- der Abstand zwischen beiden Gaseintritten,
- das Stoffsystem,
- die Schichtmasse und die Schichthöhe,
- der Luftvolumendurchsatz am Eintritt EA und am Eintritt EB und
- der Querschnitt der Eintrittes EA.

Die Untersuchungen führten zu folgenden Schlussfolgerungen:

- Mit der vorhandenen Konstruktion (Strahlschichtapparat und Gasverteilerelement) können stabile Fluidisationsregimes der Schicht erzielt werden.
- Der Abstand a hat keinen wesentlichen Einfluss auf den Schichtdruckverlust.
- Der Volumenstrom des Eintrittes EB wirkt sich nur auf den maximalen Druckverlust aus. Im Arbeitsbereich stimmen die Punkte fast überein.
- Die Erhöhung der Schichtmasse führt zu höheren Schicht- und damit auch zu höheren Gesamtdruckverlusten.
- Der Schichtdruckverlust ist vom pneumatischen Regime abhängig. Es wurden die charakteristischen Punkte des Verlaufs eines Strahlschichtprozesses nachgewiesen.
- Die experimentellen Untersuchungen zeigen, dass jeder pneumatische Bereich einen charakteristischen Zeitverlauf der Gasschwingungen aufweist. Mit dem prismatischen Strahlschichtapparat konnten pneumatisch stabile Arbeitsbereiche der Schicht

experimentell erreicht bzw. erzeugt werden. Die Amplituden der Gasschwingungen in diesem Bereich sind gleichmäßig. Im Festbett haben die regelmäßige Schwingungen eine geringe Amplitude. In Kanal-, Pulsations- und Kolbenbereichen ist die Amplitude unregelmäßig und größer.

Auf der Basis der durchgeführten Untersuchungen wird eine Gleichung für die Berechnung der Gasgeschwindigkeit beim Beginn stabiler Fluidisation für den prismatischen Strahlschichtapparat mit zwei parallelen Gaseintritten vorgeschlagen.

Die unterschiedlichen Arbeitsregimes werden durch $\Delta P-w$ -, $Re-G-Ar$ - und w/w_A-Ar -Diagramme dargestellt. Als Ergebnis der Auswertung der experimentellen Daten wurden Gleichungen für die Berechnung der Re -Zahl zu Beginn der stabilen Fluidisation und für die Berechnung des Simplex G formuliert. Eine dreidimensionale Darstellung des $Re-G-Ar$ -Diagramms wurde dargestellt.

4. Anwendung des untersuchten Verfahrens auf Beschichtung in einer Strahlschicht

4.1 Literaturübersicht zur Beschichtung in Wirbelschicht und Strahlschicht

Bereits seit längerem sind in der Literatur vielfältige Methoden für die Oberflächen-Modifizierung von Feststoffen in Wirbelschichten oder Strahlschichten beschrieben [100, 4, 73, 47, 10, 37, 102].

Piccinini und *Rovero* benutzen einen Strahlschichtapparat für Beschichtung von Glaskugeln mit Partikeldurchmessern von $d_p = 550 \mu\text{m}$ bis $d_p = 1240 \mu\text{m}$ und $\rho_p = 2667 \text{ kg/m}^3$ mit pyrolytischem Kohlenstoff oder Siliziumkarbid bei hochtemperaturthermochemischer Reaktion [99].

Kucharski und *Kmieč* untersuchten die Beschichtung von „Placebo“ Tabletten (mit zwei Abmessungen: 4 mm x 7 mm und 4,3 mm x 9 mm) mit Zuckerlösung in Wasser bei 80°C in einem Strahlschichttrockner zwecks Ermittlung der hydrodynamischen Kennwerte der Strahlschicht und Beschreibung des Wärme- und Stoffübergangs beim Eindüsen von Flüssigkeit in die Strahlschicht [58].

Ein Patent berichtet über die Herstellung von Titanitrit, Siliziumnitrit, Titankarbid, Tonerdeschichten und andere Beschichtungen auf Stahl und Karbid in der Wirbelschicht zwecks Verlängerung der Lebensdauer des Stahls [46].

Accuntius und *Wilde* patentierten 1990 ein Verfahren, bei dem in der Strahlschicht eine pyrolytische Anlagerung von Kohlenstoff auf sehr feine Partikel entwickelt wurde [2]. Es wurde herausgefunden, dass dieser Prozess sehr präzise auf relativ einfache Art und Weise kontrolliert werden kann durch die Messung einer Größe, die eine Funktion der Schichthöhe ist und durch die Beobachtung und die Messung der Druckunterschiede zwischen einer vorherbestimmten Stelle

- unter der Strahlschicht (unter dem Anströmboden) und
- über der Strahlschicht

leicht erfasst werden kann.

Ein weiteres Beispiel für Anlagerung durch das CVD-Verfahren in der Wirbelschicht wird von *Wood et al.* veröffentlicht [120]. Die Autoren beschreiben einen Prozess für die Anlagerung dünner, anhaftender, gleichmäßiger Aluminiumschichten mit einer Dicke von 5 nm (50 Å) auf feinem Nickelpulver.

Lau et al. gelang es, eine Aluminium- und Tonerdeschicht auf einer Kupferoberfläche nach dem CVD-Verfahren in einem Wirbelschichtreaktor zu realisieren [61]. Aluminiumpulver mit einem Partikeldurchmesser von 150 µm bis 300 µm werden mit 5 Gew.% CuCl vermischt und danach im Apparat zur Reaktion gebracht. Als Schichtsubstrat werden Kupferdrähte mit Durchmessern von 0,32 cm und einer Länge von 3 cm getaucht. Die Schicht wurde fluidisiert mit Hilfe eines Gemisches aus 7% H₂ und Argon, das durch die Schicht strömte.

Ein Beschichtungsprozess auf eine Kupferzylinderoberfläche mit Lackpulver Levasint S31 (Fraktion mit einem Partikeldurchmesser zwischen 180 µm und 240 µm) in der Wirbelschicht (Fluidisierungsmedium Luft) wird von *Lu* und *Leong* vorgeschlagen [67].

Tsutsumi et al. veröffentlichten eine Arbeit, in der die Beschichtung von Feinpartikeln nach dem RESS-Verfahren (schnelle Ausdehnung von überkritischen Mediumslösungen) in einer zirkulierenden Wirbelschicht realisiert wurde [113]. Mikrosphärische Katalysatoren mit einem Partikeldurchmesser von $d_p = 55,6 \mu\text{m}$ und einer Partikeldichte von $\rho_p = 1500 \text{ kg/m}^3$ werden als Kernpartikel benutzt. Das Beschichtungsmaterial war Paraffin und das Lösungsmittel Kohlenstoffdioxid. In vorherigen Arbeiten von *Tsutsumi* wird das RESS-Verfahren für die Beschichtung von Glaskugeln mit $d_p = 500 \mu\text{m}$ und Tonerdekugeln mit $d_p = 1000 \mu\text{m}$ angewendet [112].

Zhu et al. berichteten über eine Methode zur Beschichtung nach dem CVD-Verfahren (chemische Abscheidung aus der Gasphase) [122]. CVD ist ein Verfahren, bei dem ein oder mehrere Gase zur Reaktion gebracht werden und sich an der Oberfläche des heißen Substrates eine Feststoffschichtablagerung bildet. Bei diesem Prozess ist die Ablagerungsrate im Vergleich mit den anderen Beschichtungsmethoden am höchsten (außer für Plasmaspritzen). Einige der am meisten verwendeten Systeme sind: SiH₄/CH₄ in Wasserstoff oder in Stickstoff, SiCl₄/CH₄ in Wasserstoff und CH₃SiCl₃ in Wasserstoff. *Sanjurjo et al.* haben das CVD-Verfahren benutzt, um eine Siliziumbeschichtung auf einer Kupferoberfläche im Wirbelschichtreaktor zu realisieren [107]. Die Autoren benutzen die Si-Br-H-, Ti-Br-H- und

Zr-Br Chemie und beschichteten unterschiedliche Substrate einschließlich Kupfer, Stahl, SiO₂ und Graphit mit Silizium, Titan, TiN und Zirkonium [106].

Angelopoulos et al. benutzten das CVD-Verfahren in der Wirbelschicht für die Bildung von Titancarrier und Korrosionsfestigkeitsschichten auf Stahl zwecks Verlängerung der Lebensdauer, Materialerhaltung und Verbesserung der Materialeigenschaften [9]. Der Prozess wird

- bei einer Temperatur zwischen 500°C und 1100°C,
- mit einem Carrieragent, das aus Fe₂Ti (als Donator) und SiO₂ (als Fülleroxid) besteht
- und dem Gas Argon als Fluidisierungsmedium

durchgeführt. Als Aktivator wird NH₄Cl benutzt.

1997 publiziert *Bayer* in seiner Dissertation ein PECVD-Verfahren (plasmaunterstützte chemische Abscheidung aus der Gasphase) in der Wirbelschicht, bei dem eine Siliziumdioxidschicht aus Sauerstoff und dem siliziumorganischen Monomer Hexamethyldioxid erzeugt wird [13]. Es wird gezeigt, dass Bettmassen bis zu 3000 g in einem Niedertemperatur-Plasma-Reaktor fluidisiert werden können.

Chen et al. erzeugten Chromkarbidschichten auf Stahl in einem Wirbelschichtofen bei 950 °C – 1050 °C durch thermische reaktive Ablagerung (s. g. TRD-Verfahren) [18]. Dieses Verfahren zur Oberflächenmodifizierung wird hauptsächlich für die Beschichtung von Eisenwerkstoffen verwendet. Die Anwendung des TRD-Verfahrens für die Bildung von Kohlenstoffschichten auf der Stahloberfläche ist sehr wichtig für die Verlängerung der Lebensdauer des Stahls.

4.2 Beschichtungsprozesse in der Strahlschicht

4.2.1 Über die Methode der molekularen Beschichtung

Für die Fluidisierung von schwer fluidisierbaren Gütern lassen sich bekannterweise Strahlschichtapparate unterschiedlicher Bauart mit Erfolg ersetzen. Dies ist insbesondere dann mit Vorteilen verbunden, wenn mehrere Prozesse, wie z. B. Wärmeübertragung, Agglomeration, Trocknung, Beschichtung, Katalyse oder chemische Reaktionen gleichzeitig ablaufen sollen. Ein Beispiel für derartige Prozesse ist die molekulare Beschichtung

feindisperser Feststoffteilchen mit Kohlenstoff in einer Strahlschicht, in die über zwei Gaseingänge zwei unterschiedliche Gase eintreten und in der Schicht zur Reaktion gebracht werden. Dabei bildet sich molekularer Kohlenstoff, der an der Teilchenoberfläche angelagert wird.

Kohlenstoffschichten, Verbindungsmaterialien, Adsorbentien, Katalysatoren, Halbleitermaterialien für die elektronische Technik u. a. sind solche Materialien, die die Entwicklung von neuen Methoden für die Synthese der Kohlenstoffverbindungen mit charakteristischen Eigenschaften erforderlich machen. Diese Eigenschaften bestimmen die struktur-chemischen Parameter der Kohlenstoffverbindungen. Eine der wichtigsten Aufgaben der Chemie von Kohlenstoffschichten (als Teil der Chemie der Feststoffe) ist die Synthese von neuen Materialien mit gewünschten Eigenschaften und die zweckmäßige Veränderung der Eigenschaften von schon bekannten Feststoffen. Die Lösung einer solchen Aufgabe ist mit der Untersuchung der chemischen Struktur der Oberfläche verbunden. Eine von *Aleskovski* und *Kolcov* [54, 6, 7, 8] entwickelte Methode für die Synthese von neuen Feststoffen ist die Methode der molekularen Modifizierung der Oberfläche. Es liegt im Wesen dieser Methode, dass

- irreversible Reaktionen der funktionellen Gruppen an der Feststoffoberfläche mit Molekülen von niedermolekularen Stoffen benutzt werden,
- die Beschichtung mit einer bestimmten Dichte hergestellt werden kann und
- die Feststoffoberfläche befähigt werden, am Prozess der molekularen Beschichtung teilzunehmen, d. h. die Strukturentsprechung zwischen der Oberfläche und dem niedermolekularen Stoff und ausreichende Menge funktionellen Gruppen mit der notwendigen chemischen Eigenschaften.

Die Beschichtung nach dieser Methode und ihre Anwendung ist nur in der sowjetischen Literatur zu finden. Nach dieser Methode werden neue Katalysatoren [55, 56, 108, 63, 64], Füllstoffe [115], Teile für die Mikroelektronik [5], medizinische Materialien [95, 96] u. a. hergestellt.

4.2.2 Bildung von Kohlenstoffschichten

Beim thermischen Zerfall der gasförmigen Kohlenwasserstoffe können gleichzeitig verschiedene chemische Prozesse ablaufen, bei denen sich unterschiedlich leichte und schwere Kohlenwasserstoffe, Wasserstoff und auch feste Kohlenstoffprodukte bilden. Sie werden in drei verschiedene Gruppen geteilt [16, 110]:

- pyrolytischer Kohlenstoff oder so genannten Schichtkohlenstoff,
- Faserkohlenstoff und
- disperser Kohlenstoff oder so genannten Ruß.

Pyrolytischer Kohlenstoff bildet sich bei höheren Temperaturen auf der erwärmten katalytisch aktiven Oberfläche und nimmt die Form dieser Oberfläche an [97]. Der Faserkohlenstoff hat die Form zylindrischer Nadeln, deren Länge mehrmals größer als ihr Durchmesser ist. Der Ruß wird von submikroskopischen sphärischen Kohlenstoffteilchen gebildet [98]. Das sind Polymerbruchstücke von Graphitsechsecken, die sich in einer bestimmten Anordnung ausrichten. Auf diese Weise entstehen Pakete oder Kristalle [49].

In der vorliegenden Arbeit wird ein Beschichtungsprozess mit Kohlenstoff auf der Oberfläche des bis heute nicht untersuchten Naturfeststoffes Diabas im Festbett und in einem Strahlschichtapparat mit zwei Gaseintritten nach der Methode der molekularen Modifizierung entwickelt.

4.2.3 Was ist Diabas?

Gegenstand der Untersuchungen ist das disperse Material Diabas, das in einer Kugelmühle zerkleinert wird. Diabas ist ein Magmagesstein mit der Mineralzusammensetzung SiO_2 , Plagioklas, Pyroxen und Olivin. Die Farbe ist dunkelgrau und die Rohdichte ist $\rho_{\text{Dia}} = 3,0 \text{ g/cm}^3$. Das Diabas ist hart und druckfest mit dichtem Gefüge und muscheligen Bruch [72]. Zwecks genauer Bestimmung der kristallinen Phasen der unterschiedlichen Proben wurden qualitative Röntgenstrukturanalysen mit dem DRON-3M-EBM beim Scannerwinkel 2θ in Grenzen von 8 bis $90^\circ 2\theta$ und Stufe von $0,5^\circ 2\theta$ durchgeführt. Die Analyse ermittelt die chemischen Verbindungen der unterschiedlichen Proben und ihre chemische Strukturmodifikation. Die Identifizierung der Röntgenaufnahmen wird mit Hilfe der Karteothek der Standardröntgenbilder JCPDS [48] durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass in der Diabaszusammensetzung folgende Mineralien enthalten sind: Mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), Potassium-Aluminium-Silikate (KAlSi_2O_6), Quarz (SiO_2). Das disperse Material Diabas hat amorphe Struktur.

In Bild 4.1a ist das Röntgenspektrum der Diabasfraktion D160 mit Durchmessern von 125 bis $160 \mu\text{m}$ dargestellt und zum Vergleich die Spektren von Mulliten und Quarz (Bilder 4.1b, c). Jeder Peak des Spektrums entspricht einem bestimmten Atomabstand d d. h., jede Kristallphase ist durch ihren bestimmten Atomabstand d charakterisiert.

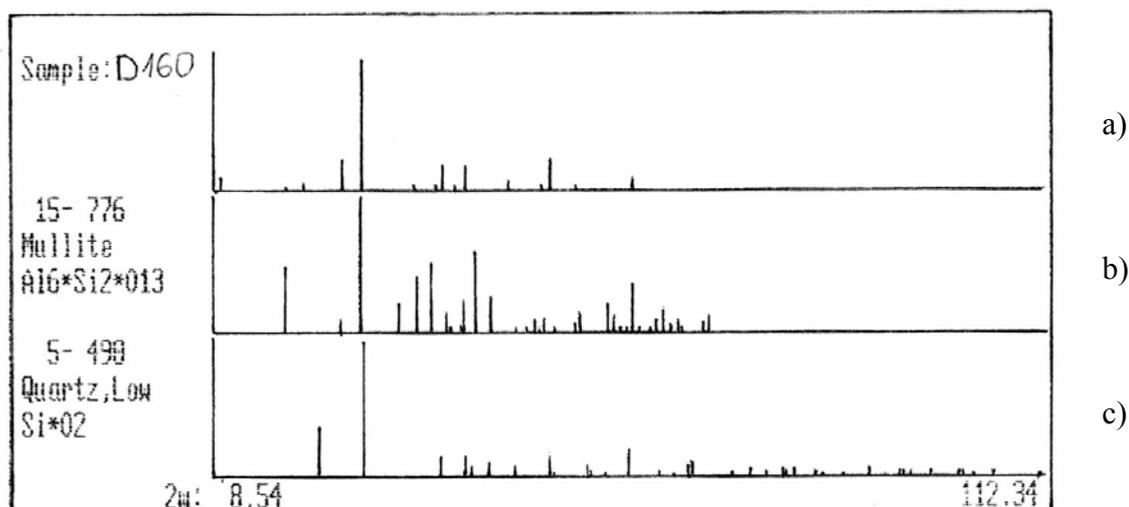


Bild 4.1: Röntgenspektren: a) der Fraktion D160 mit Partikeldurchmessern von 125 bis 160 μm ; b) $\text{Al}_{16}\text{Si}_2\text{O}_{13}$ und c) SiO_2 .

Für eine bessere Darstellung sind die Werte von d (für Diabas, $\text{Al}_{16}\text{Si}_2\text{O}_{13}$, KAlSi_2O_6 und SiO_2) in der Tabelle 4.1 veranschaulicht. Es ist zu sehen, dass die Menge des Quarzes in der Probe sehr gering ist.

Tabelle 4.1 : Die charakteristischen Atomabstände d für die Diabasprobe D160, $\text{Al}_{16}\text{Si}_2\text{O}_{13}$, KAlSi_2O_6 und für SiO_2 .

d, Å			
Probe D160	$\text{Al}_{16}\text{Si}_2\text{O}_{13}$	KAlSi_2O_6	SiO_2
5,366	5,390	-	-
4,727	-	4,752	-
3,746	3,774	-	-
3,700	-	-	-
3,382	3,390	3,357	-
2,718	2,694	-	-
2,525	2,542	-	-
2,449	2,428	2,452	2,458
2,364	2,393	2,375	-
2,281	2,292	-	2,282
1,857	1,841	-	-
1,711	1,700	1,706	-

In Bild 4.2 bzw. Tabelle 4.2 sind die Ergebnisse für eine Diabasprobe mit einem Durchmesser kleiner als $10\ \mu\text{m}$ dargestellt. Es ist deutlich zu sehen, dass sich der SiO_2 -Gehalt mit der Ver-

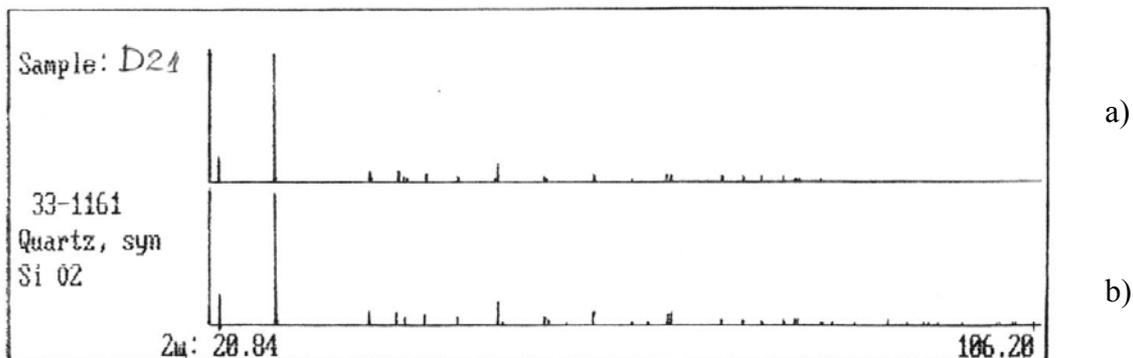


Bild 4.2: Röntgenspektren a) der Fraktion D21 mit Partikeldurchmessern kleiner als $10\ \mu\text{m}$ und b) des SiO_2 .

kleinerung des Probendurchmessers erhöht, und die Fraktion mit $d_p < 10\ \mu\text{m}$ ist fast reiner Quarz. Im Anhang 5.2.1 sind die Röntgenspektren aller untersuchten Diabasproben dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass die chemische Zusammensetzung des Diabases von seiner Dispersität abhängig ist.

Tabelle 4.2: Die charakteristischen Atomabstände d für die Diabasprobe D21 und für SiO_2 .

d, Å					
Probe D21	SiO_2	Probe D21	SiO_2	Probe D21	SiO_2
4,263	4,257	1,819	1,818	1,372	1,375
3,348	3,342	1,674	1,672	1,288	1,288
2,457	2,457	1,662	1,659	1,256	1,256
2,281	2,282	1,543	1,542	1,230	1,228
2,238	2,237	1,538	-	1,199	1,200
2,220	-	1,453	1,454	1,185	1,184
2,128	2,127	1,383	1,382	1,182	1,180
1,980	1,979	1,376	1,372	1,178	-

4.2.4 Prozessparameter und Versuchsdurchführung

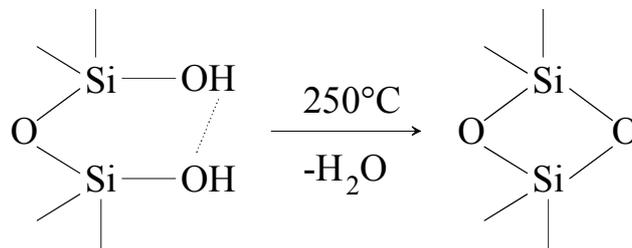
Es wurden zwei Methodiken für die Anlagerung von Kohlenstoff auf der Oberfläche dispersen Diabases entwickelt und zwar im Festbett (Bild 4.3) und in einem Strahlschichtapparat (Bild 4.6). Zuerst wird der Apparat mit der notwendigen Menge Diabas gefüllt. Danach wird das System mit *Argon* gespült, die Temperatur allmählich auf 250 °C erhöht und eine Stunde lang bei 250 °C mit *Argon* weitergespült, um einen Wasserentzug auf der Diabasoberfläche zu erreichen. Dann wird die Temperatur allmählich bis auf 500 °C erhöht und der Prozess der Kohlenstoffbeschichtung bei dieser Temperatur mit Hilfe eines Gemisches aus Methan CH_4 und Tetrachlormethan CCl_4 nach der Reaktion



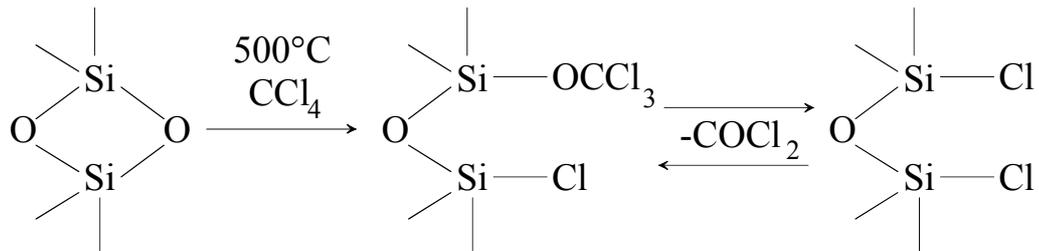
mit unterschiedlicher Zeitdauer durchgeführt.

Nach dem Prozessende wird das System weiter mit Argon bis auf eine Temperatur von 40 - 50 °C gespült und das Diabas aus dem Reaktor entnommen. Für den Modifizierungsprozess sowohl im Festbett als auch in der Strahlschicht wurde eine Gasmenge mit Überfluss benutzt. Dabei ist der Hinreaktion begünstigt worden.

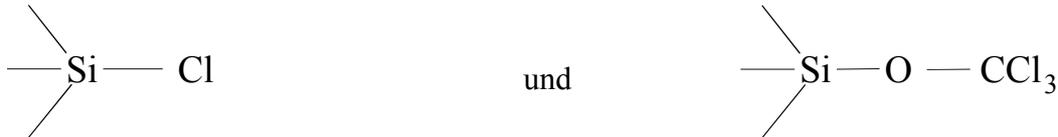
Durch die Wechselwirkung zwischen dem Gemisch Methan–Tetrachlormethan und der Diabasoberfläche ist ein Feststoffprodukt entstanden. Interessant sind die Diabasproben mit $d_p < 10 \mu m$ als Füllstoff in Kautschukmischungen. Da die Ergebnisse der Röntgenstrukturanalyse gezeigt haben, dass die Diabasproben mit Durchmessern kleiner als 10 μm fast reines SiO_2 sind, ist der erste Schritt des Prozesses nach *Weye* [119] die Dehydratation der Stoffoberfläche:



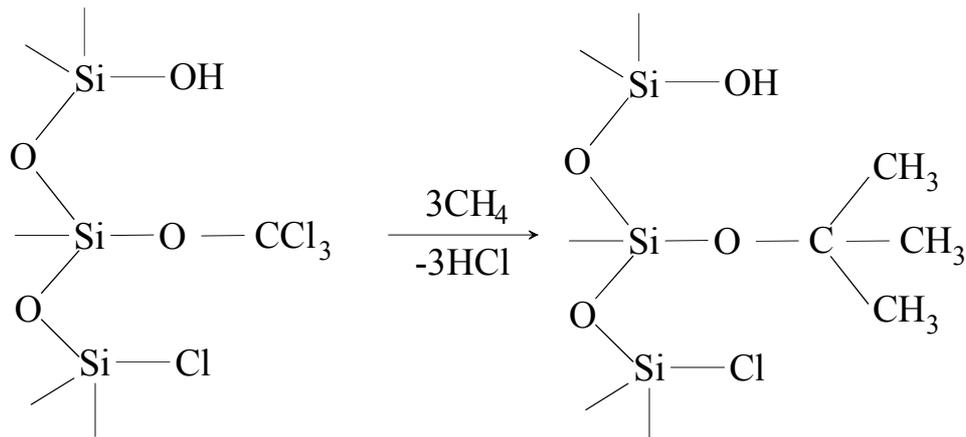
Die Untersuchungen von *Bauer* [12] zeigen, dass die Wechselwirkung zwischen CH_4 , CCl_4 und SiO_2 mit der Reaktion zwischen CCl_4 und dehydratierten Aktivstellen der Siliziumdioxidoberfläche beginnt:



Dabei nimmt an der Reaktion ein großer Teil der SiO_2 -Oberfläche teil [12]. Auf diese Art und Weise werden auf der Diabasoberfläche zwei Typen funktioneller Gruppen



gebildet, die am Kondensationsprozess der Kohlenstoffbildung teilnehmen. Die Gruppen $\equiv \text{Si} - \text{Cl}$ reagieren nicht mit CH_4 [57]. Weiterhin werden in den Gruppen $\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{CCl}_3$ die Chloratome durch Methylakrylradikale ersetzt,



und damit stabilisieren sich die Diabasoberflächengruppen. Eine weitere Reaktion zwischen den Methylgruppen und CCl_4 mit der Bildung von aromatischen Fragmenten ist auch möglich. Im Fall der in dieser Arbeit untersuchten Kohlenstoffbildung sind solche Fragmente erzeugt worden.

Untersucht wurden Proben unterschiedlicher Dispersität mit Partikelgrößen von 5 bis 160 μm .

Es werden folgende Diabasproben untersucht und modifiziert:

Ausgangsdiabas	im Festbett modifizierte Proben	in der Strahlschicht modifizierte Proben
$d_p = 6,5 \mu\text{m}$	$d_p = 6,5 \mu\text{m}$	$d_p = 6,5 \mu\text{m}$
Fraktion mit $d_p < 40 \mu\text{m}$	Fraktion mit $d_p < 40 \mu\text{m}$	
Fraktion mit $40 \mu\text{m} < d_p < 80 \mu\text{m}$	Fraktion mit $40 \mu\text{m} < d_p < 80 \mu\text{m}$	
Fraktion mit $80 \mu\text{m} < d_p < 125 \mu\text{m}$	Fraktion mit $80 \mu\text{m} < d_p < 125 \mu\text{m}$	

Die Partikelgrößenverteilungen aller untersuchten Diabasproben sind im Anhang 5.2.2 dargestellt. Die einzelnen Fraktionen wurden durch Sieben von nichtfraktioniertem Ausgangsdiabas erhalten.

4.2.5 Beschreibung der Versuchsanlage

Die Diabasoberfläche wird mit Kohlenstoffschichten sowohl im Festbett (Bild 4.3) als auch in der Strahlschicht (Bild 4.6) modifiziert. Die Modifizierung der Diabasoberfläche mit Kohlenstoff ist ein sehr empfindlicher Prozess, und deshalb ist eine zusätzliche Reinigung des Reaktionsgases von Sauerstoff und Wasser notwendig (Bild 4.3). Für den Anlagerungsprozess in der Strahlschicht hatten die benutzten Gase *Argon* und *CH₄* einen großen Reinheitsgrad (der Sauerstoff-, Wasser- und Kohlenstoffgehalt liegt zwischen 0,1 und 10 ppm, der Argon-Gehalt beträgt 99,998 % und der *CH₄*-Gehalt 99,995 %). Deshalb fällt das Gasreinigungssystem weg (Bild 4.6). Beim im Festbett durchgeführten Beschichtungsprozess ist das *CH₄* nicht nur Reaktant sondern auch Träger des Tetrachlorkohlenstoffdampfes vom Gefäß (3) zum erwärmten Feststoff im Apparat (4). Die Reaktionsdauer des Anlagerungs-

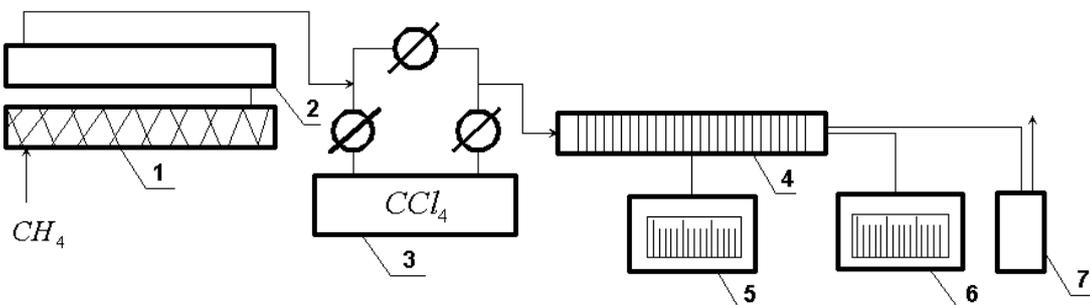


Bild 4.3: Schema der Festbettanlage: 1, 2 – Systeme für Sauerstoffreinigung und Wasserentzug; 3 – Gefäß mit CCl_4 ; 4 – Festbettapparat; 5, 6 – Voltmeter; 7 – Gefäß mit basischer Lösung.

prozesses für alle im Festbett modifizierten Proben ist 60 min. Ein Nachteil dieser Anlage ist die Unbeweglichkeit des im Apparat behandelten Diabases, wodurch es zu unregelmäßigen Kohlenstoffschichten kommt. Es gibt sogar einige Teilchen, die bei der Reaktion nicht beschichtet wurden. Deshalb wurde zur Intensitätserhöhung und besseren Regelung des Modifizierungsprozesses ein Strahlschichtapparat mit zwei Gaseingängen entwickelt. Der Apparat hat eine einfache Konstruktion, die im Abschnitt 3.2.1 und Bild 3.3 veranschaulicht ist. Der Strahlschichtapparat für den Modifizierungsprozesses ist aus Stahl gefertigt. In Bild 4.4a, b ist die Lage der beiden Gaseingänge zu sehen. Zuerst wurde zwecks Beobachtung des Wirbelschichtprozesses bei Umgebungstemperatur der Apparat mit einer Glaswand gefertigt. Ein Schema der Strahlschichtanlage ist in Bild 4.6 dargestellt. Es wurden Beobachtungen bei 20 °C und verschiedenen Gasdurchsätzen am Eintritt EA und EB durchgeführt (Bild 4.5a, b, c).



a)



b)

Bild 4.4: Strahlschichtapparat mit zwei Gaseingängen für die Modifizierung des dispersen Diabases.

Wegen des kleinen Partikeldurchmessers wird eine schlechte Durchmischung beobachtet, verursacht durch Partikelagglomeration und Kanalbildung. Zur besseren Ausprägung der Strahlschicht wird das Diabas mit Silikatbeton gemischt. Nach der Einstellung der für die stabile Strahlschicht notwendigen Volumenströme bei 20 °C wird die Glaswand durch eine Stahlwand ersetzt. Im Unterschied zum Festbett tritt das erwärmte Inertgas *Argon* in das Gefäß (9) mit der Flüssigkeit CCL_4 ein und wird dabei mit CCL_4 -Dampf gesättigt. Danach gelangt das *Argon* durch den Eingang EB (3) in den Apparat (1). Das vorher erwärmte CH_4

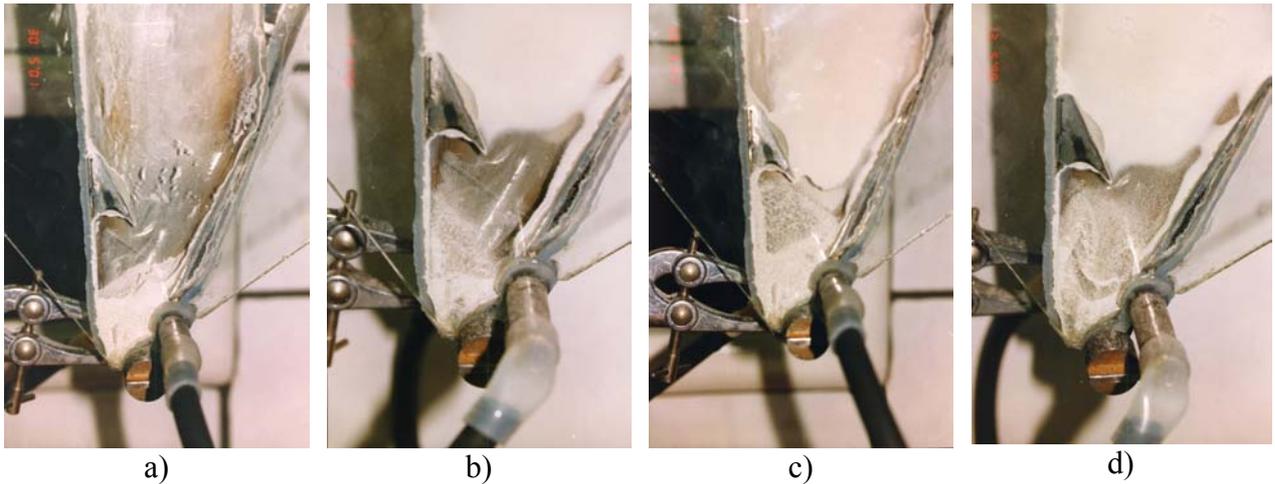


Bild 4.5: Schema des Strahlschichtapparates mit Glaswand und bei unterschiedlichen Fluidisationsregimes; a) – Festbett; b), c) und d) – Strahlschicht bei verschiedenen Volumenströmen der beiden Gaseintritte.

kommt in den Apparat durch den Eintritt EA (2). Der mit Diabas gefüllte Apparat wird mit elektrischen Begleitheizungen erwärmt. Die Temperaturen im Reaktor und an den beiden Eingängen werden mit Thermoelementen gemessen. Bei der Wechselwirkung zwischen dem CH_4 , dem CCl_4 und der Diabasoberfläche entstehen außer dem Feststoffprodukt der Reaktion auch Salzsäure und Phosgen. Die gasförmigen Produkte wurden in eine 0,1 n Natronlaugelösung (7, 8) eingeleitet.

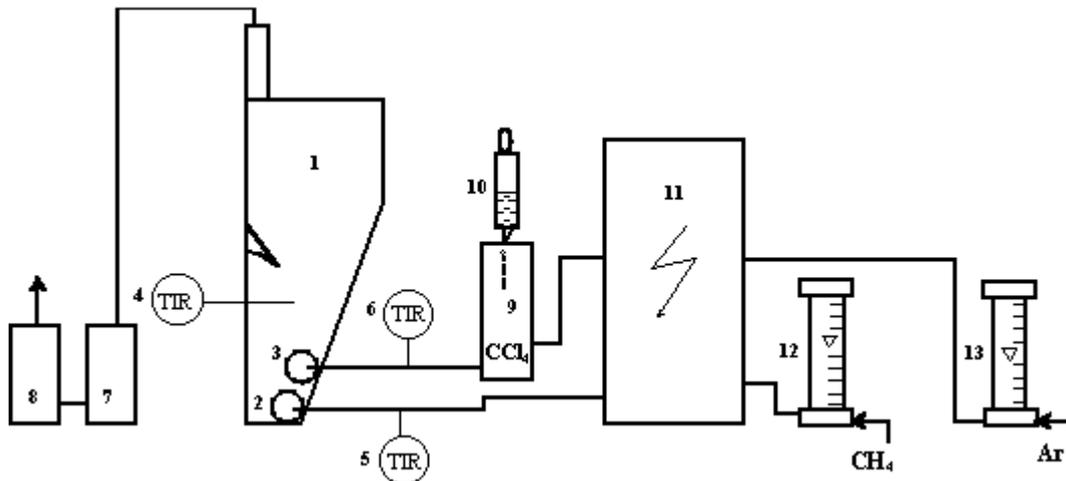


Bild 4.6: Schema der Strahlschichtanlage für die Diabas-Modifizierung: 1 – Strahlschichtapparat; 2, 3 – Gaseingänge A und B; 4, 5, 6 – Thermoelemente; 7, 8 – Gefäße mit basischer Lösung; 9, 10 – Gefäße mit CCl_4 ; 11 – Elektroheizer; 12, 13 – Rotameter.

Die Modifizierung der Diabasoberfläche mit Kohlenstoff in der Strahlschicht wird nach der Reaktion (4-1) und bei unterschiedlicher Dauer (siehe Tabelle 4.6) durchgeführt.

4.2.6 Vorversuche mit Ausgangsdiabas als Füllstoff in Kautschukmischungen

Das in dieser Arbeit untersuchte Material Diabas hat eine große Verschleißfestigkeit (Abriebfestigkeit). Es ist ein Naturprodukt, das in der Natur häufig zu finden ist. Aus diesem Grund wird die Verwendung des Diabases als Füllstoff in Kautschukmischungen vorgeschlagen. Ein Füllstoff hat große Auswirkungen auf die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Vulkanisate und wirkt sich auf den Preis der Kautschukmischungen aus. Um die Feststoffe zusätzlich zu aktivieren, werden sie mit oberflächenaktiven Stoffen behandelt. Um die Diabasoberfläche zu aktivieren, werden die Diabaspartikel zerkleinert und mit Kohlenstoff modifiziert.

Zuerst wurden Vorversuche mit Ausgangsdiabas verschiedener Partikeldurchmesser durchgeführt. Einige Probeneigenschaften sind in der Tabelle 4.3 dargestellt. Zum Vergleich sind in der dritten Spalte die Eigenschaften des Amosil 170 zu sehen. Das Amosil 170 ist ein synthetischer Füllstoff (so genannten weißer Ruß) bei der Herstellung von Vulkanisaten. Da die Vorversuche in der Firma „Kautschuk“ in Bulgarien durchgeführt wurden, ist die Zusammensetzung der mit Diabas als Füllstoff vorbereiteten Kautschukmischungen Firmengeheimnis.

Tabelle 4.3: Einige Probeneigenschaften des Diabases 01, des Diabases 02 und des synthetischen Füllstoffs Amosil 170.

Probeneigenschaften	Diabas 01	Diabas 02	Amosil 170
Prozent der Partikel			
- mit $d_p > 63\mu\text{m}$	18,34	0,19	4,84
- mit $d_p < 160\mu\text{m}$	3,55	-	0,05
Feuchtigkeit bei $t = 105^\circ\text{C}$, [%]	0,087	0,19	4,79
Schüttdichte, [g/cm^3]	1119	845	289
pH der Probewasserlösung	7,0	7,5	6,5

Es wurden Kautschukmischungen mit unterschiedlichen Massenverhältnissen von Diabas zu Ruß und Amosil 170 zu Ruß vorbereitet (Diabas:Ruß 1:2, d. h. 20 Ma-% Diabas zu 40 Ma-% Ruß, Diabas:Ruß 1:1, d. h. 30 Ma-% Diabas zu 30 Ma-% Ruß; die selben Verhältnisse gelten auch für Amosil 170 zu Ruß; die restlichen 40% sind die für jedes Vulkanisat üblichen chemischen Verbindungen). Die physikalisch-mechanischen Eigenschaften der erhaltenen Vulkanisate werden miteinander und mit reinem Rußvulkanisat verglichen. Die Ergebnisse der Untersuchung der unterschiedlichen physikalisch-mechanischen Charakteristiken der erhaltenen Probe mit Diabas 01 und Diabas 02 sind in den Tabellen 4.4 und 4.5 dargestellt. Es ist zu sehen, dass die physikalisch-mechanischen Eigenschaften der Kautschukmischungen wesentlich von der Art des Füllstoffs und von seiner Menge abhängig sind.

Tabelle 4.4: Vergleich zwischen einigen physikalisch-mechanischen Eigenschaften des reinen Rußvulkanisates, des Diabas 01-Ruß-Vulkanisates und des Amosil 170-Ruß-Vulkanisates; D 01 – Diabas 01; A 170 – Amosil 170 (siehe Tabelle 4.3).

physikalisch-mechanische Eigenschaften	Rußvulkanisat	D 01:Ruß 1:2	D 01:Ruß 1:1	A 170:Ruß 1:2	A 170:Ruß 1:1
Zugfestigkeit , [MPa]	23,4	18,9	16,8	18,1	15,4
relative Längenänderung, [%]	528	596	632	628	708
resultierende Längenänderung, [%]	15	17	15	18	23
Härtegrad nach Schor, [-]	64	57	54	58	57
Verschleißfestigkeit nach Schopen-Schlobach, [cm ³]	0,067	0,116	0,153	0,120	0,153
Elastizitätsmodul, [%]	38	43	50	42	46
Viskosität nach Muni bei 100°C, [-]	88	70,5	65,5	92	96

In der Tabelle 4.5 wurden die Ergebnisse der Kautschukmischungen mit dem Diabas 02, (kleinere Partikeldurchmesser) dargestellt. Die Festigkeit, die ein sehr wichtiges Kennzeichen für jedes Vulkanisat ist, erhöht sich mit der Verkleinerung des Partikeldurchmessers (Tabelle 4.5). Für die Diabasprobe 02 und 20 Ma-% Diabas ist die Festigkeit fast die selbe wie für das reine Rußvulkanisat. Die in den Tabellen 4.4 und 4.5 dargestellten Ergebnisse zeigen, dass die Füllstoffdispersität und die Füllstoffnatur einen wesentlichen Einfluss auf die physikalisch-mechanischen Eigenschaften der Vulkanisate hat.

Tabelle 4.5: Vergleich zwischen einigen physikalisch-mechanischen Eigenschaften des reinen Rußvulkanisates, des Diabas 02-Ruß-Vulkanisates und des Amosil 170-Ruß-Vulkanisates; D 21 – Diabas 02; A 170 – Amosil 170 (siehe Tabelle 4.3).

physikalisch-mechanische Eigenschaften	Rußvulkanisat	D 02:Ruß 1:2	D 02:Ruß 1:1	A 170:Ruß 1:2	A 170:Ruß 1:1
Zugfestigkeit , [MPa]	23,4	22,9	18,8	18,1	15,4
relative Längenänderung, [%]	528	702	690	628	708
resultierende Längänderung, [%]	15	17	16	18	23
Härtegrad nach Schor, [-]	64	56	52	58	57
Verschleißfestigkeit nach Schopen-Schlobach, [cm ³]	0,067	0,137	0,184	0,120	0,153
Elastizitätsmodul, [%]	38	41	42	42	46
Viskosität nach Muni bei 100°C, [-]	88	78,5	66,5	92	96

4.2.7 Auswertung der Versuche zur Modifizierung des Diabases

Mit dem Ausgangsdiabas und den im Festbett und in der Strahlschicht modifizierten Diabasproben wurden qualitative und physikalisch-chemische Untersuchungen zwecks Feststellung der Oberflächenzusammensetzung und der Art und der Menge der auf der Oberfläche gebildeten Gruppen durchgeführt. Weiterhin wurde der Einfluss der Dispersität und der Oberflächenmodifizierung mit Kohlenstoff auf die physikalisch-chemischen Eigenschaften des Diabases als Füllstoff für Kautschukverbindungen untersucht.

4.2.7.1 Bestimmung der Kohlenstoffmenge auf der Diabasoberfläche

Die Kohlenstoffmenge auf der Diabasoberfläche, der in der Strahlschicht behandelten Proben, wurde durch Verbrennung im LEGO CHN-1000 Analysator bei 900 °C im Sauerstoffstrom bestimmt (Tabelle 4.6). Der Analysator CHN-1000 ist ein nicht disperses Infrarot-Gerät für die Messung von Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Stickstoffgehalten in organischen Verbindungen. Zuerst wird die Probe gewogen und im Probenbehälter danach in die Brennkammer gestellt. In der Brennkammer wird die Probe bei 900 °C und im Sauerstoffstrom verbrannt. Beim Verbrennungsprozess werden der Kohlenstoff, der Wasserstoff und der

Stickstoff in CO_2 , H_2O , N_2 und NO_x umgeformt. Die Gase werden durch die IR-Zelle geleitet und damit wird der Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalt bestimmt. Die Ergebnisse zeigen, dass sich die Kohlenstoffmenge proportional zur Steigerung der Reaktionsdauer erhöht (siehe Tabelle 4.6 und Bild 4.7).

Tabelle 4.6: Prozessbedingungen bei der Modifizierung in der Strahlschicht und die Kohlenstoffmenge der behandelten Diabasproben.

Probenummer	Reaktionsdauer [min]	Verbrauchter CCl_4 [ml]	Kohlenstoffmenge [Ma-%]	Wasserstoffmenge [Ma-%]
1	2,5	1,7	0,33	0,23
2	5,0	3,3	0,53	0,20
3	10,0	6,4	0,67	0,19
4	25,0	15,9	0,82	0,19
5	40,0	24,7	1,06	0,24
6	60,0	35,1	2,49	0,19

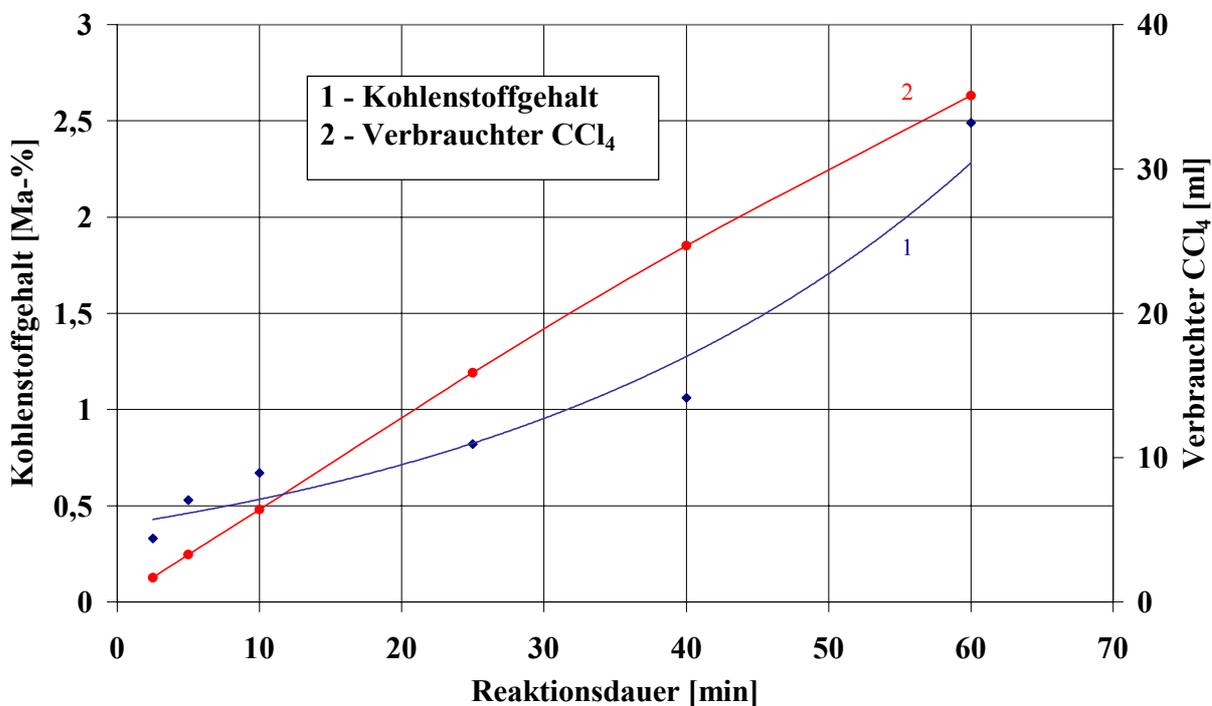


Bild 4.7: Kohlenstoffmenge und Menge des verbrauchten CCl_4 der modifizierten in der Strahlschicht Diabasproben bei unterschiedlichen Reaktionsdauern.

4.2.7.2 Rasterelektronenmikroskopische Analyse

Es wurden mikroskopische Verfahren (mit Digital Scanning Microscope DSM 960) getestet, mit denen die Dicke der umhüllenden Kohlenstoffschichten Diabas-Bruchstücke ermittelt werden konnten. Aus dem Reflektionsverhalten der Diabaspulver bei lichtmikroskopischer Betrachtung kann gefolgert werden, dass zumindest die großen Bruchstücke nur eine extrem geringe Schichtdicke (liegt unter 50 nm) aufweisen. Bei den kleineren Proben (kleiner als 10 μm) lässt sich mittels dieser Methode keine Aussage erzielen. Exemplarisch wurde die Morphologie der Partikel der Ausgangsdiabasprobe und der Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6) ohne jegliche Präparation im Rasterelektronenmikroskop untersucht (siehe Bild 4.8a, b). Es zeigen sich die bereits bekannten extremen Größenunterschiede zwischen den Partikeln. Auch unter Nutzung verschiedener Abbildungstechniken (SE- und BSE-Kontrast, siehe Bild 4.9a, b) lässt sich keine Aussage über Kohlenstoffschichten erzielen.

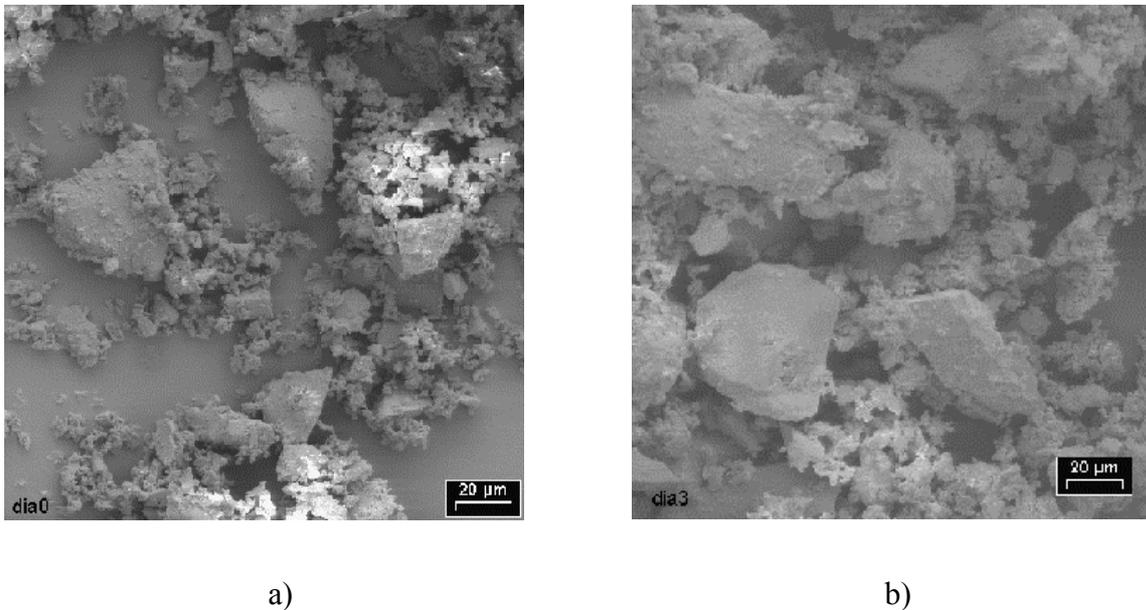


Bild 4.8: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen a) des Ausgangsdiabases und b) der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6).

Die Einbettung in Epoxydharz, anschließende Schliffpräparation und REM-Untersuchungen (siehe Bild 4.10) lieferte zwar gute Aussagen zur Größenverteilung der Partikel, konnten aber für die Kohlenstoffschichtdickenbestimmung ebenfalls nicht verwendet werden. Festzustellen ist aufgrund der Adsorptionseigenschaften des Epoxydharz-Partikelgemisches, dass die Einbettung offensichtlich keine Auflösung der Kohlenstoffschichten bewirkt.

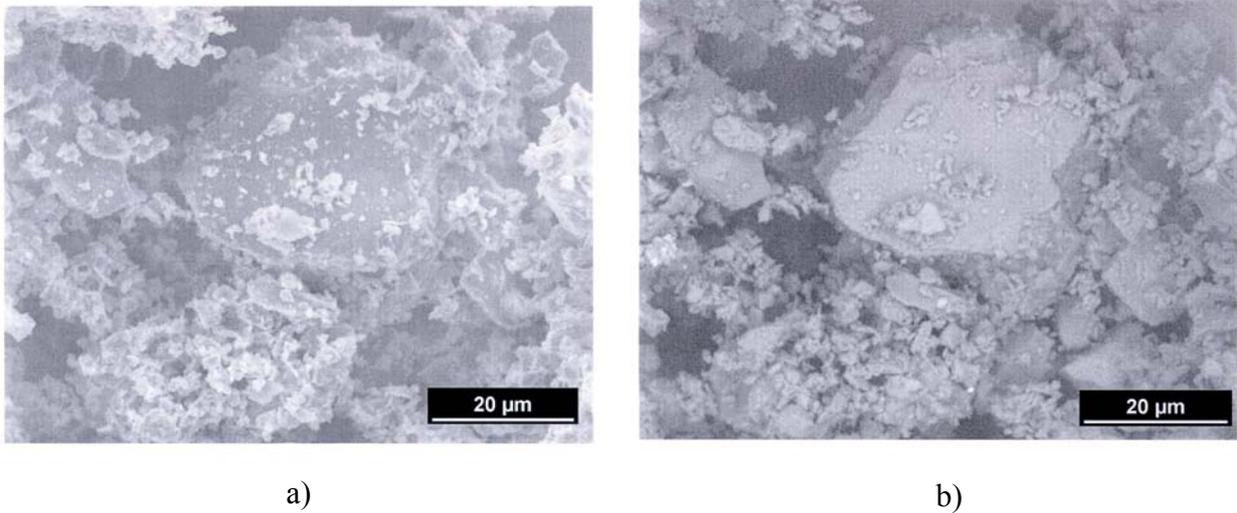


Bild 4.9: a) Rasterelektronenmikroskopische SE-Aufnahmen der Diabasprobe 4 (siehe Tabelle 4.6) und b) Rasterelektronenmikroskopische BSE-Aufnahmen der Diabasprobe 4.

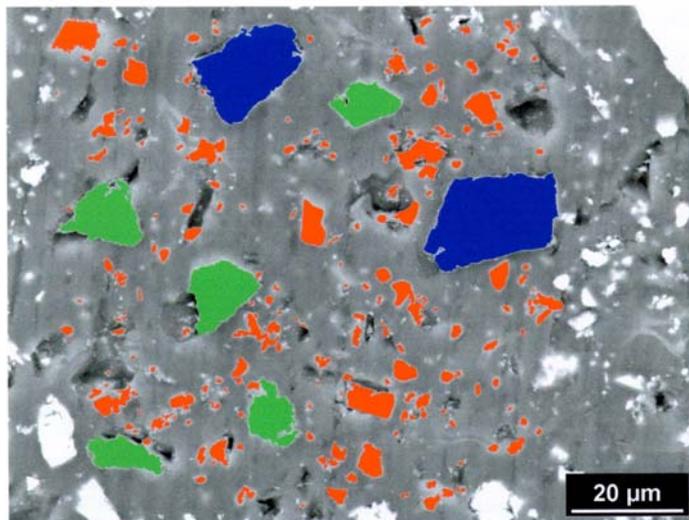


Bild 4.10: Rasterelektronenmikroskopische BSE-Aufnahmen der Diabasprobe 2 nach Einbettung in Epoxydharz.

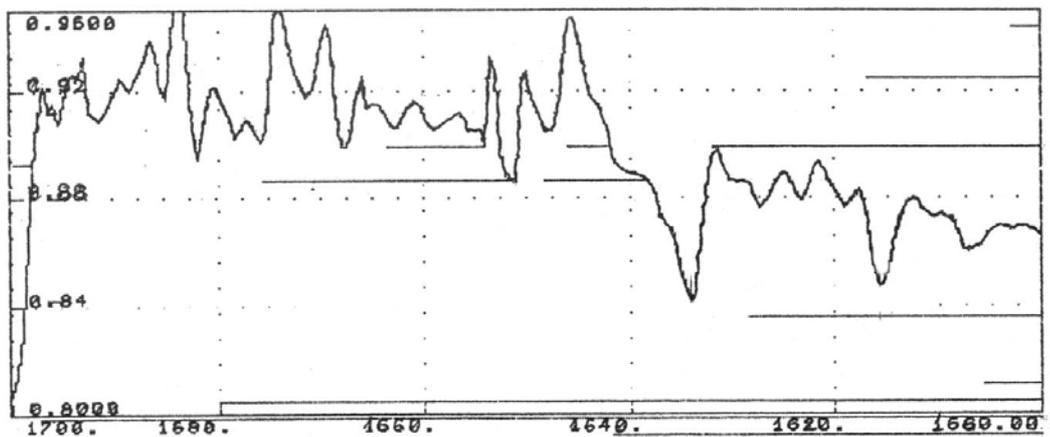
Die Einbettung in anderen Medien (z. B. Wasserglas), anschließende Schliffpräparation und REM-Untersuchungen waren ebenfalls nicht erfolgreich. Es wurden weitere Methoden auf ihre Aussagefähigkeit für die obige Zielstellung abgeschätzt: Röntgenbeugung-, Reflektometrie- und Kleinwinkelstreuverfahren liefern bei Kohlenstoffschichten der erwarteten Dicke keine sinnvollen Ergebnisse.

Es wurden verschiedene licht- und rasterelektronenmikroskopische Methoden nach variiertem Präparation eingesetzt, die jedoch keine Aussage zur Dicke von Kohlenstoffschichten

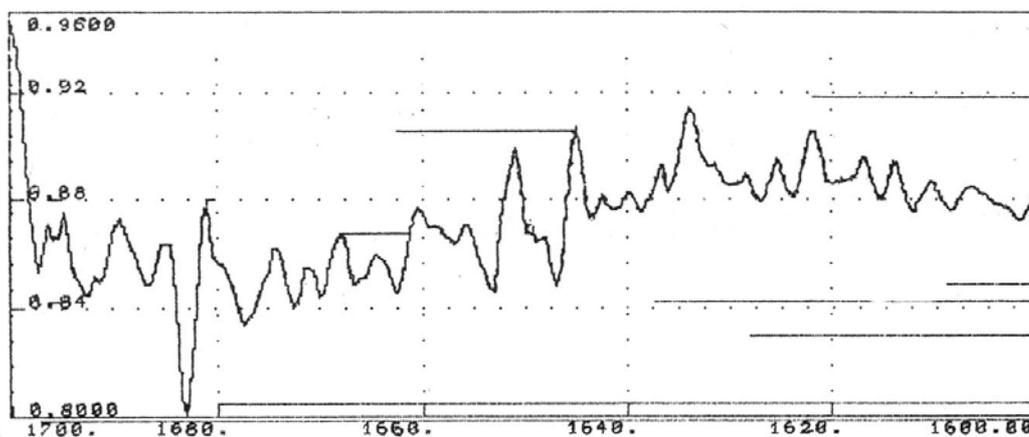
gestatteten. Da die Kohlenstoffschicht auf der Oberfläche sehr dünn ist (unter 50 nm), gab es Schwierigkeiten beim Darstellen auf Bildern. Die elektronenmikroskopischen Analysen ermöglichen die Bestimmung der Partikelgröße. Die REM-Aufnahmen aller anderen untersuchten Proben werden im Anhang 5.2.3 dargestellt.

4.2.7.3 IR-spektroskopische Analyse

Die IR-Spektren (Spektrofotometer Parkin Elmer System 2000 FT-IR) der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6) (Bild 4.11a) und des Ausgangsdiabases (Bild 4.11b) wurden ermittelt. Die Peaks bei 1635 cm^{-1} und 1615 cm^{-1} beweisen, dass Valenzschwingungen der Kohlenstoff-Kohlenstoff-Verbindungen existieren (Bild 4.11a).



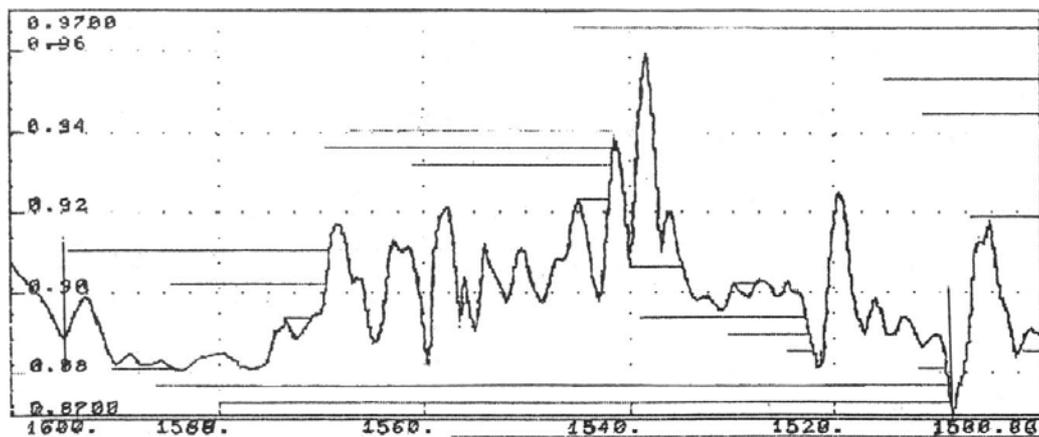
a)



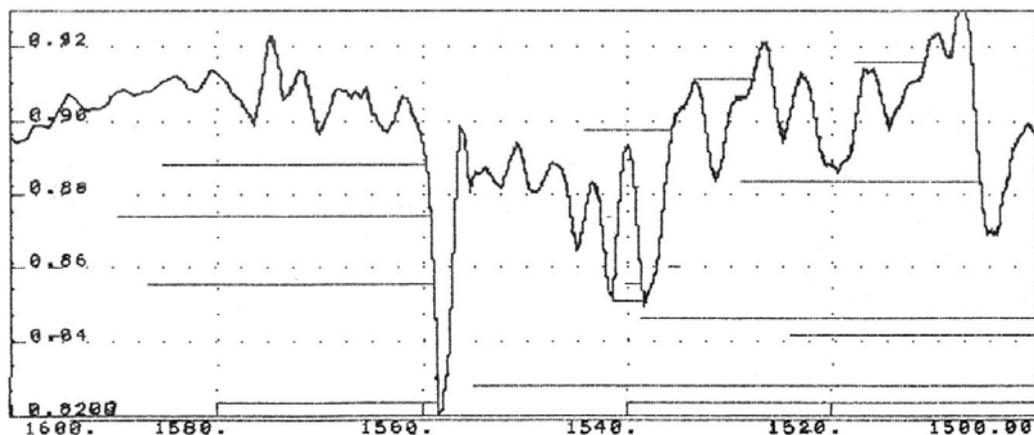
b)

Bild 4.11: IR-Spektren a) der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6) und b) des Ausgangsdiabases im Bereich von 1700 cm^{-1} bis 1600 cm^{-1} .

Im IR-Spektrum des Ausgangsdiabases wurden keine solche Peaks beobachtet (Bild 4.11b). Im Spektrum des modifizierten Diabases sind Peaks bei 1595 cm^{-1} und 1510 cm^{-1} zu sehen (Bild 4.12a), die den Pulsationsschwingungen des Benzolkerns und den mit Silizium verbundenen kondensierten Kohlenstoff-Kohlenstoff-Strukturen entsprechen [88]. Aus dem Bild 4.12b ist zu sehen, dass für Ausgangsdiabas solche charakteristische Peaks fehlen. Die Ergebnisse der IR-spektroskopischen Analyse zeigen, dass bei der Modifizierung auf der Diabasoberfläche eine Kohlenstoffschicht gebildet wird, die aus kondensierten Kohlenstoff-Kohlenstoff-Strukturen und aromatischen Fragmenten besteht.



a)



b)

Bild 4.12: IR-Spektren a) der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6) und b) des Ausgangsdiabases im Bereich von 1600 cm^{-1} bis 1500 cm^{-1} .

Ein Vergleich zwischen den IR-Spektren der bei Reaktionsdauern von 2,5 min, 10 min, 40 min und 60 min modifizierten Diabasproben wird in Bild 4.13 veranschaulicht. Es ist eine

Erhöhung der Intensität der Peaks bei 624 cm^{-1} , 675 cm^{-1} und 723 cm^{-1} aufgrund der Steigerung der Prozessdauer von der ersten zur letzten Probe zu sehen. Die intensiven Peaks mit einer Frequenz von 1104 cm^{-1} , 802 cm^{-1} und 470 cm^{-1} gehören zu den Valenz- und Deformationsschwingungen der Fragmente SiO_4 und Si-O-Si . Beim Vergleich der IR-Spektren des Siliziumcarbids und Graphits und des mit Kohlenstoff bedeckten Diabases wurde festgestellt, dass es im Diabasspektrum keine für Siliziumcarbid und Graphit charakteristischen Peaks gibt. Das bestätigt die Vermutung über den Prozessmechanismus, dass Kohlenstoff und Silizium mittels Sauerstoff verbunden sind.

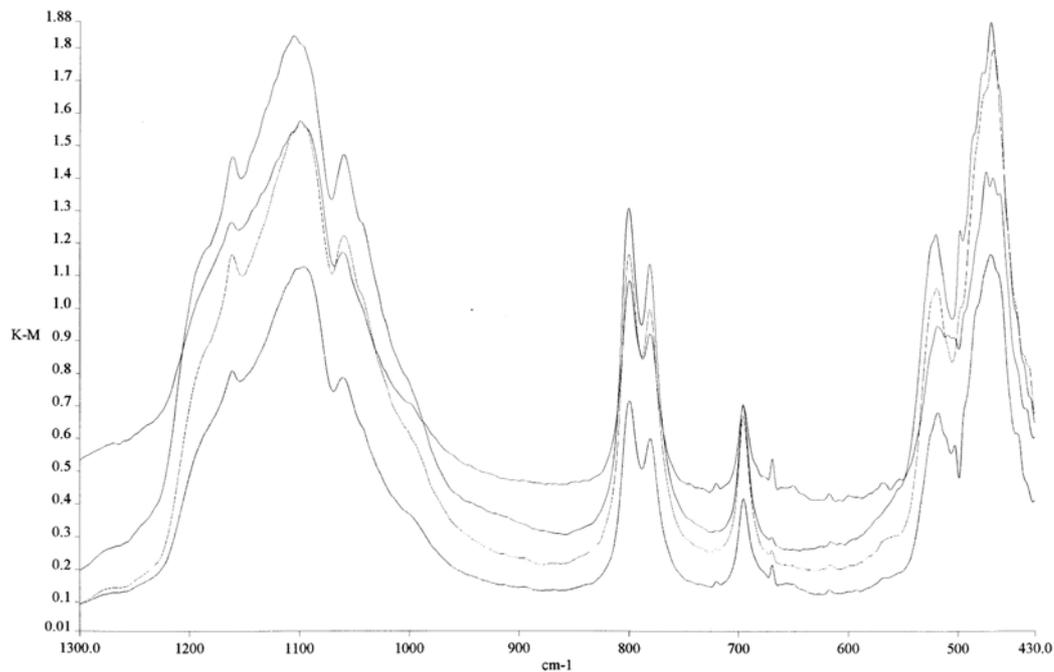


Bild 4.13: IR-spektroskopische Aufnahmen der in der Strahlschicht modifizierten Diabasproben 1, 3, 5 und 6 (siehe Tabelle 4.6).

4.2.7.4 Spektroskopische Methode

Der Einfluss der Dispersität und der Modifizierung auf die chemische Zusammensetzung der Diabasoberfläche wird mit Hilfe der spektroskopischen Methode (nach der Adsorption von Säure–Base–Indikatoren) ermittelt [89, 109]. Die spektroskopische Methode ist eine experimentell einfache und alte Methode für die Untersuchung der saure- oder basischen Eigenschaften der Feststoffoberfläche. Bekannt ist, dass jede Feststoffoberfläche saure- oder basische Eigenschaften hat. Festsäure und Festbase nennt man die Feststoffe, auf deren

Oberfläche die Farbe einer Indikatorlösung verändert wird. Mit Hilfe der spektroskopischen Methode werden die Art und die Menge der funktionellen Gruppen auf der Oberfläche bestimmt. Es wurden 14 Indikatoren mit unterschiedlichen pKa -Werten verwendet (siehe Tabelle 4.7), wobei pKa ein Kriterium für den Säure- oder Basengehalt der Feststoffoberfläche ist.

Tabelle 4.7: Die pKa Werte der verwendeten Indikatoren.

Indikator	pKa	λ_{max} [nm]	Indikator	pKa	λ_{max} [nm]
2,4-Dinitroanilin	-4,4	340	Bromphenolblau	4,1	590
4-Chlor-2-Nitroanilin	-0,91	330	Methylrot	5	430
Nitroanilin	-0,29	410	Bromkresolpurpur	6,4	540
Kristallviolett	0,8	580	Bromtymolblau	7,3	430
Brillantgrün	1,3	610	m-Nitrophenol	8,8	430
Fuchsin	2,1	540	Phenol	10,5	640
Methylorange	3,46	460	Indigokarmin	12,8	610

Die quantitative Bestimmung der Adsorptionsstellen (q_{pKa}) mit bestimmten Säuregehalten wurde in den UV- und Sichtbarbereichen des Spektrums mit Hilfe eines Spektrofotometers SF-26 bei der Wellenlänge λ_{max} , die der maximalen Adsorption jedes Indikators entspricht, durchgeführt. Die Menge der Adsorptionsstellen mit einem bestimmten pKa q_{pKa} wird nach der Gleichung

$$q_{pKa} = \frac{C_{Ind} V_{Ind}}{D_0} \left| \frac{|D_0 - D_1|}{m_1} \pm \frac{|D_0 - D_2|}{m_2} \right| \quad (4-2)$$

berechnet. Darin sind C_{Ind} und V_{Ind} die Konzentration bzw. das Volumen der Indikatorlösung, m_1 und m_2 die Probenmengen, D_0 die optische Durchlässigkeit der Ausgangsindikatorlösung, D_1 die optische Durchlässigkeit nach dem Adsorptionsprozess und D_2 ist die optische Durchlässigkeit einer Lösung, die eine Mischung aus Indikatorlösung und dekantierter Probenlösung ist. In den Bildern 4.14 und 4.15 wurden die Abhängigkeiten q_{pKa} als Funktion von pKa für die Ausgangs- (Bild 4.14) und die schon im Festbett modifizierten Diabasproben (Bild 4.15) dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass auf der Oberfläche der untersuchten Proben Adsorptionsstellen im ganzen Untersuchungsintervall der pKa -Werte (von -4,4 bis 12,8) existieren. Es ist zu sehen, dass die Oberfläche der Ausgangsproben sehr

ungleich ist. Das hängt von der Dispersität der Partikel ab. Diese Ungleichheit hängt höchstwahrscheinlich mit der komplizierten mineralischen Zusammensetzung des Diabases zusammen. Die Fraktion 2 hat die größte Zahl der Aktivstellen (siehe Bild 4.14). Bei den oberflächenmodifizierten Proben wird eine Veränderung der Menge der Aktivstellen beobachtet (Bild 4.15). Die Aktivität der Oberfläche wird nur bei der Fraktion bis $40\ \mu\text{m}$ vergrößert. Die Zusammensetzung der Aktivstellen hängt nur wenig von der Dispersität ab.

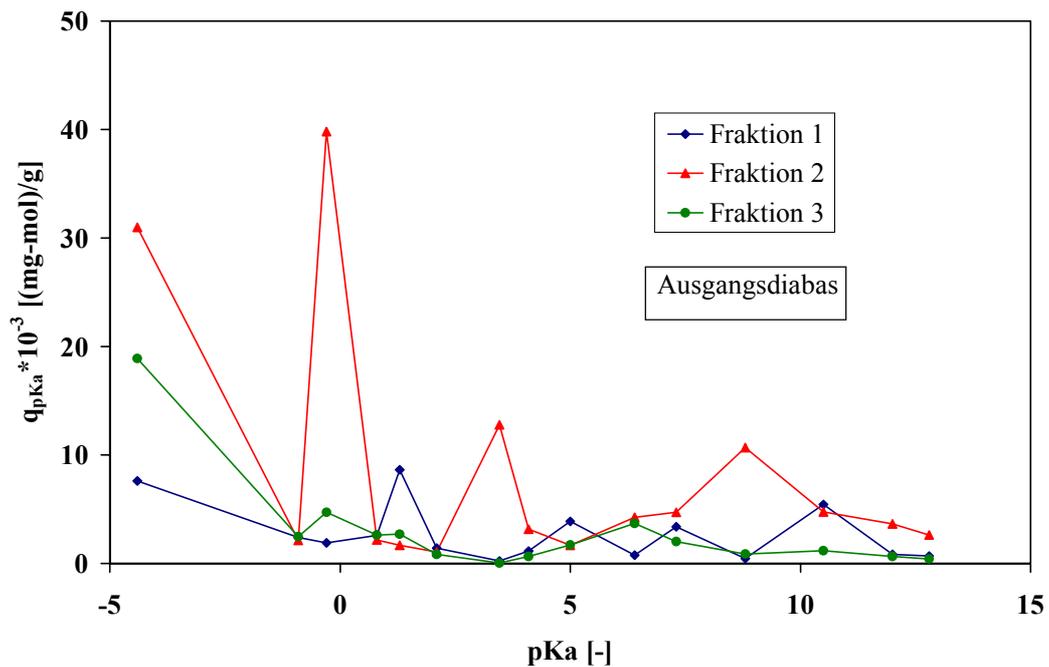


Bild 4.14: Sauer-basische Eigenschaften des Ausgangsdiabases; Fraktion 1 – mit $d_p < 40\ \mu\text{m}$; Fraktion 2 – mit d_p zwischen 40 und $80\ \mu\text{m}$; Fraktion 3 – mit d_p zwischen 80 und $125\ \mu\text{m}$.

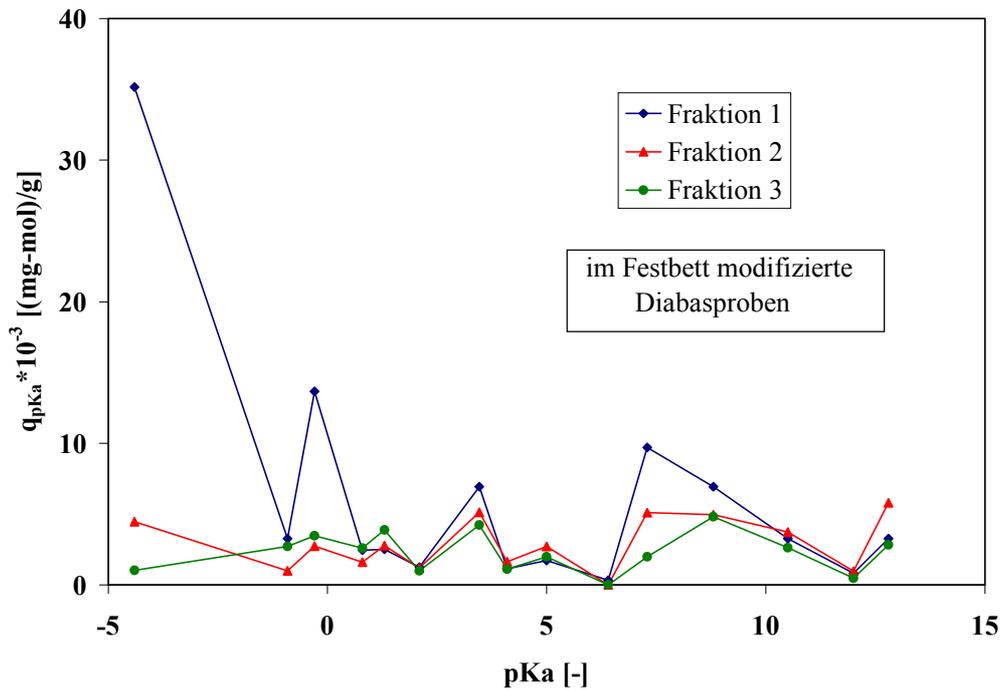


Bild 4.15: Sauer-basische Eigenschaften des im Festbett modifizierten Diabases; Fraktion 1 – mit $d_p < 40 \mu\text{m}$; Fraktion 2 – mit d_p zwischen 40 und $80 \mu\text{m}$; Fraktion 3 – mit d_p zwischen 80 und $125 \mu\text{m}$.

Weiterhin wurde der Einfluss der Modifizierung des Diabases in der Strahlschicht und der Prozessdauer auf die Menge und die Art die Aktivstellen auf der Diabasoberfläche untersucht. Der Prozess der Anlagerung von Kohlenstoff auf der Diabasoberfläche wurde mit unterschiedlicher Dauer durchgeführt (siehe Tabelle 4.6). Die Ergebnisse wurden in Bild 4.16 dargestellt. Die Veränderung der Art und der Menge der Aktivstellen wurde von der Wechselwirkung zwischen dem bei der thermischen Zerlegung des Gemischs CH_4 und CCl_4 gebildeten Kohlenstoff und den sauerstoffenthaltenden Gruppen verursacht. Bei der ersten Probe (Prozessdauer 2,5 min) ist zu beobachten, dass sich die Menge der Aktivstellen auf der Diabasoberfläche vermindert. Bei der Prozessdauer 10 min steigt die Menge des amorphen Kohlenstoffs, und das führt zur Steigerung der Menge der Aktivstellen mit pKa 2,5, -0,21 und -4,4.

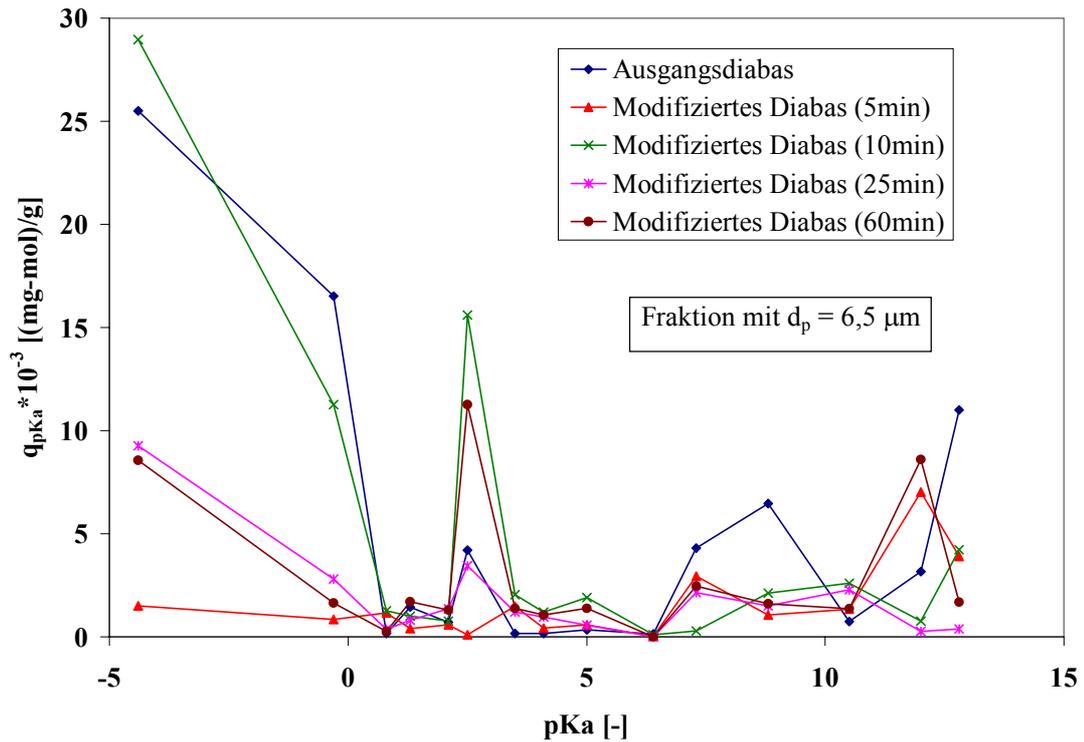


Bild 4.16: Sauer-basische Eigenschaften des Ausgangsdiabases und der in der Strahlschicht bei unterschiedlicher Reaktionsdauer modifizierten Diabasproben.

4.2.7.5 Einsatz der erzeugten modifizierten Diabasproben in Kautschukmischungen

Zwecks Bestimmung des Einflusses der Oberflächeneigenschaften der Ausgangs- und modifizierten Proben auf die technischen und technologischen Eigenschaften der Verbindungswerkstoffe wurden diabashaltige Vulkanisate vorbereitet. Es wurden Kautschukverbindungen mit dem nichtpolaren (SKMC-30ARKP) und polaren (SKN-40AM) Kautschuk untersucht und physikalisch-mechanische Untersuchungen der erhaltenen Kautschukmischungen durchgeführt. Sehr interessant sind die Ergebnisse, die mit den Akrylnitrilkauschuk Proben erhalten wurden.

Es wurden Kautschukmischungen mit 30 Ma-% Ausgangsdiabas und 30 Ma-% im Festbett modifiziertes Diabas vorbereitet. Die Proben wurden bei 150°C und $t = 20$ min vulkanisiert. In Übereinstimmung mit der existierenden Füllstoffklassifikation sind alle Füllstoffe mit einem Partikeldurchmesser im μm -Bereich grobdispers. Deshalb wurden die für das Diabas erhaltenen Ergebnisse mit denen, die mit Kreide als Mineralfüllstoff bekommen wurden, verglichen. In Bild 4.17 ist die Abhängigkeit des Spannungsmoduls (oder nur Modul) vom Partikeldurchmesser dargestellt. Das Modul ist die Spannung bei einem bestimmten Grad der

Verlängerung. Das ist der Widerstand, den das Vulkanisat gegen die Deformationskräfte bei einem bestimmten Deformationsgrad leistet. Es ist zu sehen, dass das Modul für Kautschukmischungen mit modifizierten Diabasproben etwa auf das zweifache gestiegen ist.

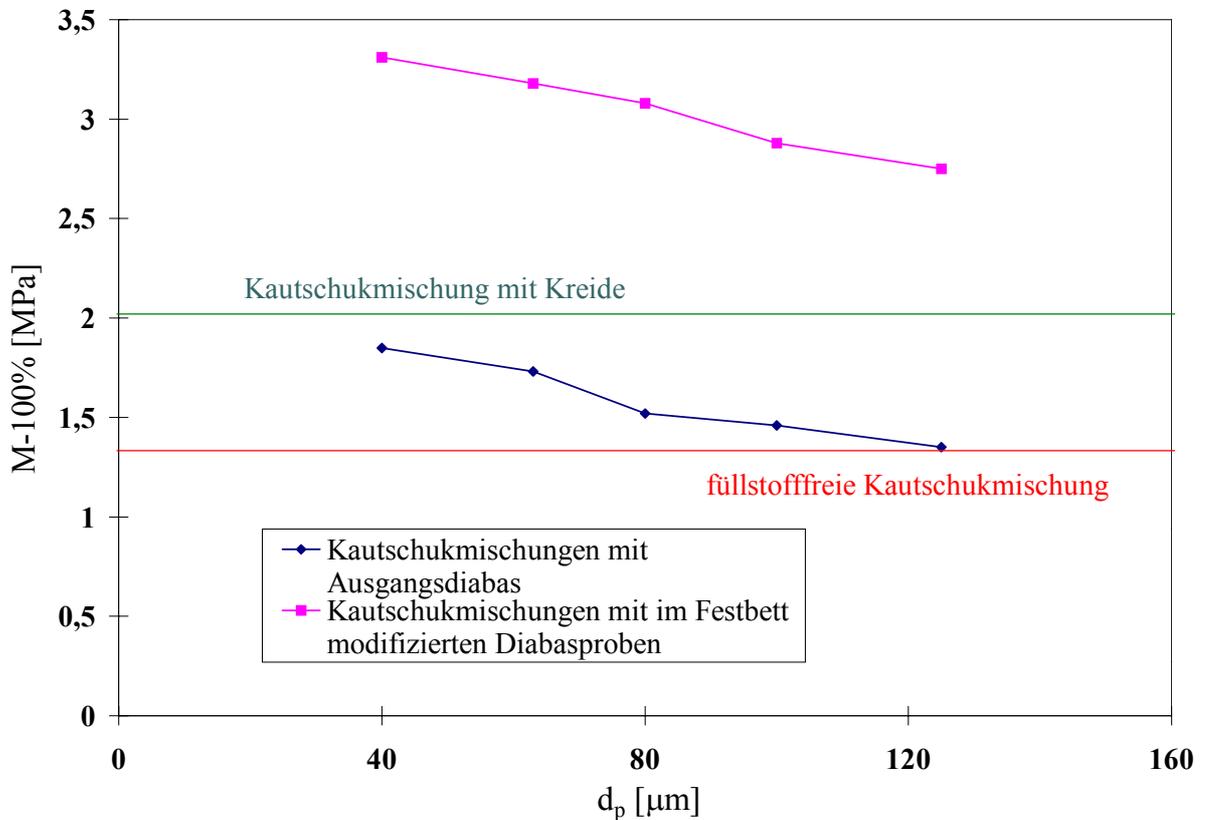


Bild 4.17: Abhängigkeit des Spannungsmoduls vom Partikeldurchmesser für Kautschukmischungen mit Akrylnitrilkauschuk und Ausgangsdiabas und für das im Festbett modifizierte Diabas mit Akrylnitrilkauschuk.

In Bild 4.18 wird die Abhängigkeit der Zurfestigkeit vom Partikeldurchmesser dargestellt. Die Kautschukmischungen mit den Partikeldurchmessern 25, 40, 60 und 80 μm haben die größte Zugfestigkeit 10 – 12 MPa (die analogen Kautschukmischungen mit Kreide haben die Festigkeit 6 MPa). Unerwartet ist die Verkleinerung der Zugfestigkeit der Kautschukmischungen mit den modifizierten Diabasproben (Bild 4.18). Eine Ursache dafür ist die Wirkung des Füllstoffs bei der Orientierung der Moleküle in der Kautschukmischung. Von dieser Orientierung hängt die Zugfestigkeit des Vulkanisats ab. Die im Festbett erhaltene Kohlenstoffschicht auf der Diabasoberfläche ist unregelmäßig, weil sich das Material während des Modifizierungsprozesses nicht bewegt.

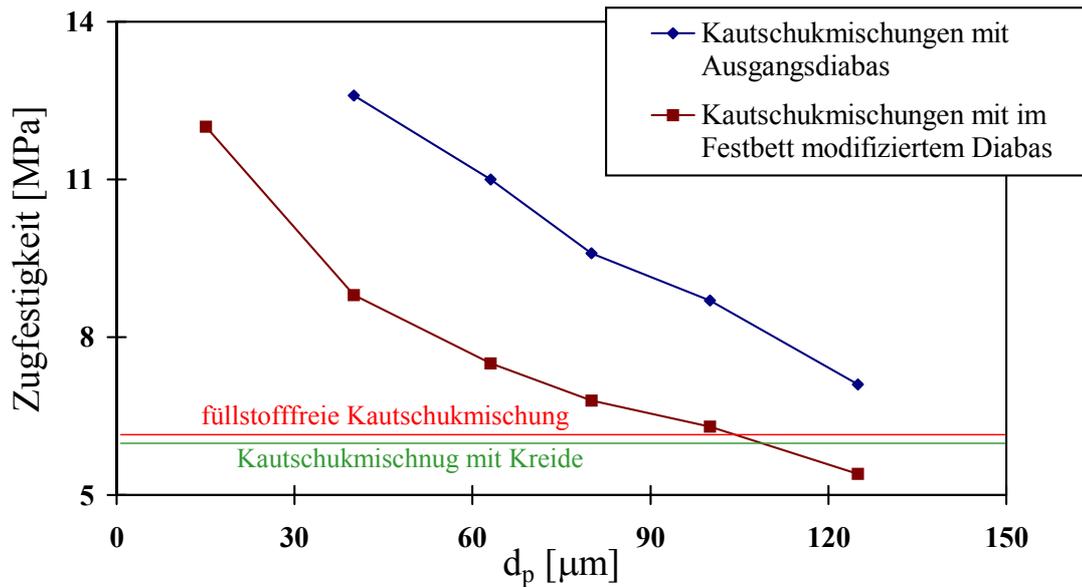


Bild 4.18: Abhängigkeit der Festigkeit vom Partikeldurchmesser für Kautschukmischungen mit Akrylnitrilkautschuk und Ausgangsdiabas und für das im Festbett modifizierte Diabas mit Akrylnitrilkautschuk.

Die Versuchsergebnisse beweisen die Eignung von Diabas als niederaktiven Füllstoff für Kautschukmischungen. Die zusätzliche Aktivierung des Diabases durch die Dispergierung und Oberflächenmodifikation mit Kohlenstoff im Festbett führt zu der Vergrößerung der Adsorptionsaktivität des Feststoffs.

Weiterhin wurden auch Kautschukmischungen mit den in der Strahlschicht modifizierten Diabasproben vorbereitet. In der Tabelle 4.8 sind die chemische Zusammensetzung und einige physikalisch-chemische Eigenschaften der untersuchten Vulkanisate zusammengestellt. Der Diabas-Gehalt ist 5 Ma-%. Es ist zu sehen, dass im Vergleich mit dem ersten Vulkanisat (Kautschukmischung 1 - mit dem Füllstoff technischer Kohlenstoff ohne kohlenstoffbedecktes Diabas) die Vulkanisate 4, 5 und 6 (mit kohlenstoffbedecktem Diabas und technischem Kohlenstoff) bessere Festigkeitswerte aufweisen.

Tabelle 4.8: Chemische Zusammensetzung und Vergleich zwischen den physikalisch-mechanischen Eigenschaften der Vulkanisate mit dem Füllstoff technischer Kohlenstoff (Kautschukmischung 1) und der Vulkanisate mit in der Strahlschicht modifizierten Diabasproben (Kautschukmischungen 2, 3, 4, 5 und 6) mit Diabasgehalt 5 Ma-%.

Zusammensetzung der Kautschukmischung	Nummer der Kautschukmischung					
	1	2	3	4	5	6
Kautschuk SKN-40AM	100	100	100	100	100	100
Schwefel	2	2	2	2	2	2
Kaptas	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Zinkoxid	5	5	5	5	5	5
Stearin	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
technischer Kohlenstoff	50	50	50	50	50	50
Ausgangsdiabas	-	5	-	-	-	-
modifizierte Diabasprobe 2 (Tabelle 4.6)	-	-	5	-	-	-
modifizierte Diabasprobe 3 (Tabelle 4.6)	-	-	-	5	-	-
modifizierte Diabasprobe 4 (Tabelle 4.6)	-	-	-	-	5	-
modifizierte Diabasprobe 6 (Tabelle 4.6)	-	-	-	-	-	5
Gesamtmenge der Kautschukmischung	159,3	164,3	164,3	164,3	164,3	164,3
physikalisch-mechanische Eigenschaften der Kautschukmischung						
Zugfestigkeit , [MPa]	13,5	12,9	12,6	14,1	13,9	14,4
relative Längenänderung, [%]	532	508	438	484	497	490
resultierende Längenänderung, [%]	16	11	10	13	13	12

Die ähnlichen Ergebnisse für Vulkanisate mit in der Strahlschicht mit 10 Ma-% Kohlenstoff bedecktem Diabas sind in der Tabelle 4.9 zu sehen. Die Ergebnisse beweisen die Eignung des in der Strahlschicht modifizierten Diabas (mit einer Menge bis zum 10 Ma-%) in Kautschuk-Verbindungen mit Akrylnitrilkauschuk.

Tabelle 4.9: Chemische Zusammensetzung und Vergleich zwischen den physikalisch-mechanischen Eigenschaften der Vulkanisate mit dem Füllstoff technischer Kohlenstoff (Kautschukmischung 1) und der Vulkanisate mit in der Strahlschicht modifizierten Diabasproben (Kautschukmischungen 2, 3, 4, 5 und 6) mit Diabasgehalt 10 Ma-%.

Zusammensetzung der Kautschukmischung	Nummer der Kautschukmischung					
	1	2	3	4	5	6
Kautschuk SKN-40AM	100	100	100	100	100	100
Schwefel	2	2	2	2	2	2
Kaptas	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Zinkoxid	5	5	5	5	5	5
Stearin	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
technischer Kohlenstoff	50	50	50	50	50	50
Ausgangsdiabas	-	10	-	-	-	-
modifizierte Diabasprobe 2 (Tabelle 4.6)	-	-	10	-	-	-
modifizierte Diabasprobe 3 (Tabelle 4.6)	-	-	-	10	-	-
modifizierte Diabasprobe 4 (Tabelle 4.6)	-	-	-	-	10	-
modifizierte Diabasprobe 6 (Tabelle 4.6)	-	-	-	-	-	10
Gesamtmenge der Kautschukmischung	159,3	169,3	169,3	169,3	169,3	169,3
physikalisch-mechanische Eigenschaften der Kautschukmischung						
Zugfestigkeit , [MPa]	13,5	11,2	12,8	13,6	14,4	14,3
relative Längenänderung, [%]	532	391	419	446	483	468
resultierende Längenänderung, [%]	16	8	8	10	12	12

4.3 Zusammenfassende Diskussion des Beschichtungsprozesses

Die untersuchte neue Apparatekonstruktion wurde auf den Beschichtungsprozess feindisperser Teilchen angewendet. Es wird gezeigt, dass das feindisperse Material Diabas in einer Strahlschicht fluidisiert werden kann.

Das disperse Material Diabas ist ein Naturprodukt und charakterisiert sich durch seine große Verschleißfestigkeit. Aus diesem Grund wird die Verwendung des Diabases als Füllstoff in Kautschukmischungen vorgeschlagen. Die Vorversuche mit dem Ausgangsdiabas verschiedener Fraktionen als Füllstoff in Vulkanisaten zeigen, dass die Füllstoffdispersität

und die Füllstoffnatur einen wesentlichen Einfluss auf die physikalisch-mechanischen Eigenschaften der Kautschukverbindungen hat. Um die Diabasoberfläche zusätzlich zu aktivieren, werden die Diabaspartikel zerkleinert und mit Kohlenstoff modifiziert. Dabei werden zwei Methodiken für die Oberflächenmodifizierung sowohl im Festbett als auch in der Strahlschicht entwickelt und verglichen. Da sich die Diabaspartikel während des Modifizierungsprozesses im Festbett nicht bewegen, kommt es zu einer unregelmäßigen Kohlenstoffschichtbildung. Deshalb wurde zur Intensitätserhöhung und besseren Regelung des Modifizierungsprozesses eine Strahlschichtanlage gebaut.

Zwecks Feststellung der Oberflächenzusammensetzung und der Art und der Menge der auf der Diabasoberfläche gebildeten Gruppen wurden qualitative und physikalisch-chemische Untersuchungen durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen:

- Die Kohlenstoffmenge erhöht sich proportional zur Steigerung der Reaktionsdauer.
- Die chemische Zusammensetzung des Diabases ist sehr von seiner Dispersität abhängig.
- Die auf der Diabasoberfläche gebildeten Kohlenstoffschichten sind sehr dünn. Deshalb lässt sich mit Hilfe von Rasterelektronenmikroskopischen Analysen keine Aussage über Kohlenstoffschichten erzielen.
- Die Ergebnisse der IR-spektroskopischen Analyse weisen nach, dass bei der Modifizierung auf der Diabasoberfläche eine Kohlenstoffschicht gebildet wird, die aus kondensierten Kohlenstoff-Kohlenstoff-Strukturen und aromatischen Fragmenten besteht.

Die untersuchten Ausgangs- und modifizierten Diabasproben werden als Füllstoff in Vulkanisaten eingesetzt. Zwecks Bestimmung des Einflusses der Oberflächeneigenschaften der Ausgangs- und behandelten Proben auf die technischen und technologischen Eigenschaften der Verbindungswerkstoffe wurden diabashaltige Vulkanisate vorbereitet und deren physikalisch-mechanische Eigenschaften getestet. Die Versuchsergebnisse beweisen die Eignung von Diabas als niederaktiven Füllstoff für Kautschukmischungen. Die zusätzliche Aktivierung des Diabases durch die Dispergierung und Oberflächenmodifizierung mit Kohlenstoff führt zu der Vergrößerung der Adsorptionsaktivstellen des Feststoffs.

5 Anhang

5.1 Versuchsanhang zur Fluidodynamik der Strahlschicht

5.1.1 Apparatedruckverlust

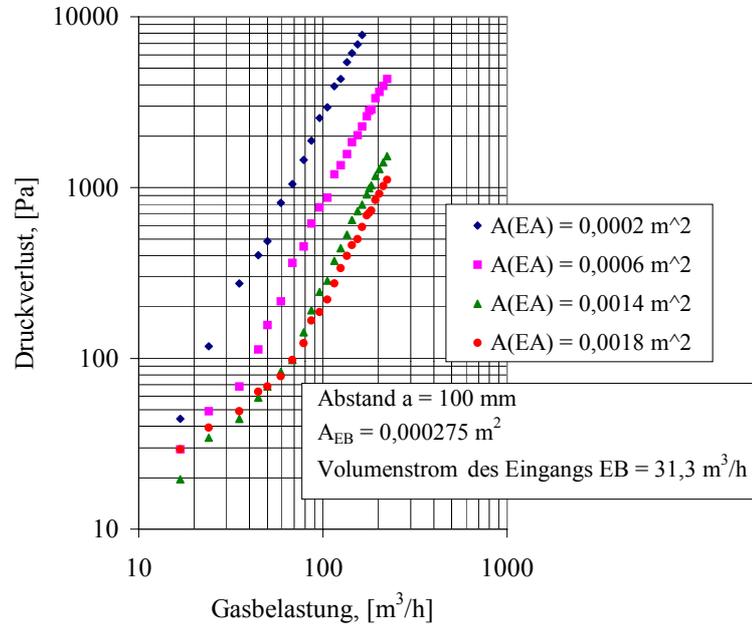


Bild 5.1: Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasbelastung beim Abstand $a = 100 \text{ mm}$.

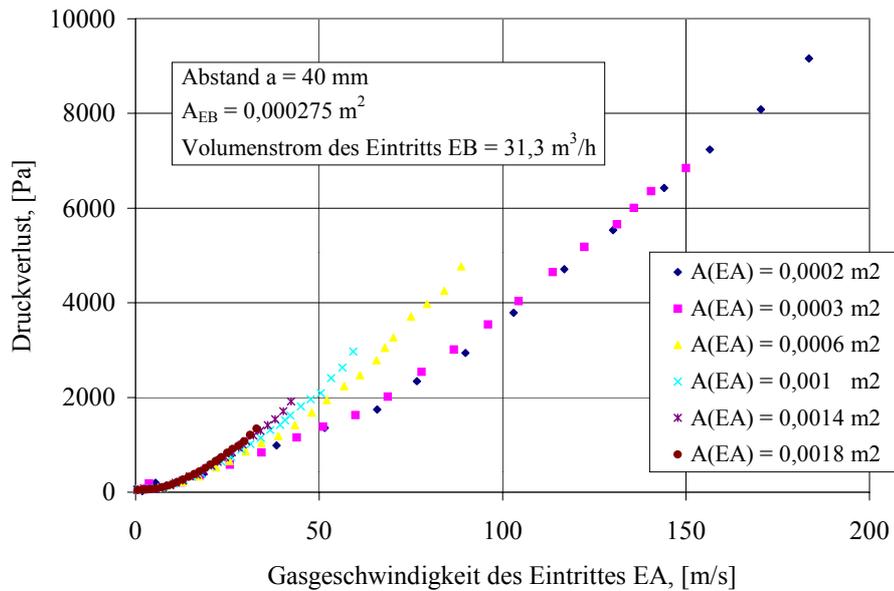


Bild 5.2: Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40 \text{ mm}$.

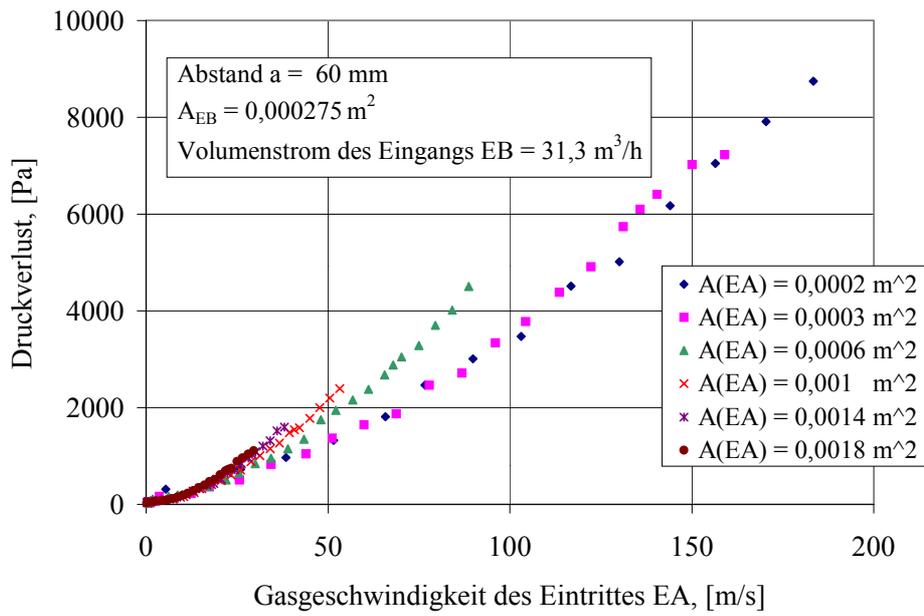


Bild 5.3: Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 60$ mm.

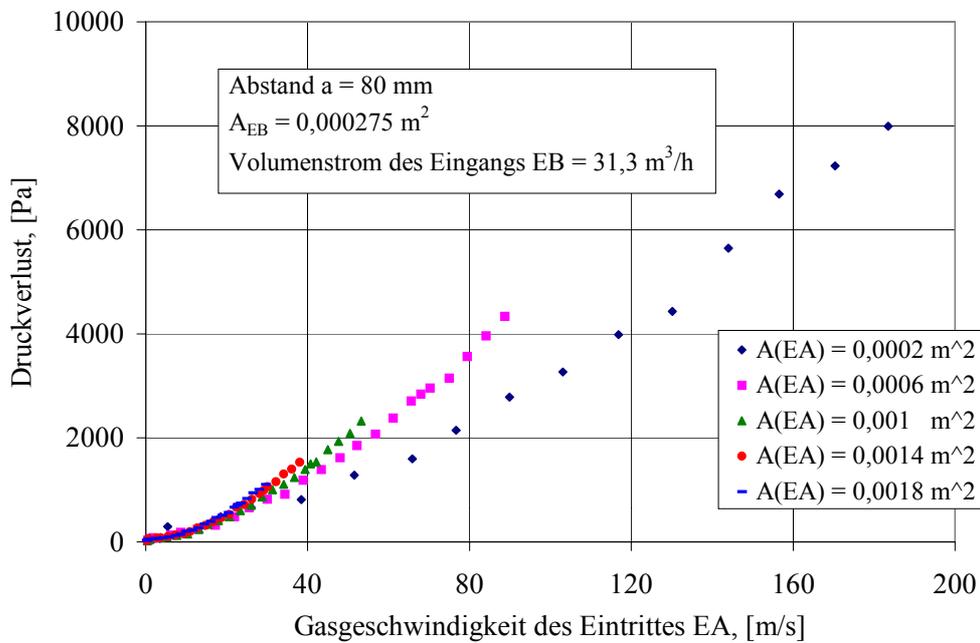


Bild 5.4: Abhängigkeit des Druckverlustes von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 80$ mm.

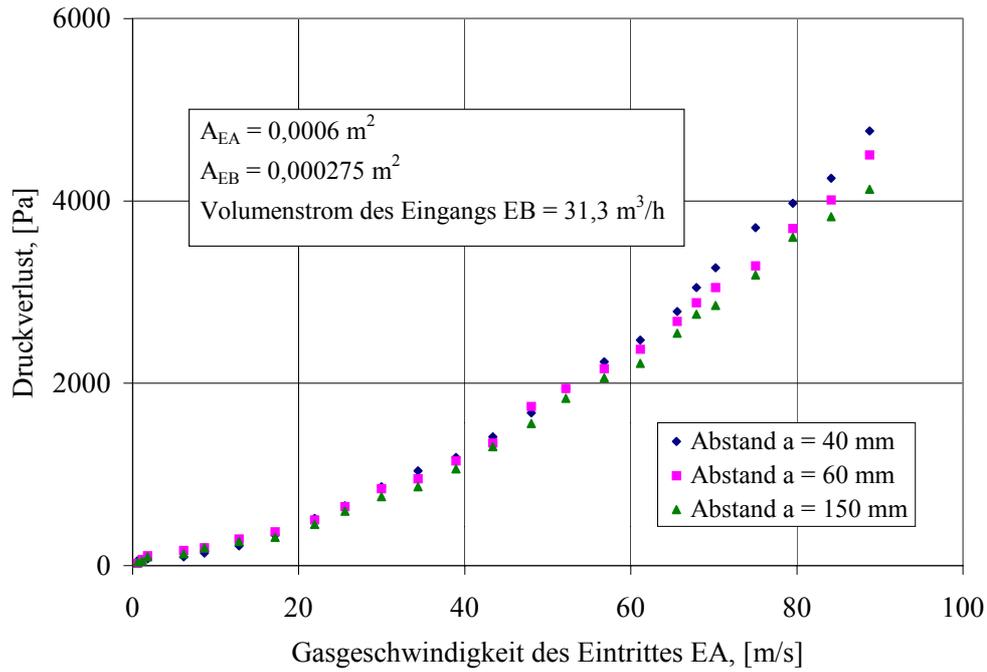


Bild 5.5: Graphische Darstellung der Abhängigkeit Apparatedruckverlust-Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA bei $A_{EA} = 0,0006 \text{ m}^2$.

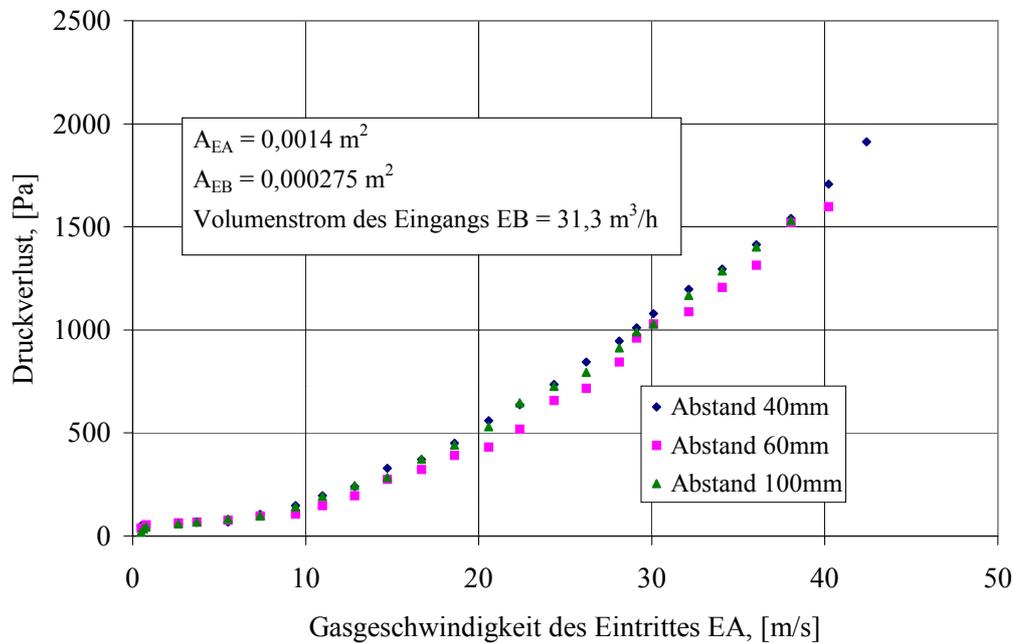


Bild 5.6: Graphische Darstellung der Abhängigkeit Apparatedruckverlust-Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA bei $A_{EA} = 0,0014 \text{ m}^2$.

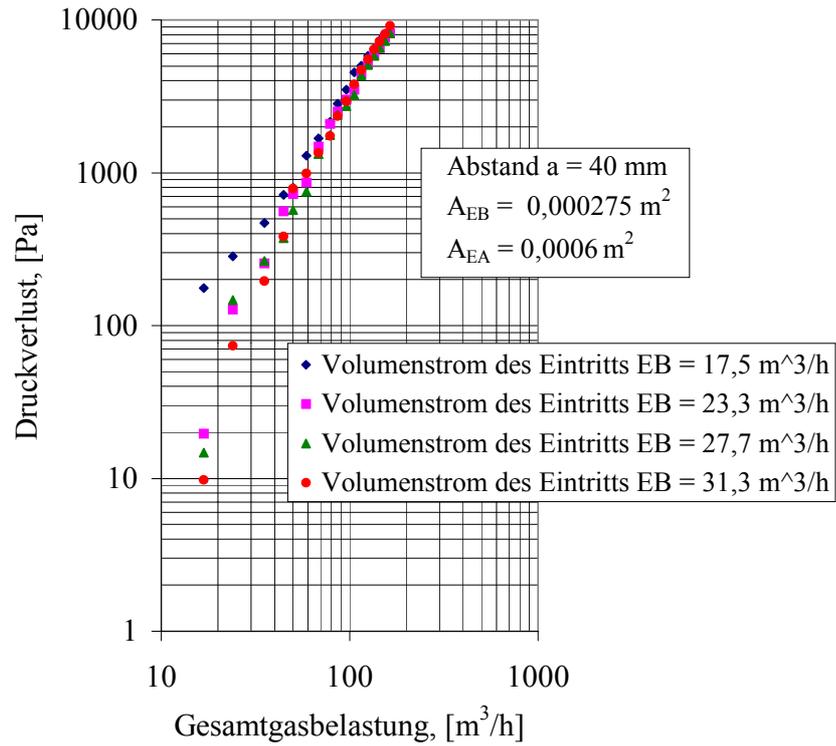


Bild 5.7: Druckverlust in Abhängigkeit von der Gasbelastung beim Abstand $a = 40 \text{ mm}$ und unterschiedlichen Volumenströmen des Eintritts EB.

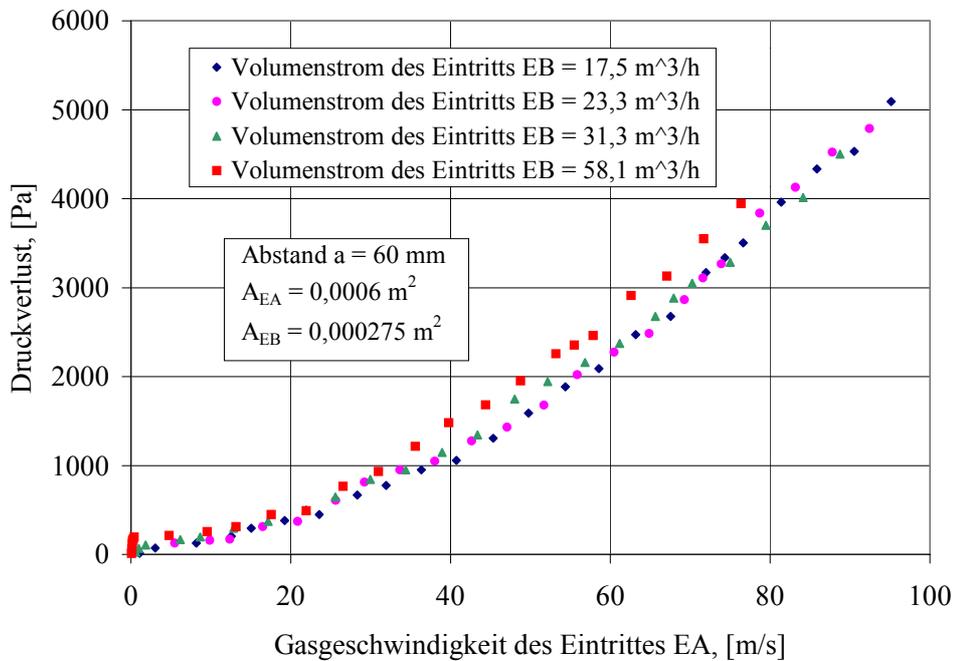


Bild 5.8: Druckverlust in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit am Eintritt EA beim Abstand $a = 60 \text{ mm}$ und unterschiedlichen Volumenströmen des Eintritts EB.

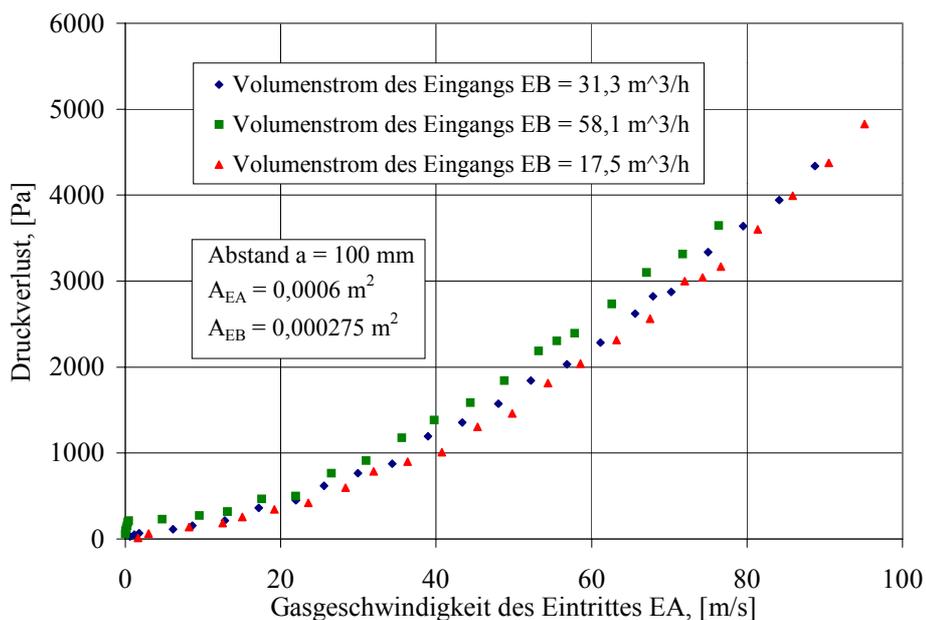


Bild 5.9: Druckverlust in Abhängigkeit von der Gaseschwindigkeit am Eintritt EA beim Abstand $a = 100$ mm, $A_{EA} = 0,0006$ m² und unterschiedlichen Volumenströmen des Eintritts EB.

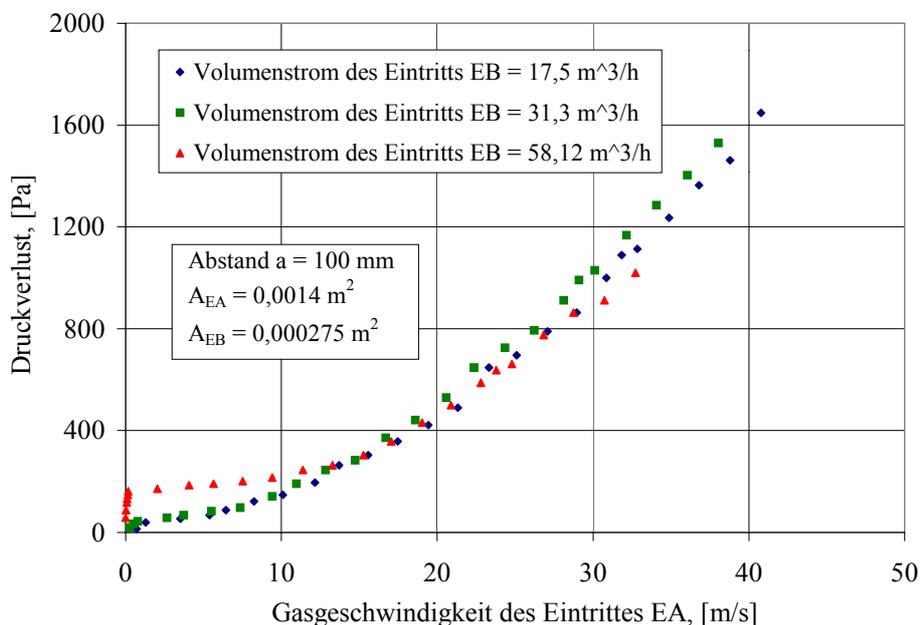


Bild 5.10: Druckverlust in Abhängigkeit von der Gaseschwindigkeit am Eintritt EA beim Abstand $a = 100$ mm, $A_{EA} = 0,0014$ m² und unterschiedlichen Volumenströmen des Eintritts EB.

5.1.2 Schichtdruckverlust

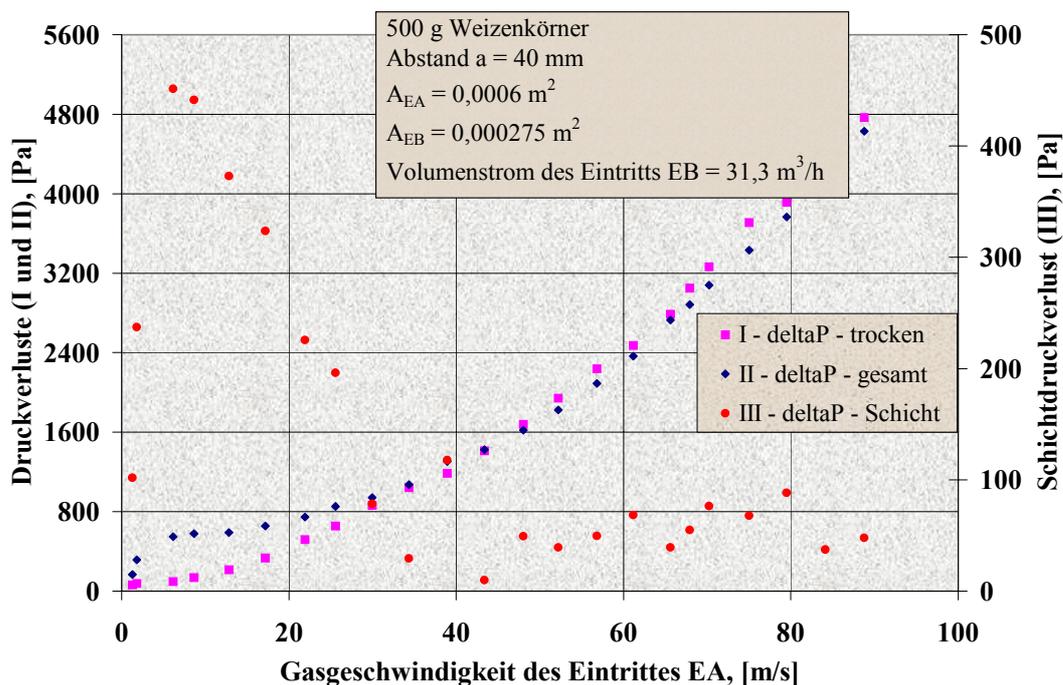


Bild 5.11: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, 500 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,0006$ m².

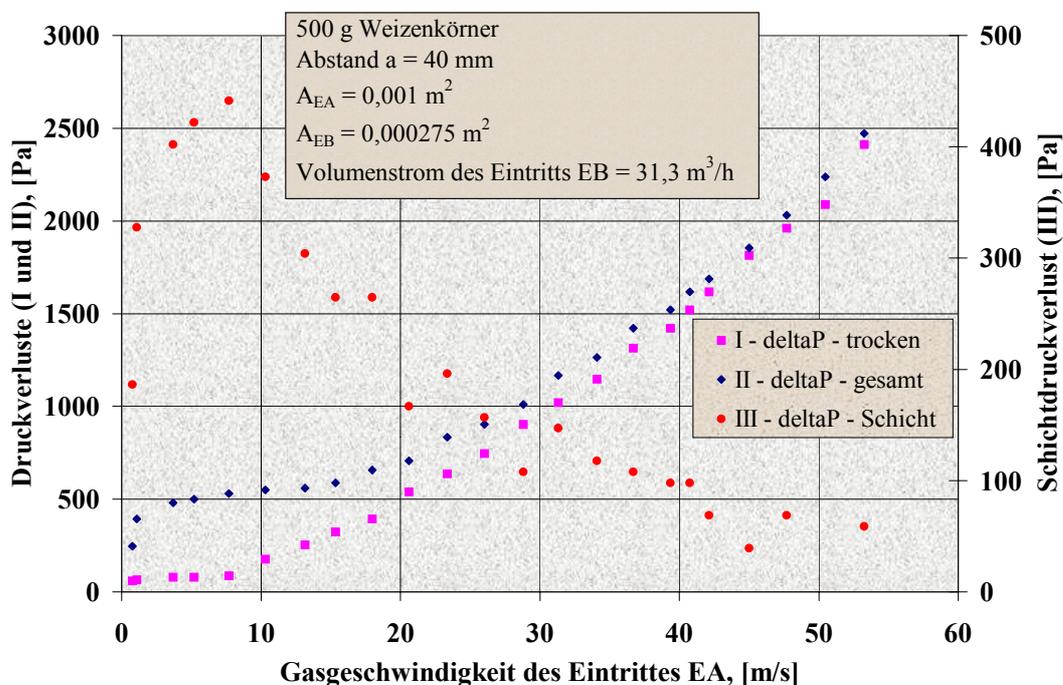


Bild 5.12: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, 500 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,001$ m².

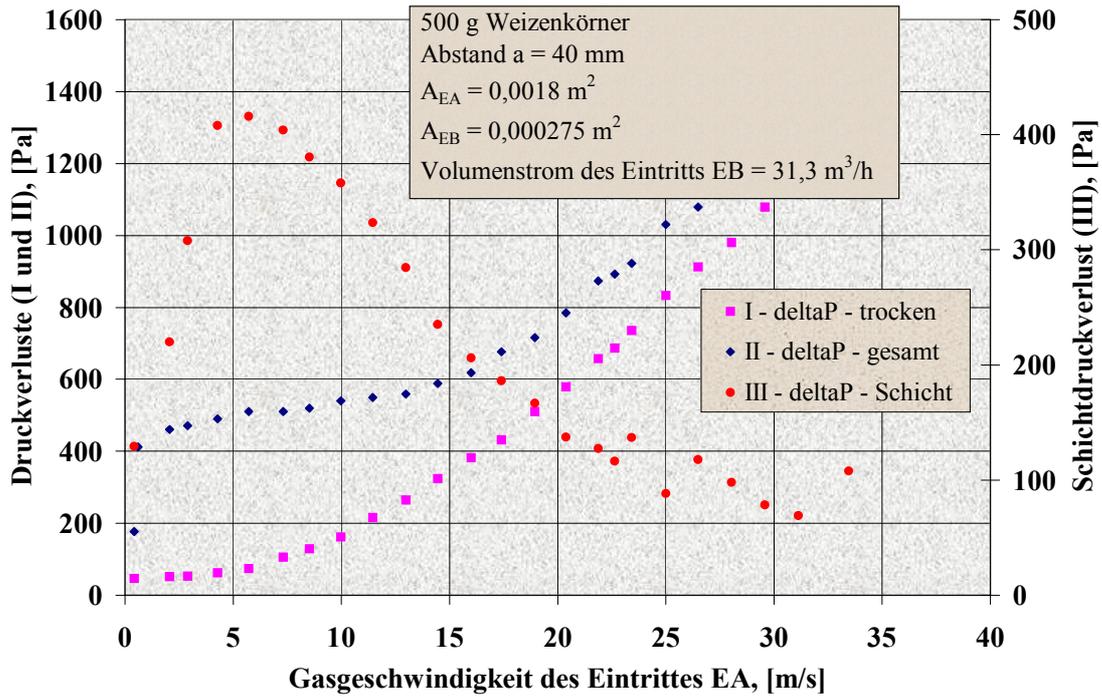


Bild 5.13: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40$ mm, 500 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,0018$ m².

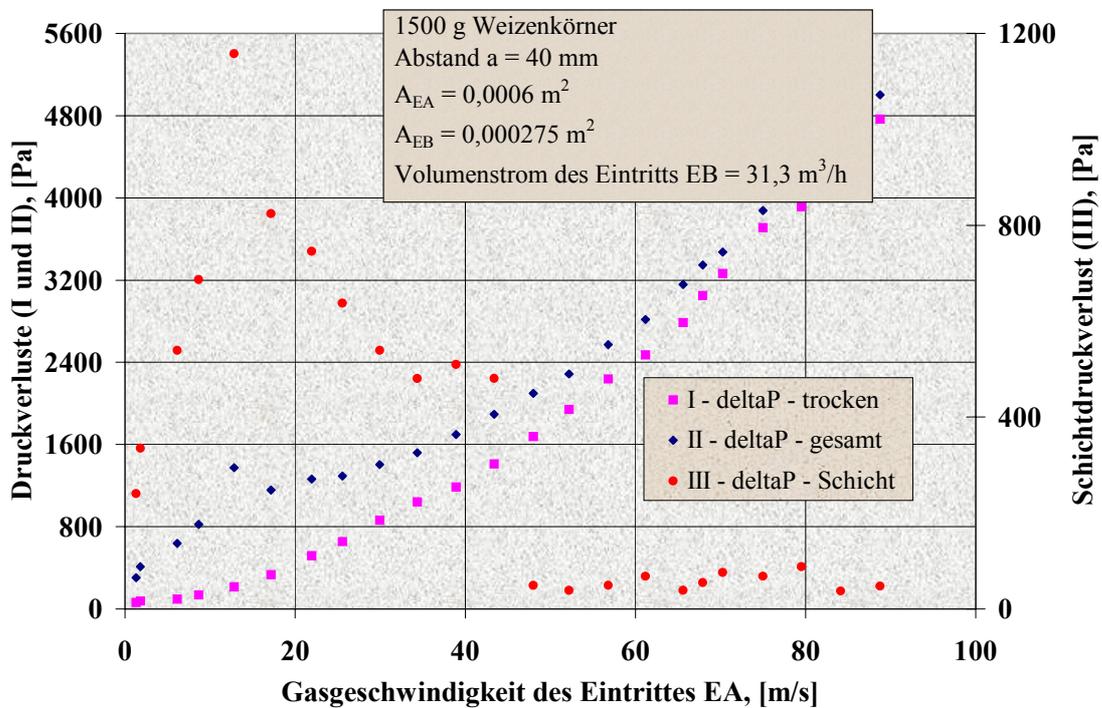


Bild 5.14: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40$ mm, 1500 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,0006$ m².

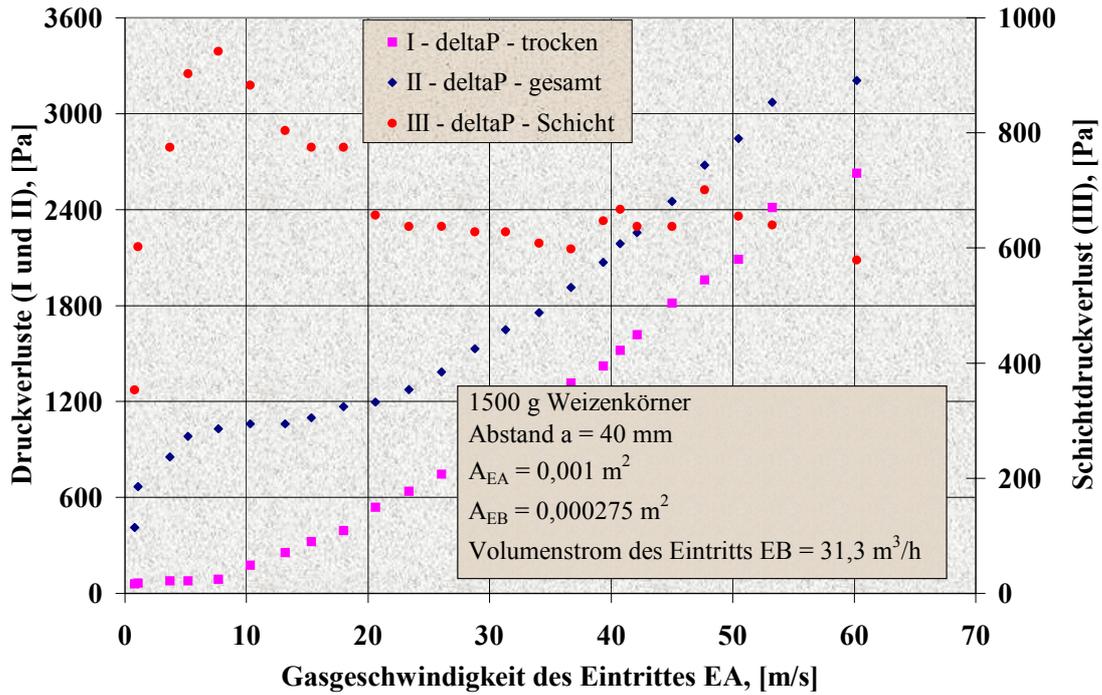


Bild 5.15: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40$ mm, 1500 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,001$ m².

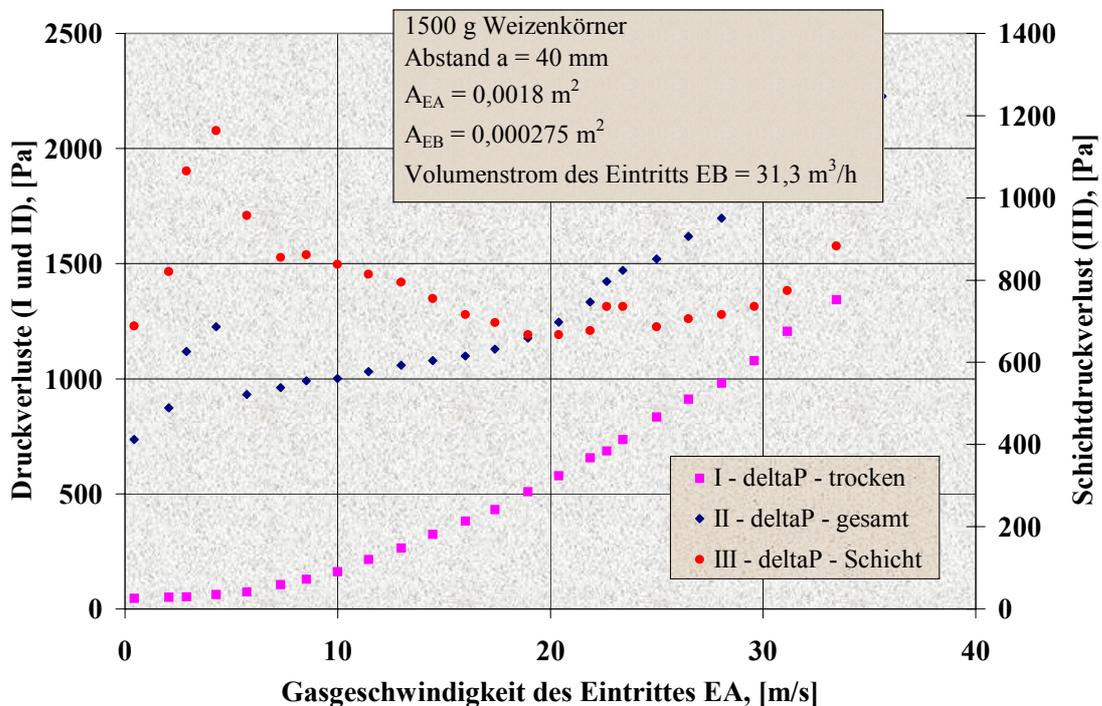


Bild 5.16: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40$ mm, 1500 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,0018$ m².

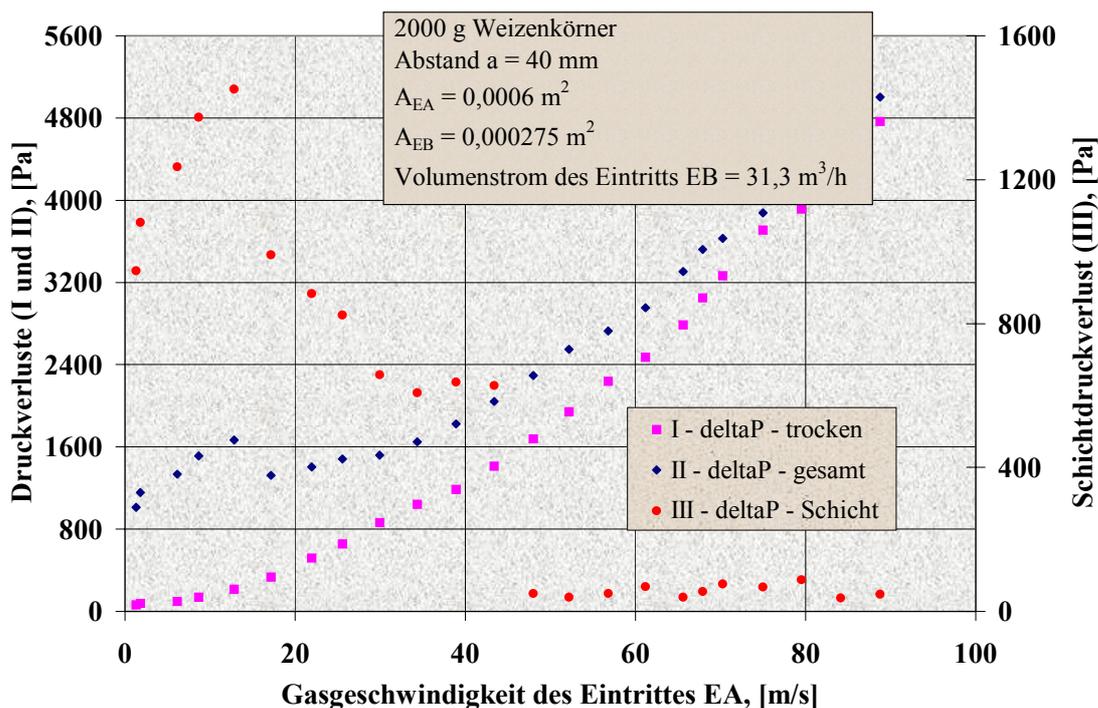


Bild 5.17: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, 2000 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,0006$ m².

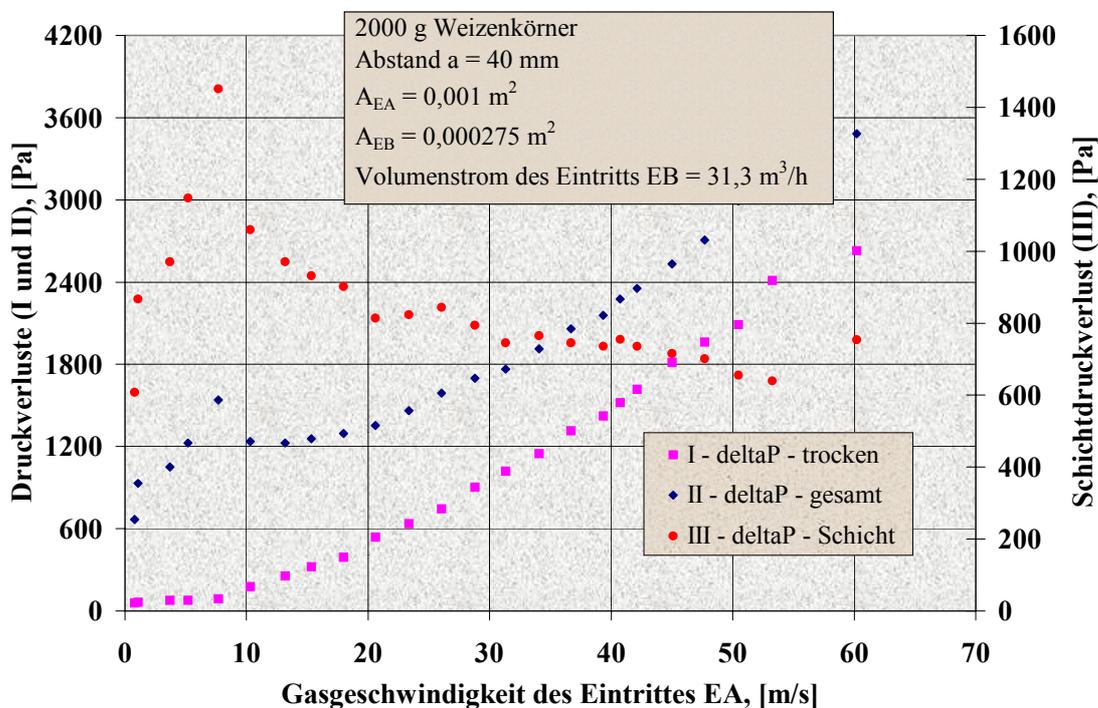


Bild 5.18: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, 2000 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,001$ m².

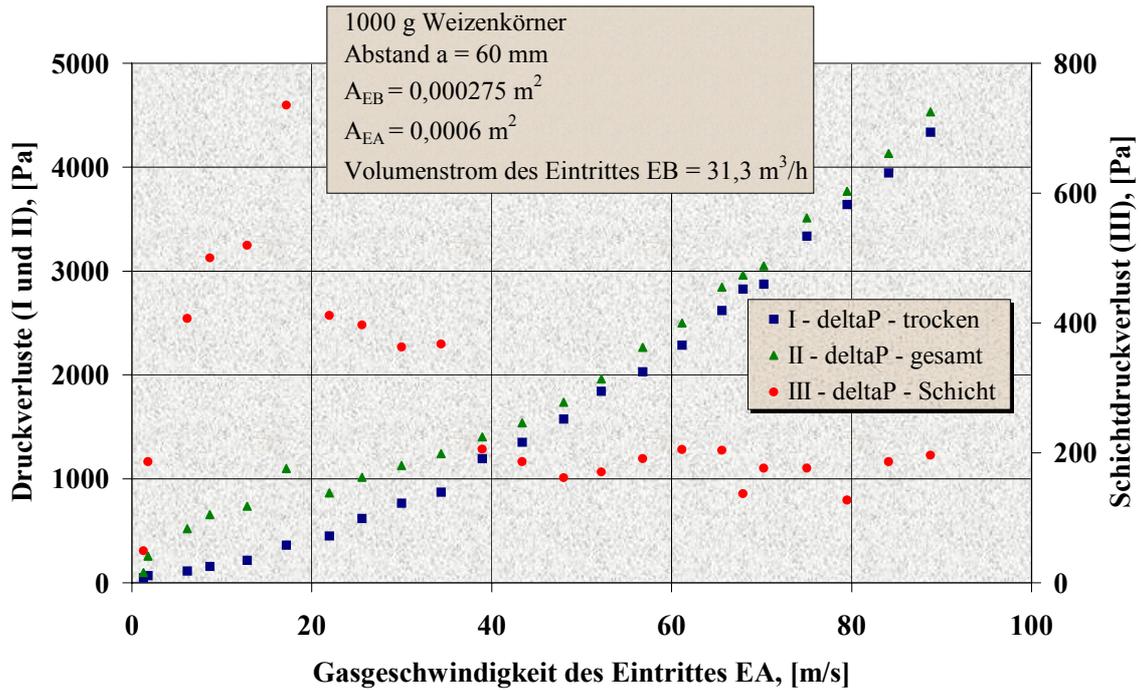


Bild 5.19: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 60$ mm, 1000 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,0006$ m².

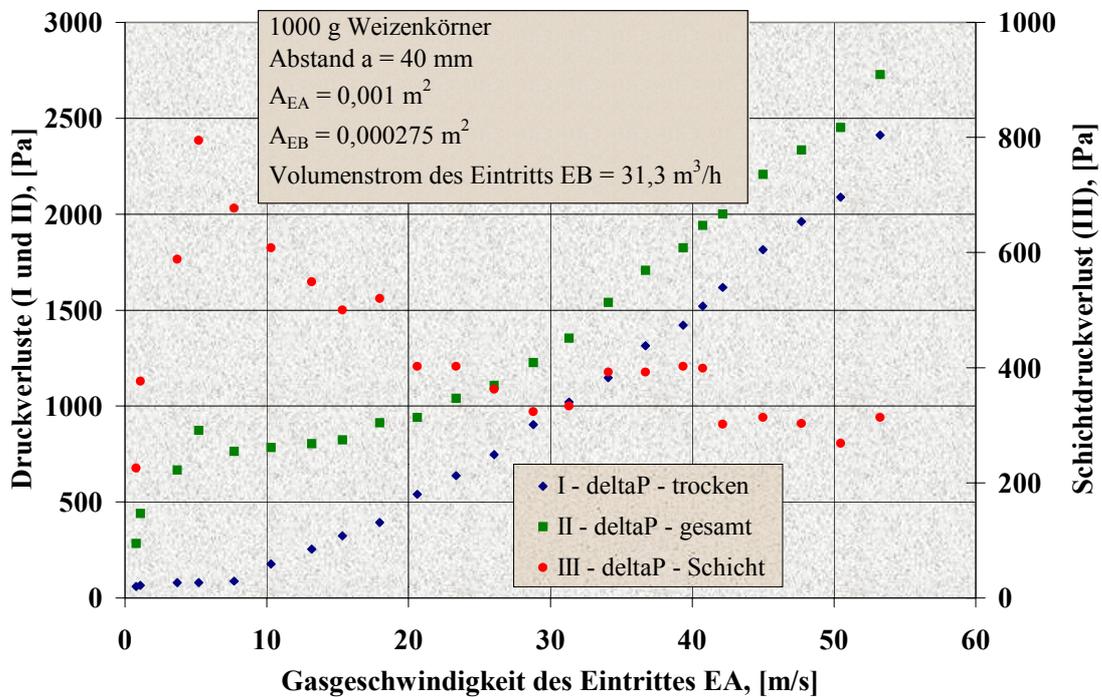


Bild 5.20: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40$ mm, 1000 g Weizenkörner und $A_{EA} = 0,001$ m².

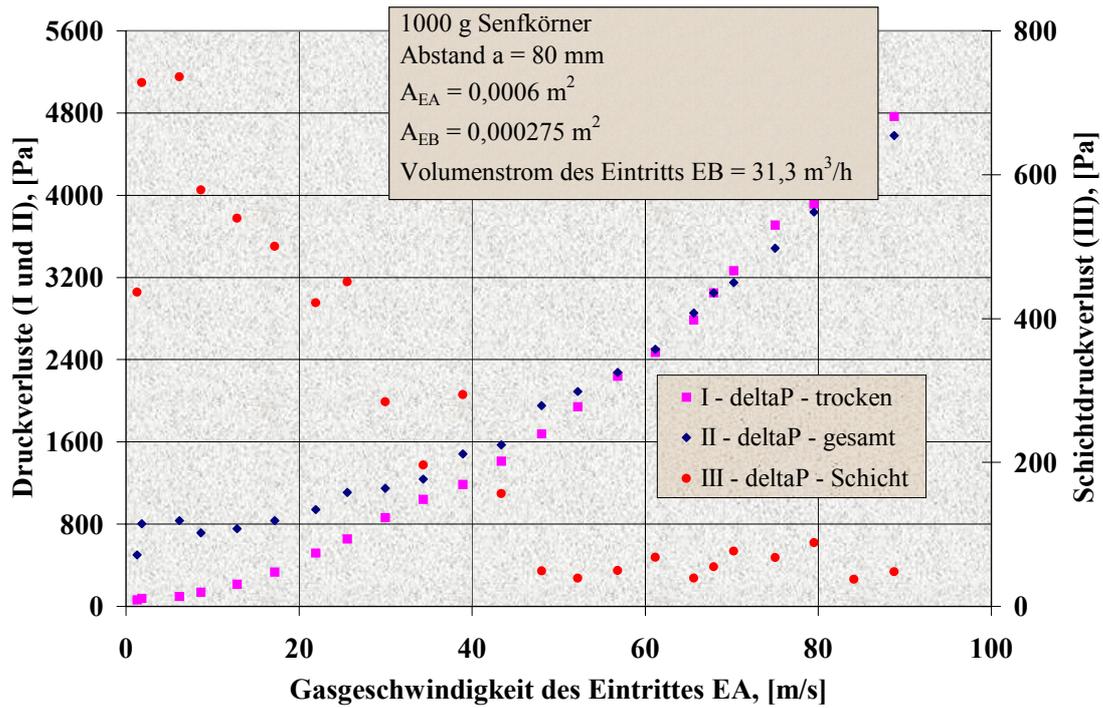


Bild 5.21: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 80$ mm, 1000 g Senfkörner und $A_{EA} = 0,0006$ m².

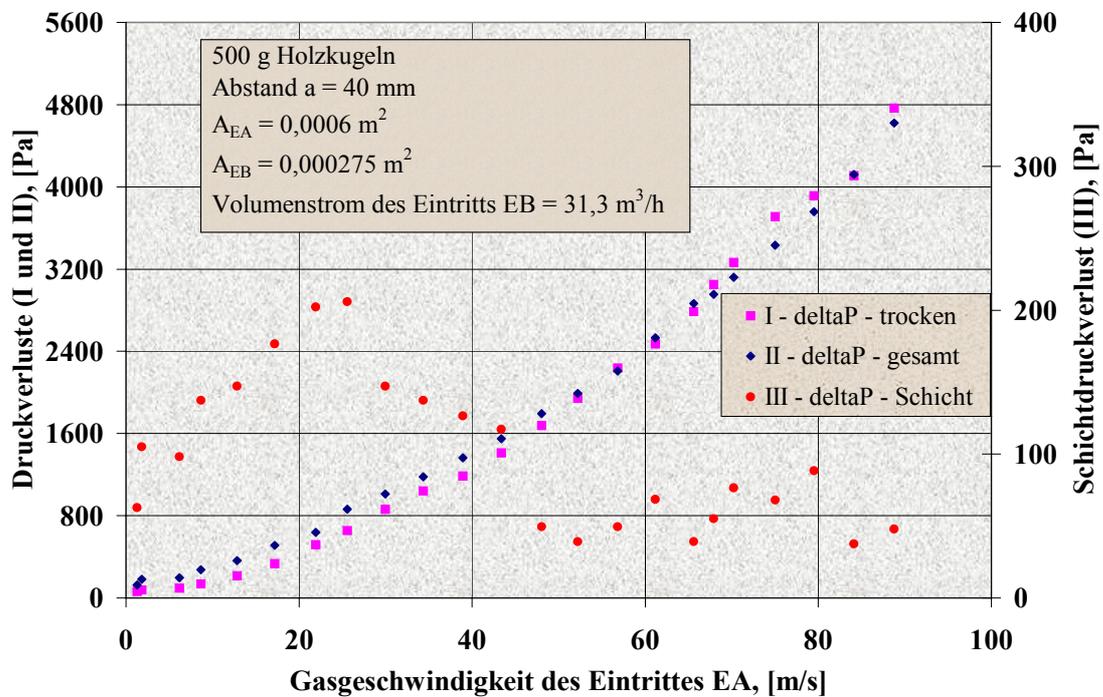


Bild 5.22: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, 500 g Holzkugeln und $A_{EA} = 0,0006$ m².

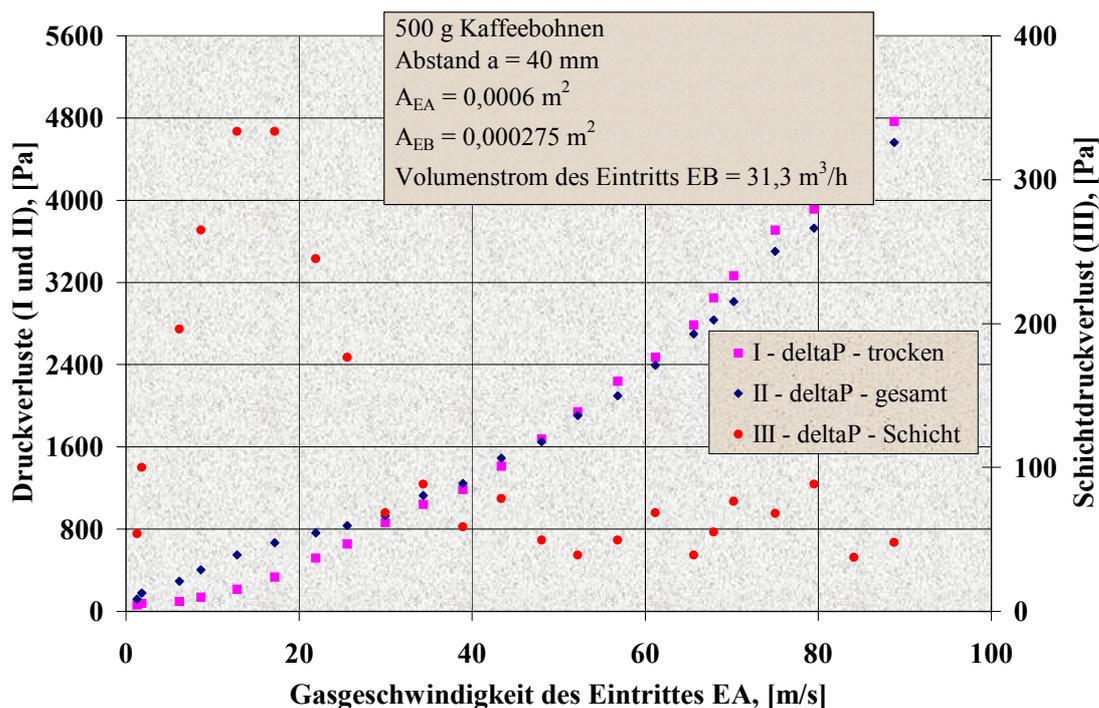


Bild 5.23: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, 500 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,0006$ m².

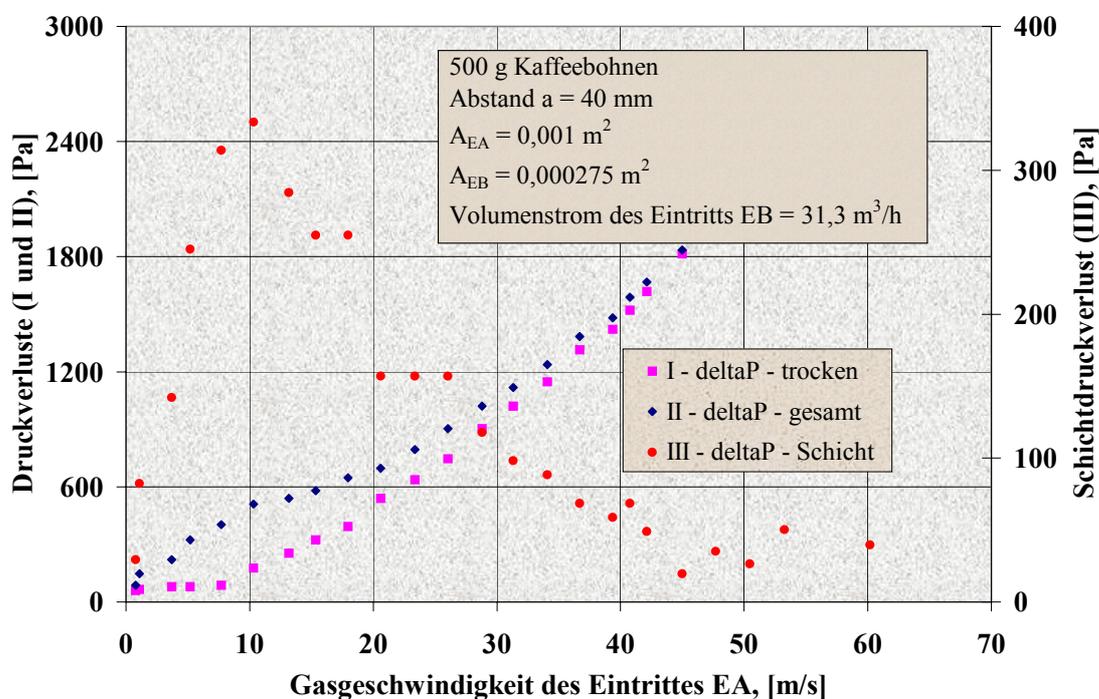


Bild 5.24: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, 500 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,001$ m².

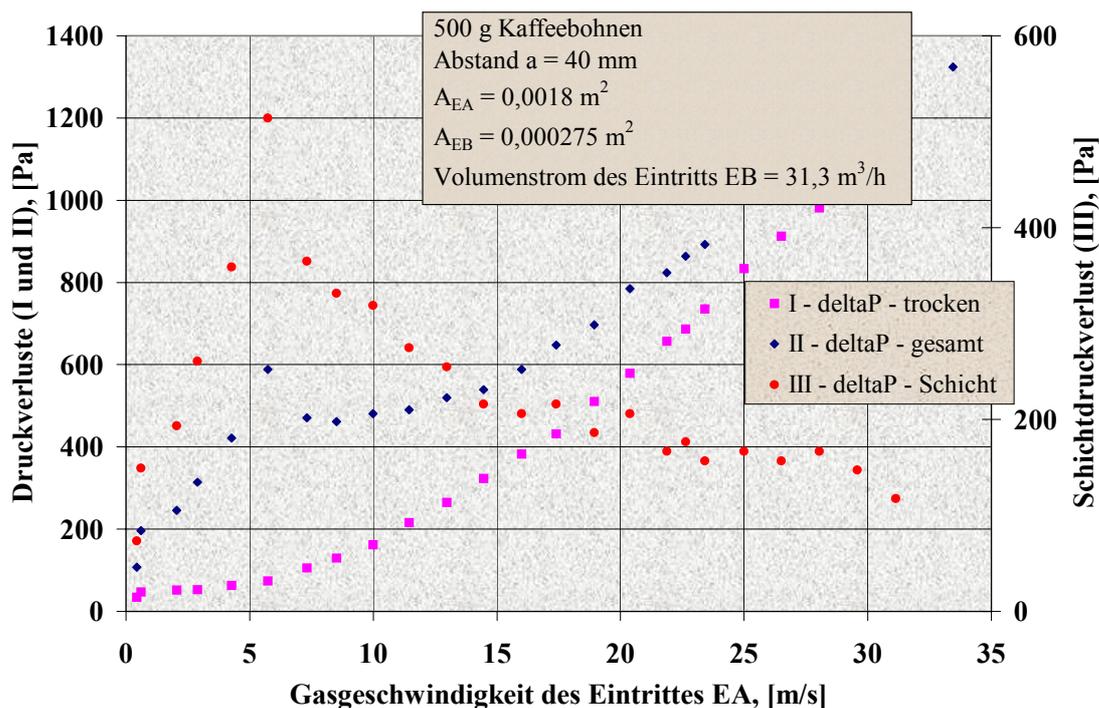


Bild 5.25: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40 \text{ mm}$, 500 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,0018 \text{ m}^2$.

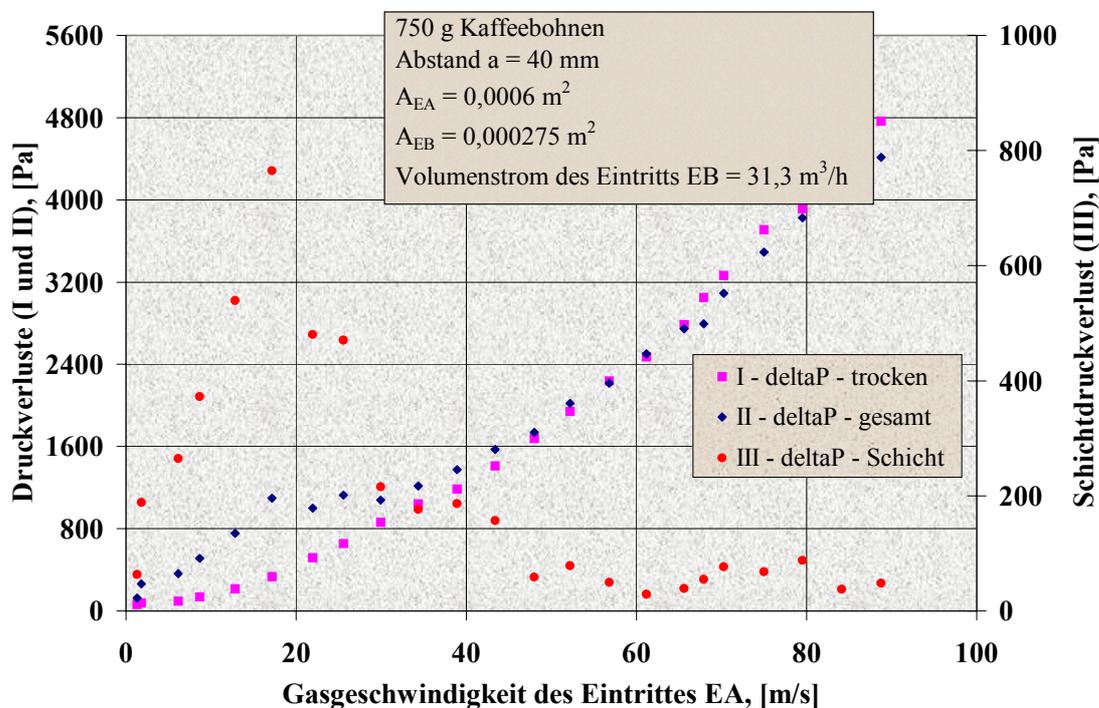


Bild 5.26: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40 \text{ mm}$, 750 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,0006 \text{ m}^2$.

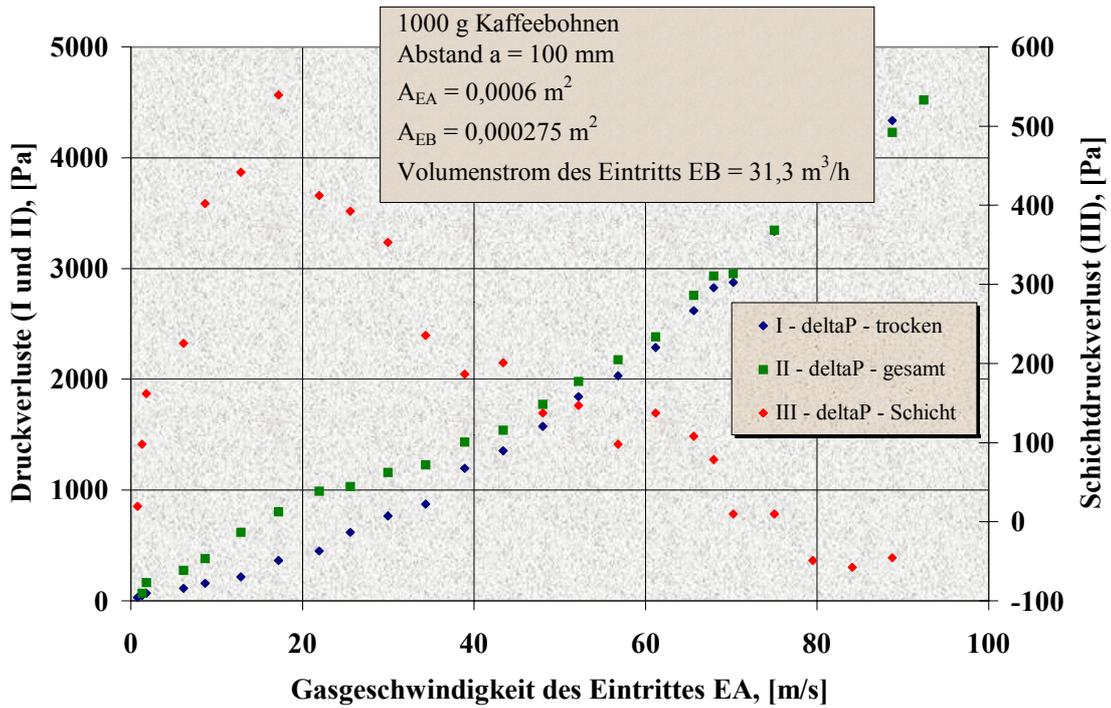


Bild 5.27: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 100 \text{ mm}$, 1000 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,0006 \text{ m}^2$.

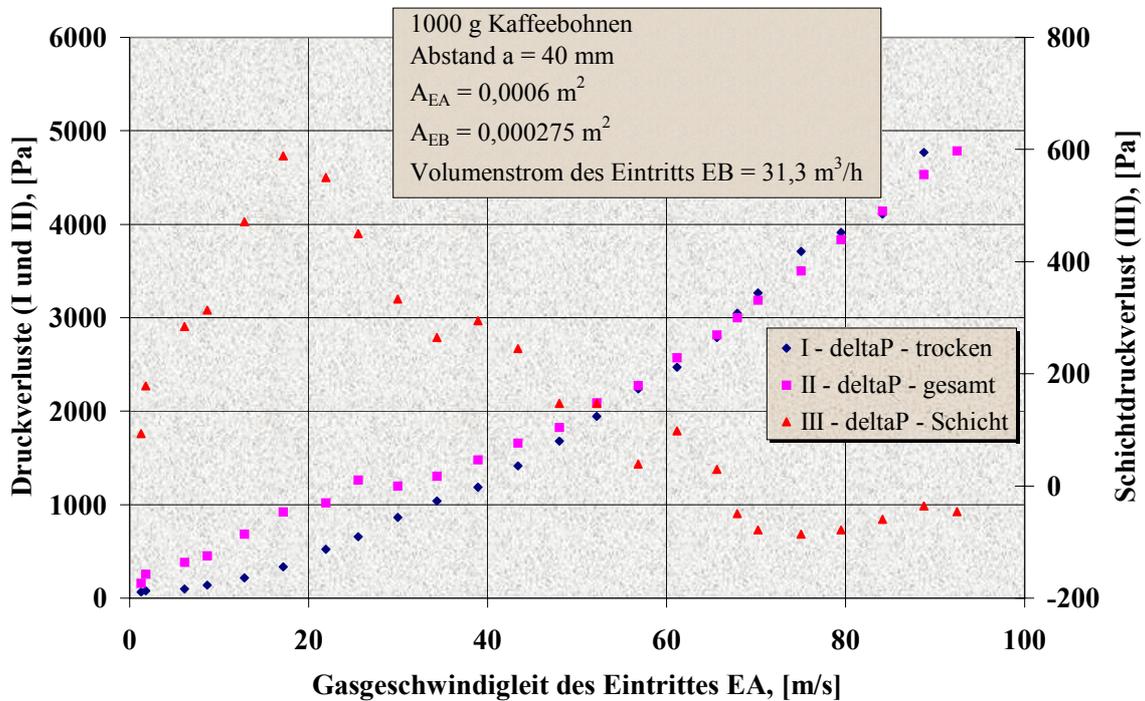


Bild 5.28: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40 \text{ mm}$, 1000 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,0006 \text{ m}^2$.

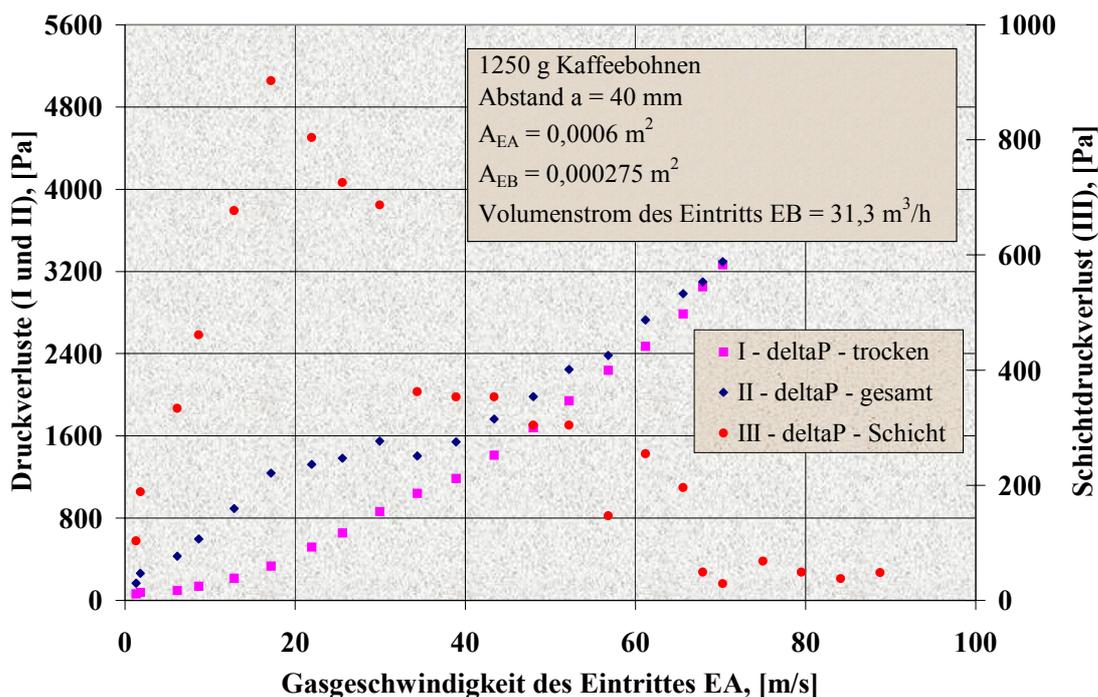


Bild 5.29: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40$ mm, 1250 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,0006$ m².

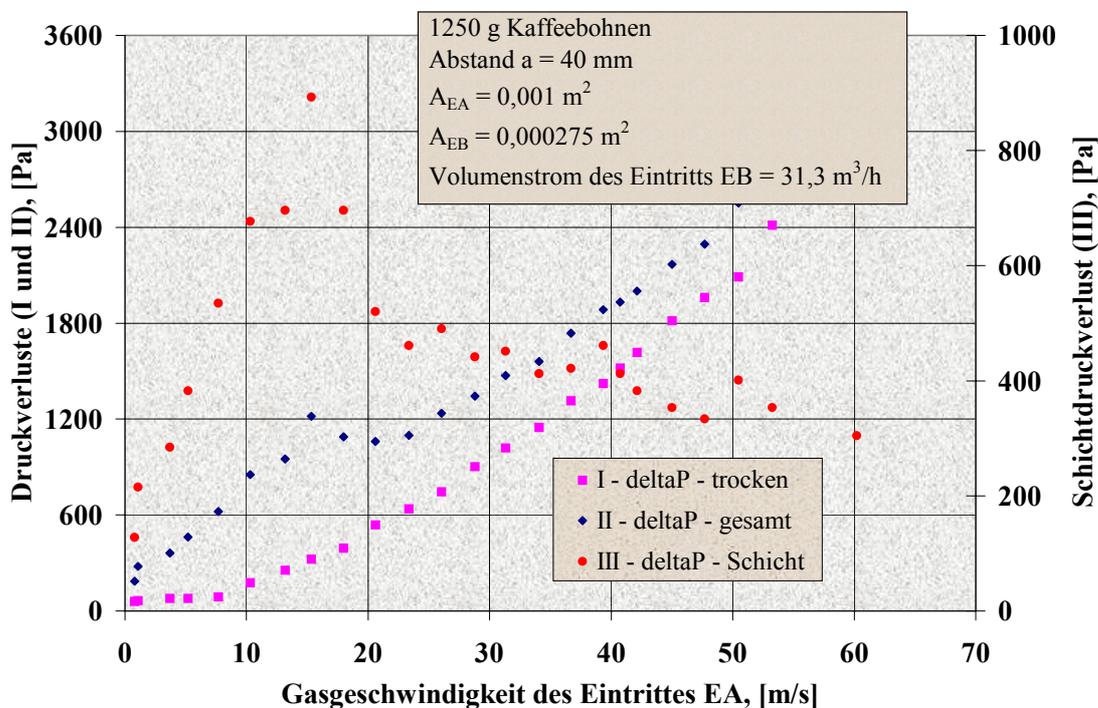


Bild 5.30: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintrittes EA beim Abstand $a = 40$ mm, 1250 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,001$ m².

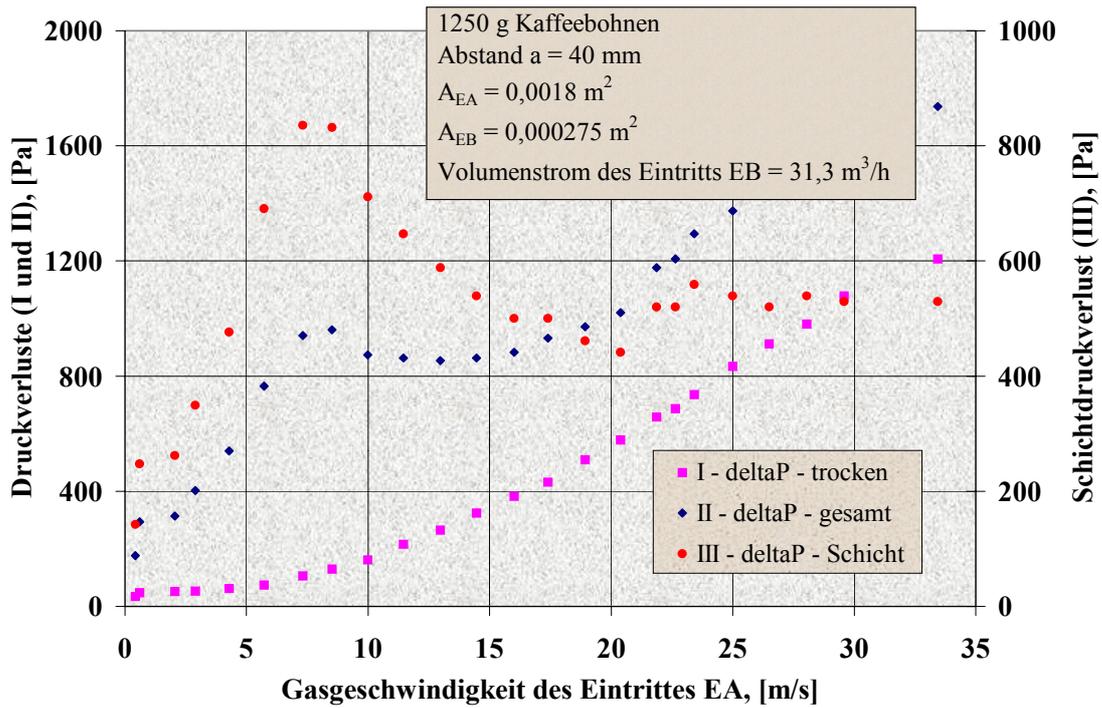


Bild 5.31: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, 1250 g Kaffeebohnen und $A_{EA} = 0,0018$ m².

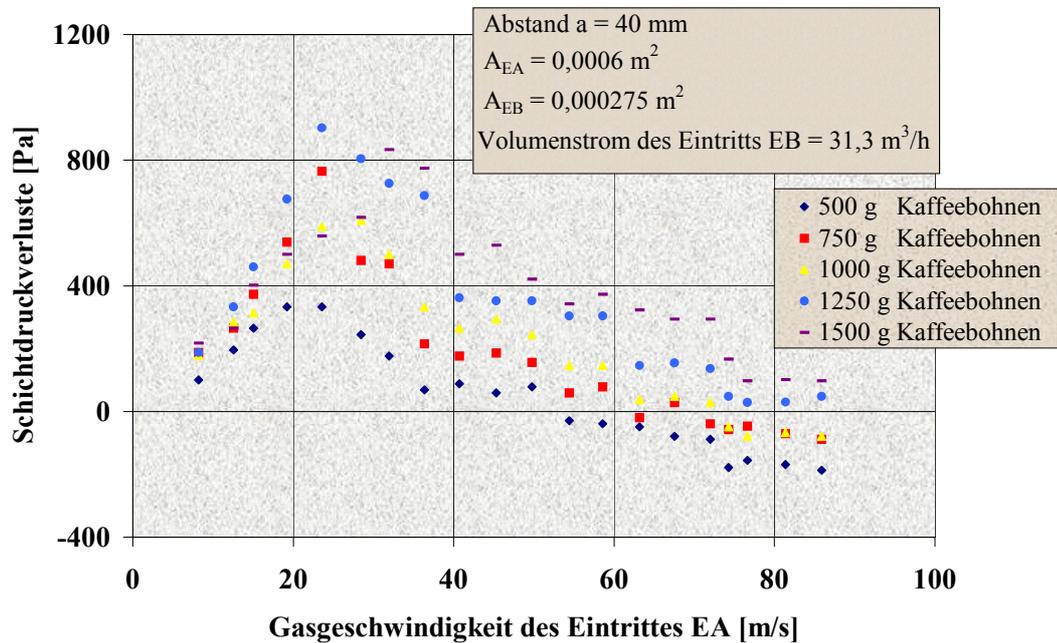


Bild 5.32: Druckverluste in Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit des Eintritts EA beim Abstand $a = 40$ mm, $A_{EA} = 0,0006$ m² und verschiedenen Schichtmassen Kaffeebohnen.

5.1.3 Zeitverläufe der Gasschwingungen

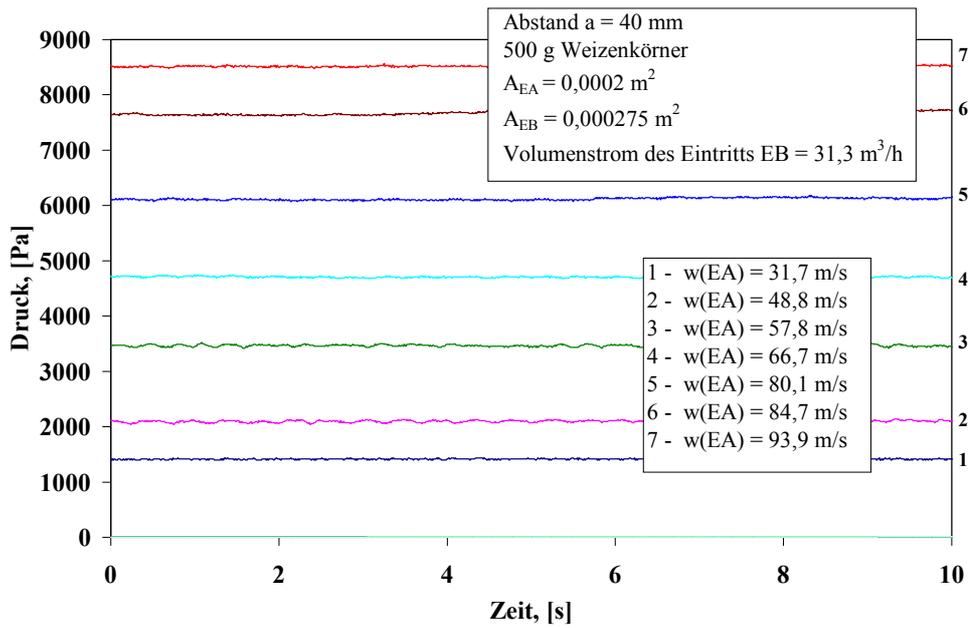


Bild 5.33: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0002$ m² und 500 g Weizenkörner.

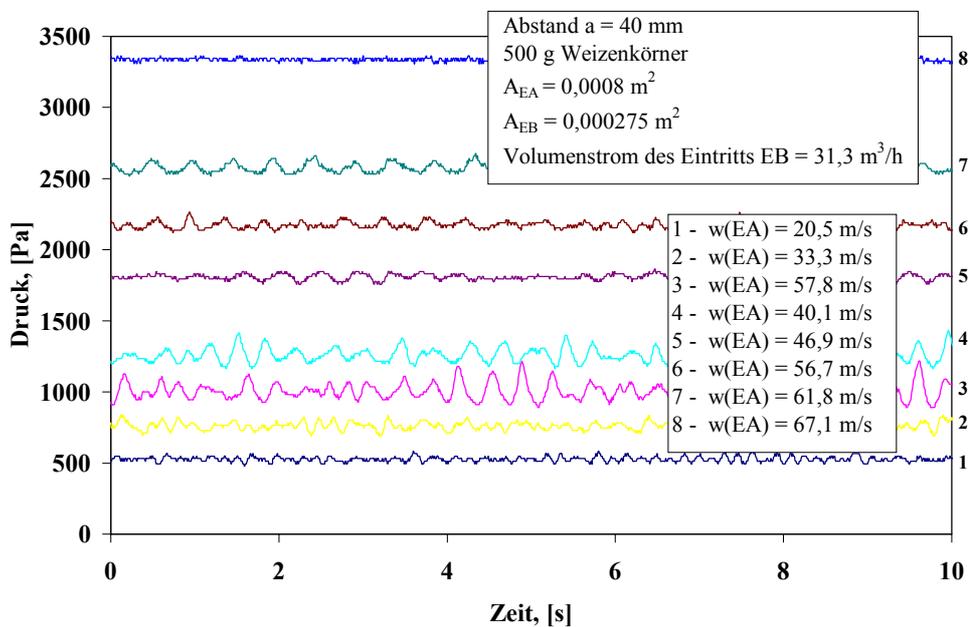


Bild 5.34: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0008$ m² und 500 g Weizenkörner.

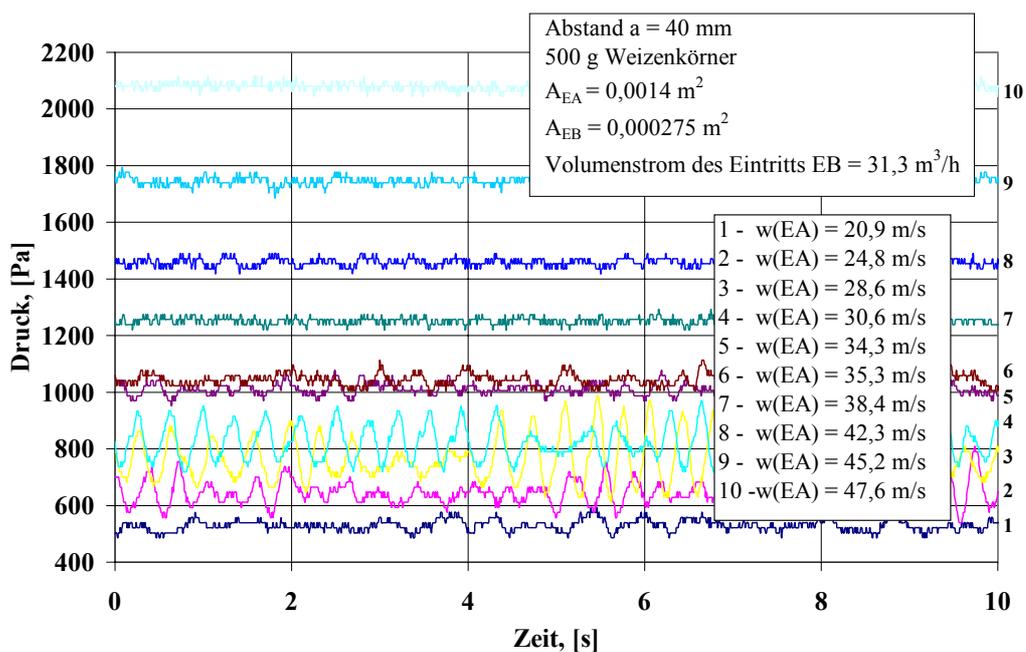


Bild 5.35: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0014$ m² und 500 g Weizenkörner.

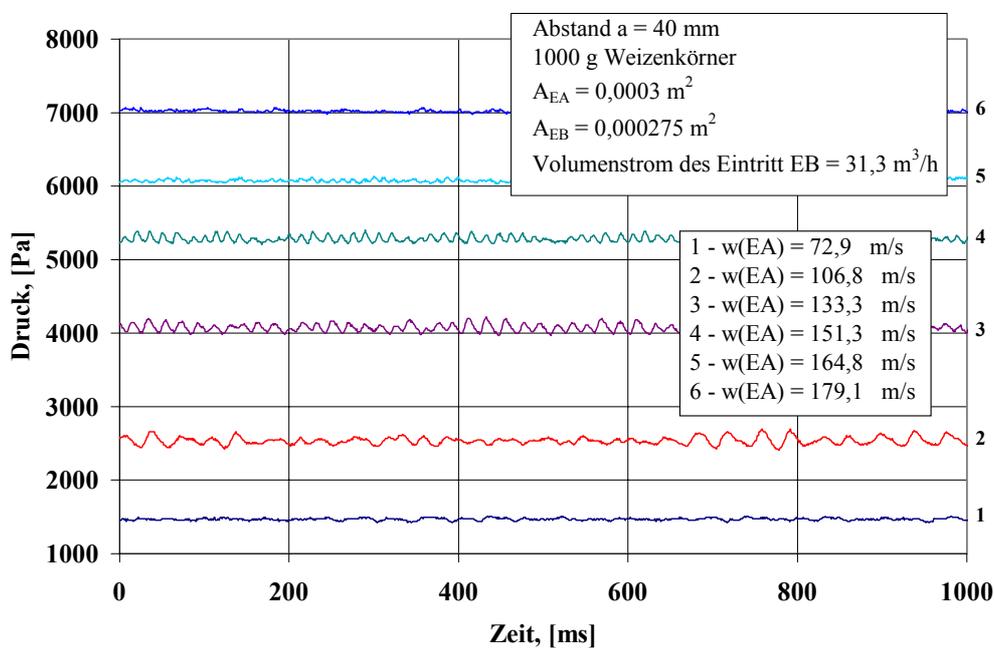


Bild 5.36: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0003$ m² und 1000 g Weizenkörner.

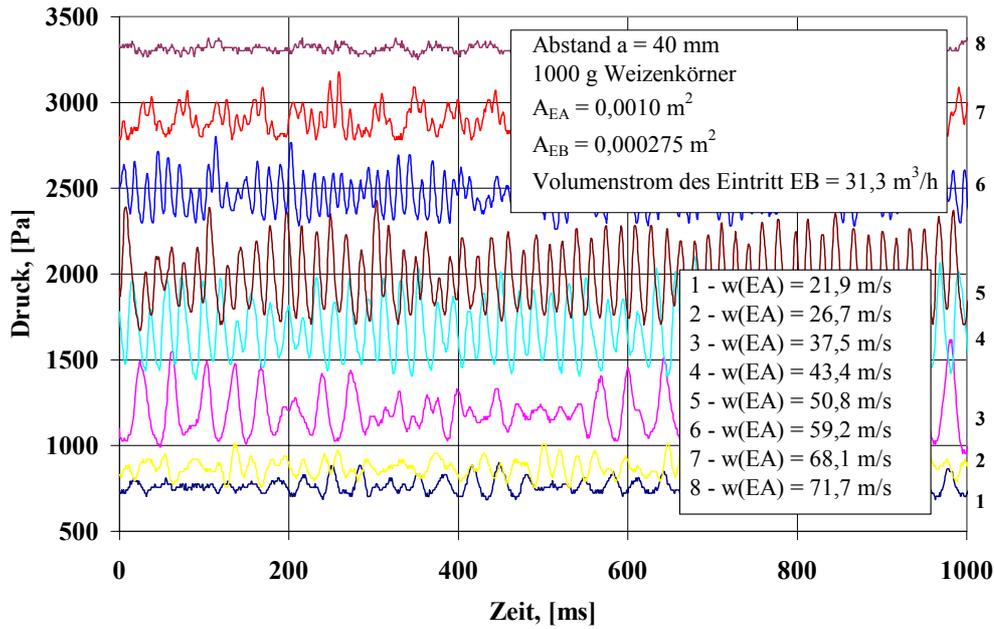


Bild 5.37: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,001$ m² und 1000 g Weizenkörner.

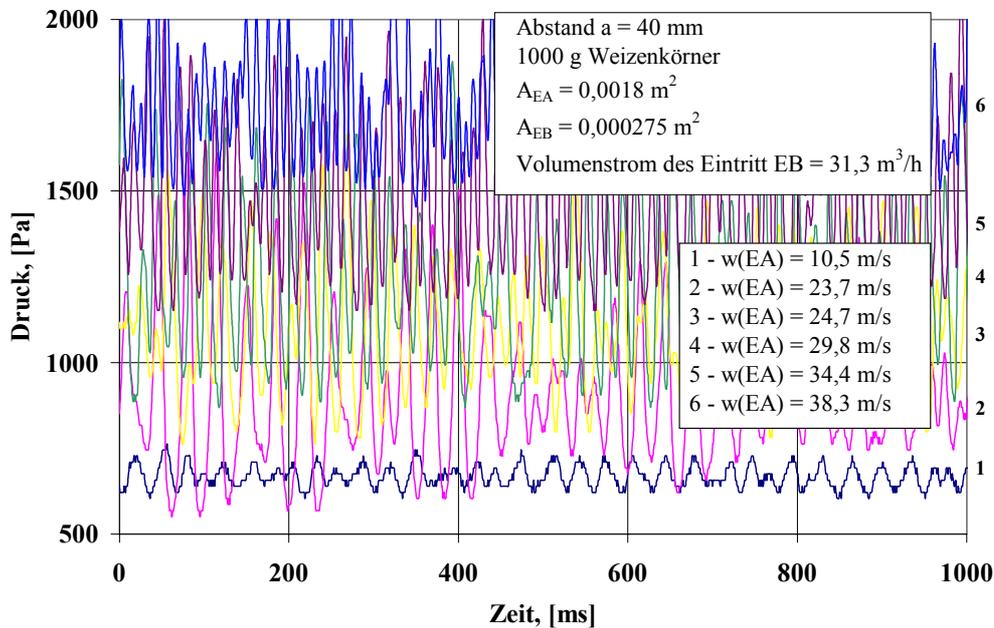


Bild 5.38: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0018$ m² und 1000 g Weizenkörner.

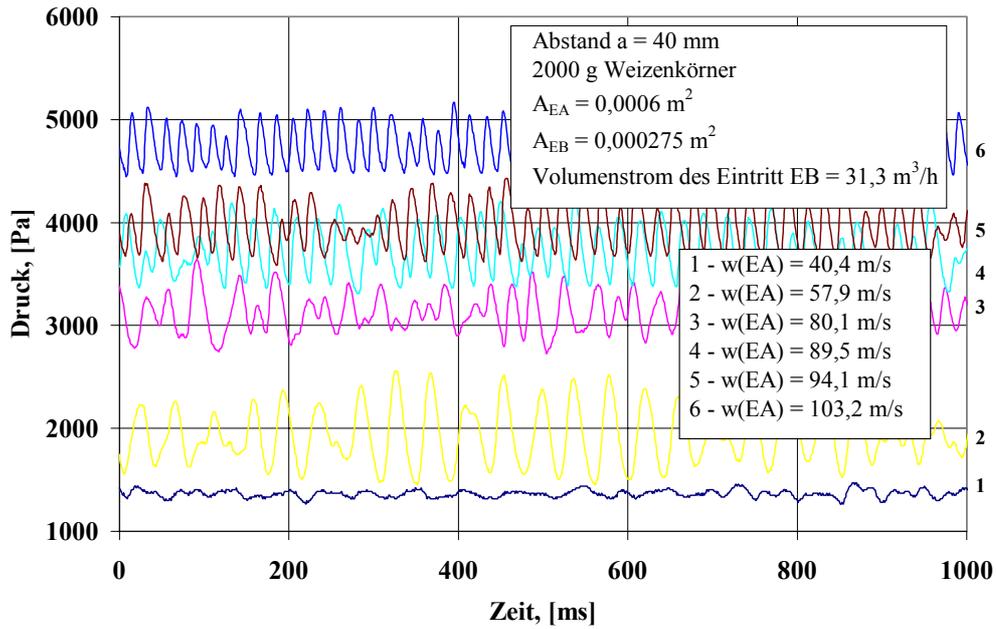


Bild 5.39: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40 \text{ mm}$, $\dot{V} = 31,3 \text{ m}^3/\text{h}$, $A_{EA} = 0,0006 \text{ m}^2$ und 2000 g Weizenkörner.

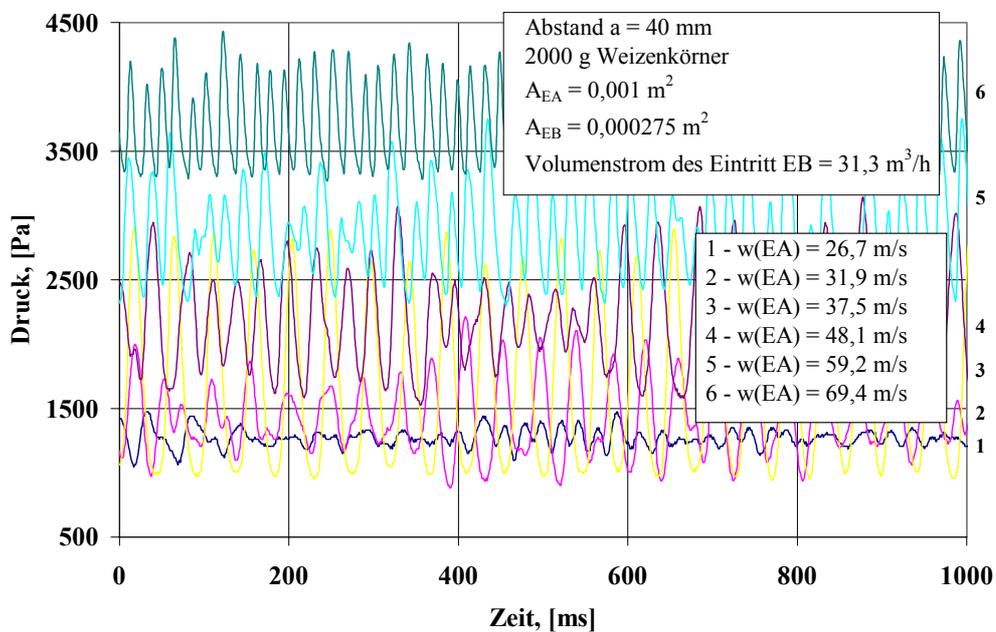


Bild 5.40: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40 \text{ mm}$, $\dot{V} = 31,3 \text{ m}^3/\text{h}$, $A_{EA} = 0,001 \text{ m}^2$ und 2000 g Weizenkörner.

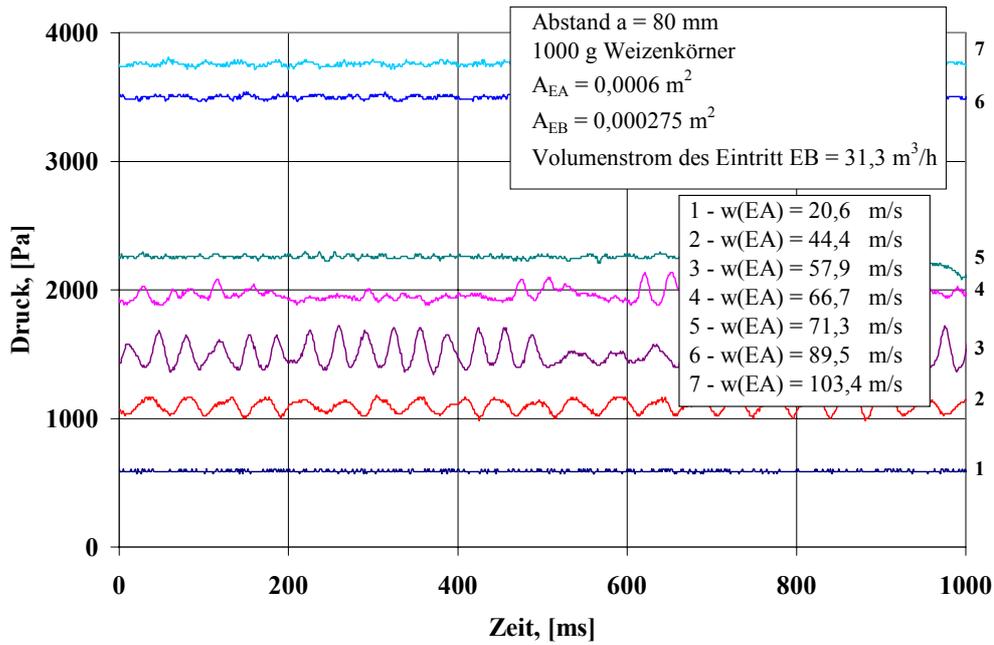


Bild 5.41: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 80$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0006$ m² und 1000 g Weizenkörner.

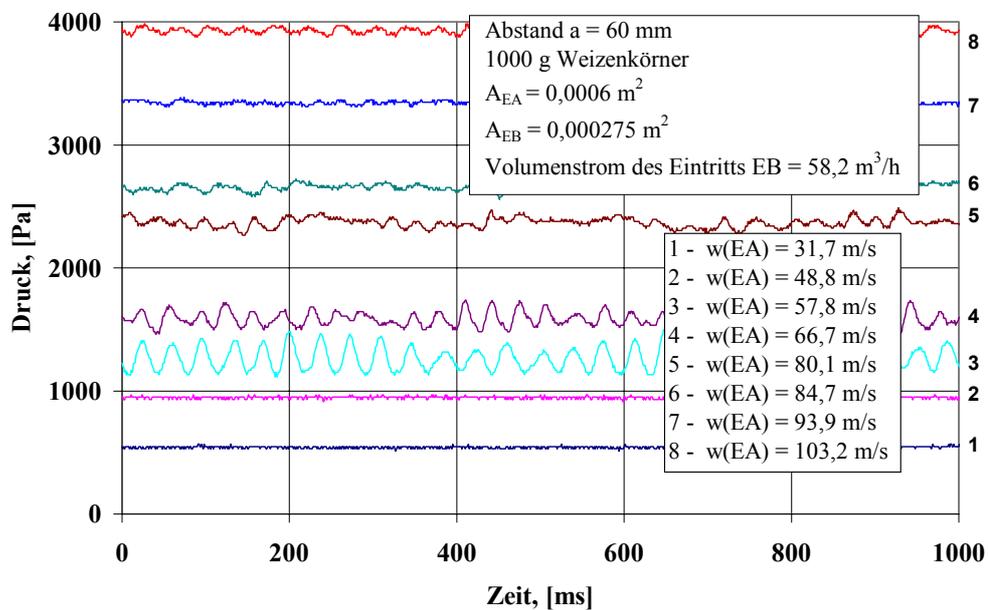


Bild 5.42: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 60$ mm, $\dot{V} = 58,2$ m³/h, $A_{EA} = 0,0006$ m² und 1000 g Weizenkörner.

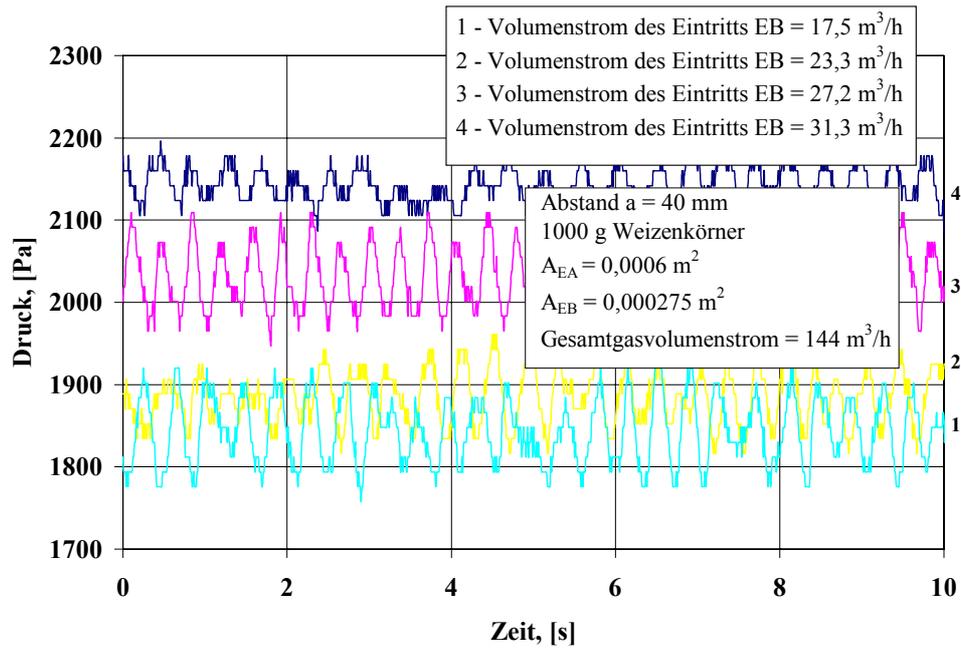


Bild 5.43: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40 \text{ mm}$, $A_{EA} = 0,0006 \text{ m}^2$, 1000 g Weizenkörner und unterschiedlichen Volumenströmen des Eintritts EB.

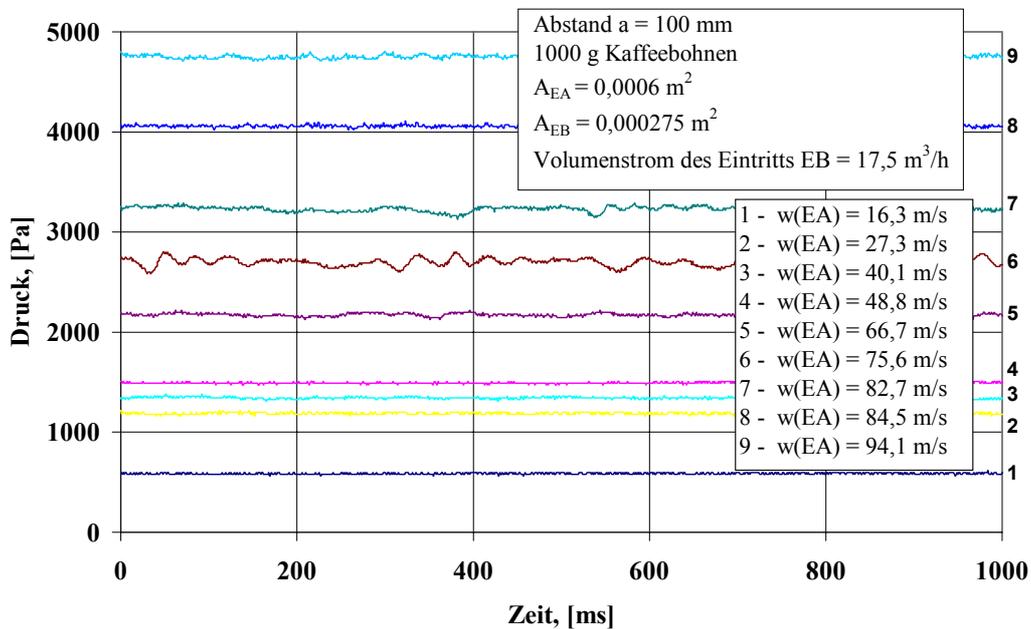


Bild 5.44: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 100 \text{ mm}$, $\dot{V} = 17,5 \text{ m}^3/\text{h}$, $A_{EA} = 0,0006 \text{ m}^2$ und 1000 g Kaffeebohnen.

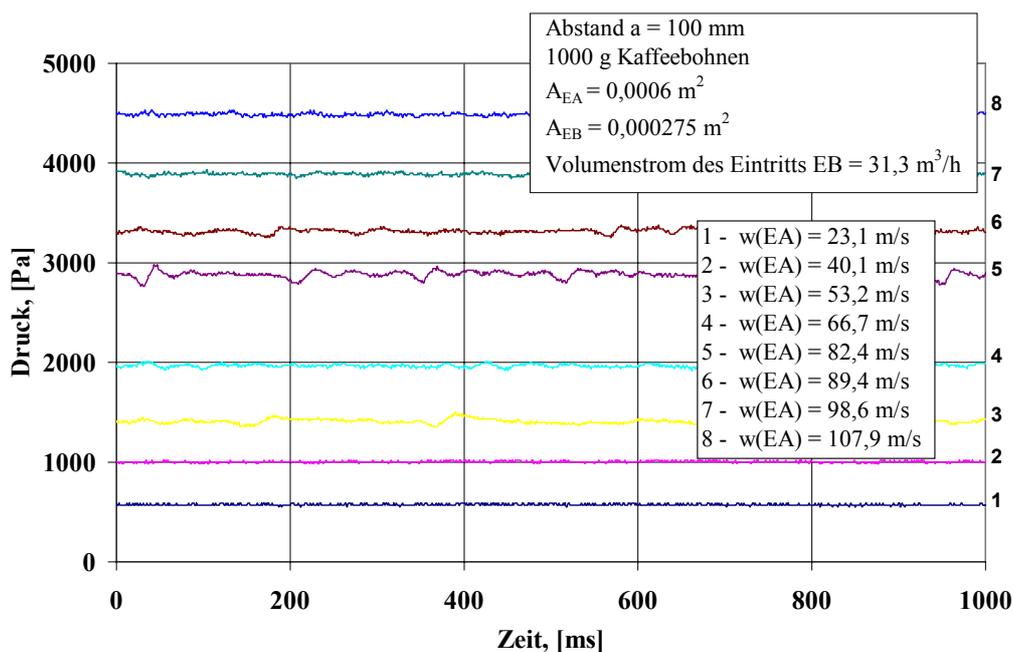


Bild 5.45: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 100$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0006$ m² und 1000 g Kaffeebohnen.

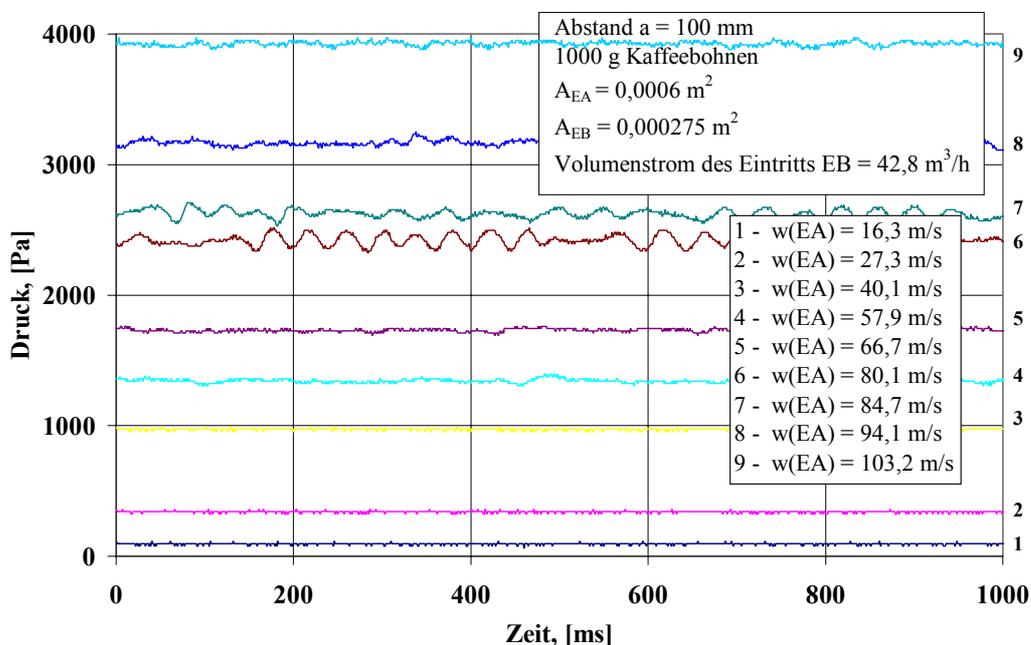


Bild 5.46: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 100$ mm, $\dot{V} = 42,8$ m³/h, $A_{EA} = 0,0006$ m² und 1000 g Kaffeebohnen.

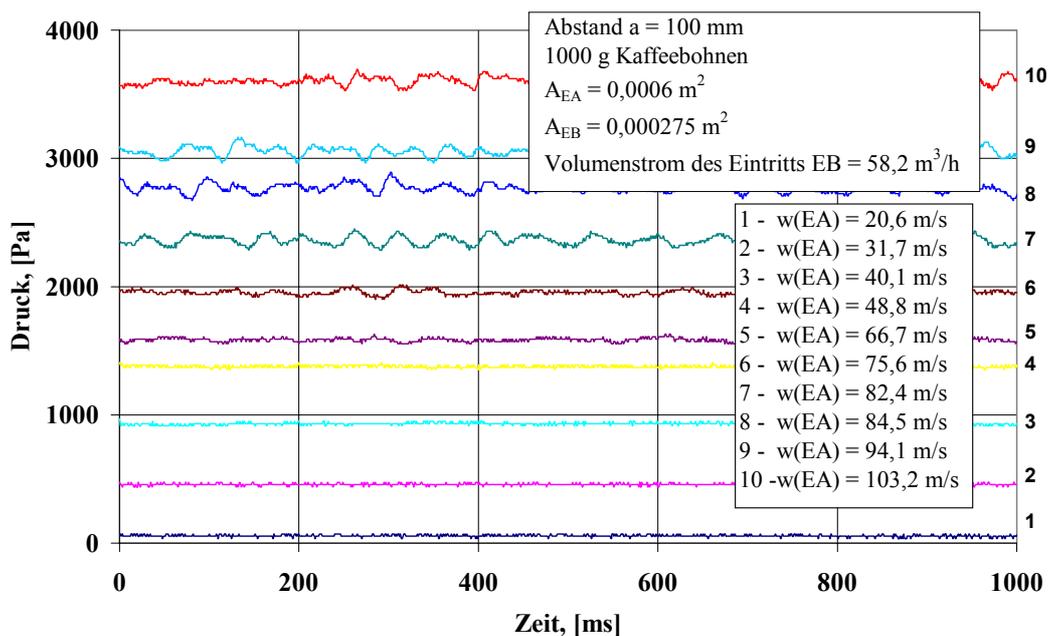


Bild 5.47: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 100$ mm, $\dot{V} = 58,2$ m³/h, $A_{EA} = 0,0006$ m² und 1000 g Kaffeebohnen.

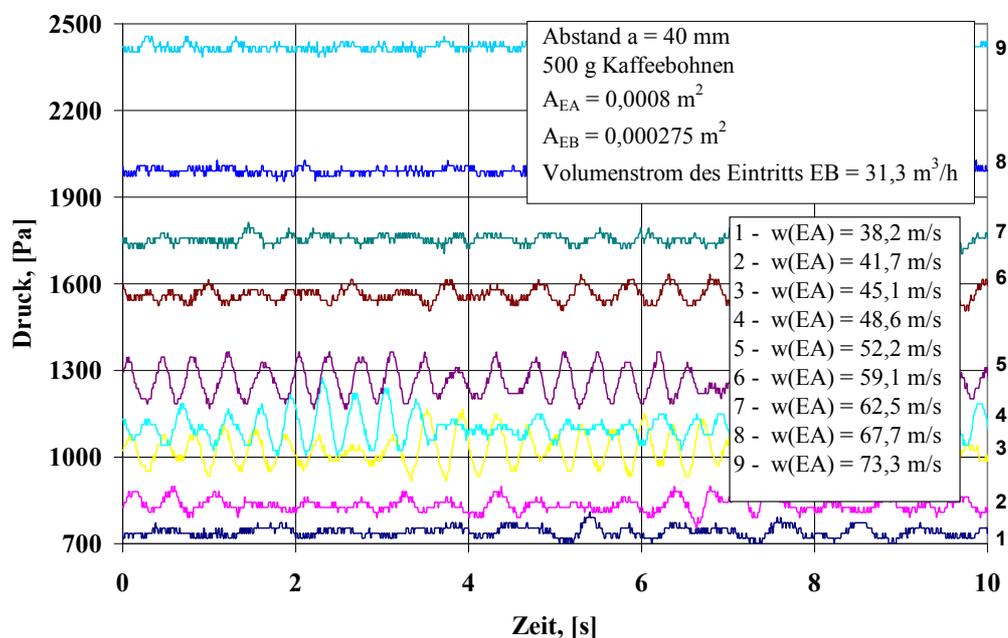


Bild 5.48: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0008$ m² und 500 g Kaffeebohnen.

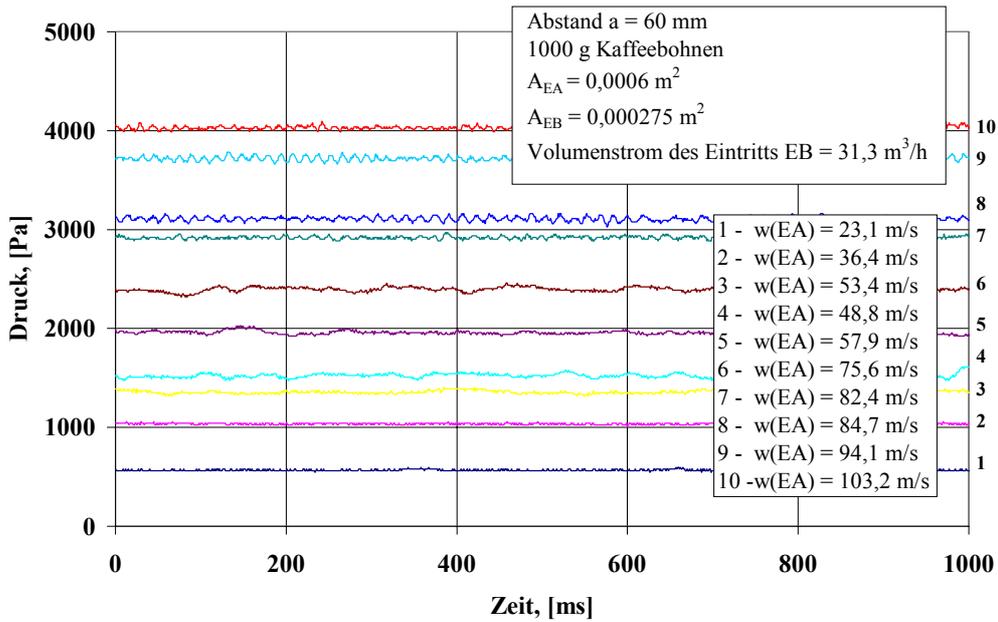


Bild 5.49: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 60$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0006$ m² und 1000 g Kaffeebohnen.

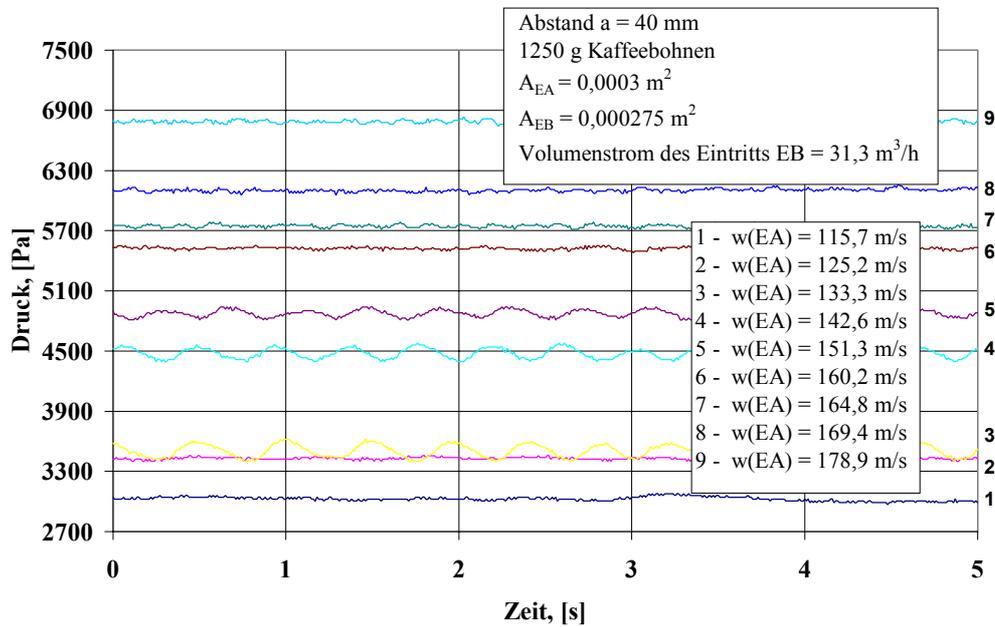


Bild 5.50: Zeitverläufe der Gasschwingungen bei unterschiedlichen Gasgeschwindigkeiten des Eintritts EA, Abstand $a = 40$ mm, $\dot{V} = 31,3$ m³/h, $A_{EA} = 0,0003$ m² und 1250 g Kaffeebohnen.

5.1.4 Beispiel für die Berechnung eines Strahlschichtapparates

Zweck der hydrodynamischen Berechnungen eines Strahlschichtapparates ist die Bestimmung:

- der Gasgeschwindigkeit beim Anfang stabiler Fluidisation,
- des Schichtdruckverlustes,
- des Apparatebodendruckverlustes und
- des Gesamtdruckverlustes der Strahlschichtanlage.

Der letzte Schritt ist die Ventilatorauswahl (Gebläseauswahl).

Die Berechnung wird folgendermaßen durchgeführt:

- Zuerst wird der **äquivalente Partikeldurchmesser** d_e berechnet. Die Bestimmung von d_e eines polydispersen Systems erfolgt nach der Gleichung

$$d_e = \sum_{N=1}^i x_i d_i \quad 5-1$$

wobei x_i der Anteil der Partikel mit dem Durchmesser d_i ist und

$$d_i = \frac{d_{p,1} + d_{p,2}}{2} \quad 5-2$$

oder

$$d_i = \sqrt{d_{p,1} d_{p,2}} \quad 5-3$$

wo $d_{p,1}$ und $d_{p,2}$ der minimalen und der maximalen Durchmesser sind.

Der mittlere Durchmesser N kugelförmiger Partikel wird durch die Gleichung berechnet:

$$d_{e,k} = \sqrt[3]{\frac{6M}{\pi \rho_p N}} \quad 5-4$$

wo M die Partikelmasse ist und N die Menge der Partikel.

- **Bestimmung der Ar-Zahl**

Die Ar-Zahl wird nach der Gl. (3-5) (Abschnitt 3.3.1) berechnet.

- **Bestimmung der Re-Zahl beim Austrag**

Die Re_A wird nach der Todes-Gl. (3-4) (Abschnitt 3.3.1) berechnet [3]. Für die Austragsgeschwindigkeit ergibt sich folgende Gleichung

$$w_A = \frac{Re_A v_F}{d_{p,e}} \quad 5-5$$

- **Bestimmung des Simplex ζ (Druckverlustkoeffizient)**

- die Vorberechnung folgt nach der Gleichung

$$\zeta = \frac{4}{3} \frac{Ar}{Re_A^2} \quad 5-6$$

- die genauere Berechnung wird mit Hilfe von experimentellen Daten und graphischen Darstellungen nach *Aerov* und *Todes* durchgeführt [3].

- **Die minimale Arbeitsgeschwindigkeit** am Schichtquerschnitt $w_{Sch,min}$ wird nach der Gl. (3-66) und (3-67) (Abschnitt 3.3.2.2.1) bestimmt wobei $Ro = 0,188$ ist und $\varepsilon < 0,435$. Für intensivere Regimes ist $Ro < 0,188$. Für $\varepsilon > 0,435$ und $Ar > 5 \cdot 10^3$ ist $Ro = A_{EG}$ und berechnet sich nach der Gleichung

$$A_{EG} = \left(\frac{0,73}{1-\varepsilon} \right)^{2/3} - 1 \quad 5-7$$

Die Arbeitsgeschwindigkeit ist

$$w_{Arb} = 1,2 w_{Sch,min} \quad 5-8$$

wobei 1,2 bis 1,3 die Abweichung der Partikeleigenschaften von denen, die für das physikalische Modell vorausgesetzt werden, darstellt.

Die minimale Gasgeschwindigkeit am Apparateeintritt wird folgendermaßen bestimmt

$$\frac{Re_{Ein,min}}{Re_A} = \frac{w_{Ein,min}}{w_A} = \sqrt{\zeta N} \quad 5-9$$

- Weiterhin wird eine Berechnung **des Apparateeintrittsquerschnitts** vorgenommen bei der Bedingung

$$\rho_{Sch} w_{Sch,Arb}^2 = \rho_{Ein,F} w_{Ein}^2 \quad 5-10$$

$$A_{Ein} = A_{Appb} \frac{w_{Sch,Arb}}{w_{Ein}} \sqrt{\frac{\rho_{Sch}}{\rho_{Ein,F}}} \quad 5-11$$

- Für die Gasgeschwindigkeit im Separatraum (Beruhigungskammer) gilt

$$1,2 w_{Sep} = w_{A,min} \quad 5-12$$

wobei $w_{A,min}$ nach der Gl. (5-5) berechnet wird.

- Die Berechnung **der Fläche des Apparateintrittes** hängt von den Prozessbedingungen ab. Wenn z. B. ein Trocknungsprozess vorausberechnet wird, ist diese Fläche

$$A_{Appb} = \frac{\dot{m}_F}{\rho_F w_{Sch, Arb}} \quad 5-13$$

wobei \dot{m}_F der für den Trocknungsprozess notwendige Fluidmassenstrom ist.

- **Berechnung der Höhe der ruhenden Schicht**

$$H = \frac{T_m G_{App}}{A_{Appb} (\rho_{P,1} + \rho_{P,2})} \quad 5-14$$

G_{App} ist die Produktivität des Apparates und $\rho_{p,1}$ und $\rho_{p,2}$ sind die Schüttdichten des Ausgangs- und des behandelten Materials.

Für prismatische und konische Apparate mit veränderlichem Querschnitt über die Höhe wird die Gleichung folgendermaßen korrigiert:

$$H = \frac{T_m G_{App}}{A_{Appb} (\rho_{P,1} + \rho_{P,2})} + \frac{H_K}{2} \quad 5-15$$

- **Die Höhe des Separatraumes (Beruhigungskammer)** ist nach Muchlenov zu berechnen [85].

$$H_{Sep} = 1,2 \cdot 10^3 H Re^{1,55} Ar^{-1,1} \quad 5-16$$

Die Gleichung ist bei folgenden Bedingungen gültig:

H – von 0,05 bis 0,5 m $15 < Re < 300$

d_p – von 750 bis 2500 μm $19,5 < Re < 6,05 \cdot 10^5$

D_c – von 0,9 bis 3,5 m

- **Bestimmung des Druckverlustes**

Der Gesamtdruckverlust einer Strahlschichtanlage ist

$$\Delta P_g = \Delta P_{App} + \Delta P_{Ro} + \Delta P_{oW} + \Delta P_{Reg} \quad 5-17$$

$$\Delta P_{App} = \Delta P_{Appb} + \Delta P_{Sch} + \Delta P_K \quad 5-18$$

- Den Druckverlust des Apparatebodens ΔP_{Appb} berechnet man nach der Gleichung

$$\Delta P_{Appb} = \zeta_{Appb} \frac{\rho_F w_{Ein,F}^2}{2} \quad 5-19$$

ζ_{Appb} ist von der Apparatebodengestaltung abhängig, für einen prismatischen Apparat mit Eintritt-Schlitz nimmt ζ einen Wert von 1,2 bis 1,4 an.

Der Druckverlust von Loch- und Siebböden kann überschlägig nach der Gleichung von *Hunt* und *Mc Allister* berechnet werden:

$$\Delta P_{Appb} = K \frac{\rho_F}{2} \left(\frac{w_F}{\psi} \right)^2 (0,4(1,25 - \psi) + (1 - \psi)^2) \quad 5-20$$

K ist der Ausströmungskoeffizient und ψ ist das Öffnungsverhältnis.

- **Der Schichtdruckverlust** wird nach der Gleichung

$$\Delta P_{Sch} = (0,92H + 0,5)H \rho g \quad 5-21$$

berechnet.

- Es wird aufgenommen, dass der Druckverlust des Apparatekorpus ΔP_K 100 bis 200 Pa ist.

- ΔP_{Ro} und ΔP_{oW} sind nach der Gleichung

$$\Delta P = \zeta \frac{\rho_F w_F^2}{2} \quad 5-22$$

zu bestimmen.

Die Summe von ΔP_{Ro} , ΔP_{oW} und ΔP_{Reg} muss nicht größer als 30 % bis 50 % von ΔP_{App} d. h.

$$\Delta P_g = 1,5 \Delta P_{App} \quad 5-23$$

- **Die Leistung des Ventilators (Gebläseleistung)** muss 20 % bis 30 % größer als die berechnete Leistung sein, d. h.

$$\dot{V}_V = \frac{1,3 \dot{m}_F}{\rho_F} \quad 5-24$$

5.2 Versuchsanhang zur Beschichtung in der Strahlschicht

5.2.1 Röntgenstrukturanalysen

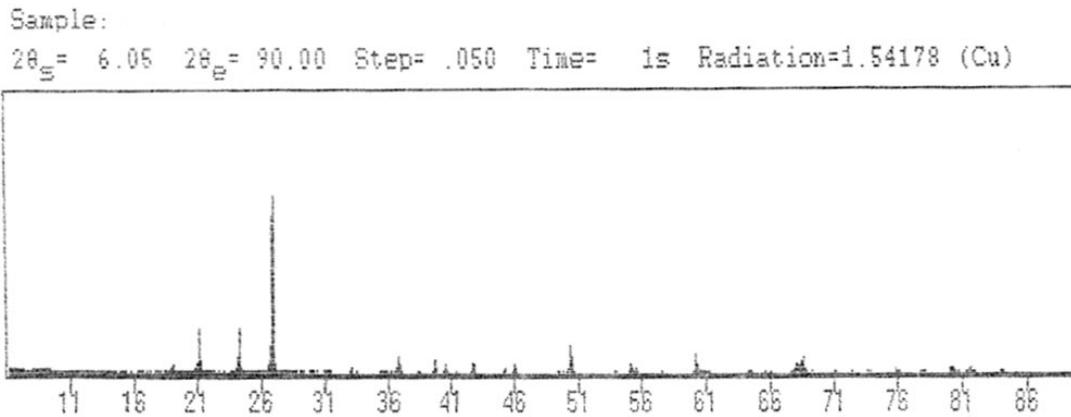


Bild 5.51: Röntgenspektrum der Diabasfraktion mit $d_p < 40 \mu\text{m}$.

Tabelle 5.1: Die charakteristischen Abstände zwischen den Atomen d für die Diabasfraktion mit $d_p < 40 \mu\text{m}$.

d, Å			
Fraktion mit $d_p < 40 \mu\text{m}$	SiO ₂	Al ₆ Si ₂ O ₁₃	KaAlSi ₂ O ₆
4,242	4,252	-	-
3,335	3,342	-	-
2,711	-	2,700	-
2,523	-	2,542	-
2,452	2,457	-	-
2,351	-	-	2,373
2,277	2,282	-	-
2,231	2,237	-	-
2,187	-	-	2,182
2,123	-	2,121	-
2,009	-	2,106	-
1,975	1,979	-	-
1,846	-	1,841	-
1,814	1,818	-	-
1,704	-	-	1,706
1,665	1,672	-	-

1,605	1,608	-	-
1,534	1,542	-	-
1,450	1,454	-	-
1,419	1,419	-	-
1,374	1,372	-	-
1,326	-	1,331	-
1,286	1,288	-	-
1,254	1,256	-	-
1,226	1,228	-	-
1,197	1,198	-	-
1,180	1,180	-	-
1,151	1,153	-	-

Sample: .

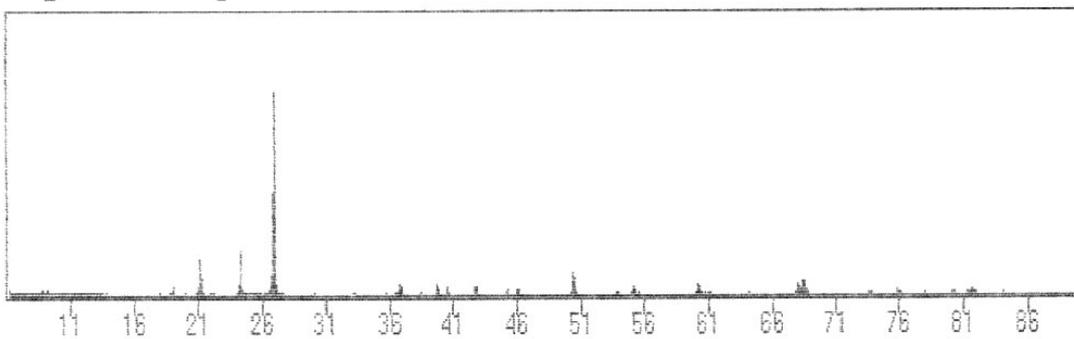
2 θ _s = 6.05 2 θ _e = 90.00 Step = .050 Time = 1s Radiation = 1.54178 (Cu)

Bild 5.52: Röntgenspektrum der Diabasfraktion mit $40 < d_p < 80 \mu\text{m}$.

Tabelle 5.2: Die charakteristischen Abstände zwischen den Atomen d für die Diabasfraktion mit $40 < d_p < 80 \mu\text{m}$.

d, Å			
Fraktion mit $40 < d_p < 80 \mu\text{m}$	SiO ₂	Al ₆ Si ₂ O ₁₃	KaAlSi ₂ O ₆
4,691	-	-	4,723
4,236	4,251	-	-
3,687	-	-	3,632

3,332	3,342	-	-
2,975	-	-	3,000
2,711	-	2,694	-
2,462	2,457	-	-
2,348	-	-	2,373
2,276	2,282	-	-
2,231	2,237	-	-
2,122	-	2,121	-
2,008	-	2,106	-
1,975	1,979	-	-
1,861	-	1,863	-
1,813	1,818	-	-
1,749	-	1,791	-
1,703	-	-	1,706
1,667	1,672	-	-
1,604	1,608	-	-
1,539	1,542	-	-
1,519	-	1,524	-
1,449	1,454	-	-
1,381	1,372	-	-
1,314	-	1,331	-
1,286	1,288	-	-
1,254	1,256	-	-
1,197	1,198	-	-
1,151	1,153	-	-

Sample:

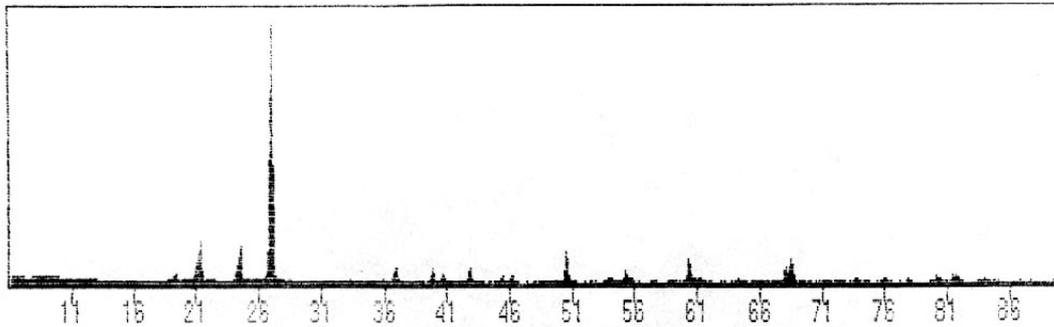
2 θ _s = 6.05 2 θ _e = 90.00 Step = .050 Time = 1s Radiation = 1.54178 (Cu)

Bild 5.53: Röntgenspektrum der Diabasfraktion mit $80 < d_p < 125 \mu\text{m}$.

Tabelle 5.3 : Die charakteristischen Abstände zwischen den Atomen d für die Diabasfraktion mit $80 < d_p < 125 \mu\text{m}$.

d, Å			
Fraktion mit $80 < d_p < 125 \mu\text{m}$	SiO ₂	Al ₆ Si ₂ O ₁₃	KaAlSi ₂ O ₆
3,754	-	3,774	-
3,319	3,342	-	-
3,010	-	-	3,000
2,995	-	-	3,000
2,924	-	-	3,000
2,859	-	2,886	-
2,647	-	-	2,633
2,534	-	2,542	-
2,384	-	-	2,373
2,263	-	2,694	-
1,999	1,979	-	-
1,910	-	1,923	-
1,862	-	1,863	-
1,802	1,818	-	-
1,778	-	1,795	-
1,667	1,672	-	-
1,596	-	1,600	-

1,561	-	1,564	-
1,534	1,542	-	-
1,508	-	1,507	-
1,471	-	1,473	-
1,432	-	1,442	-
1,412	1,419	-	-
1,383	1,382	-	-
1,331	-	1,336	-
1,293	1,288	-	-
1,173	1,180	-	-

Sample: DD

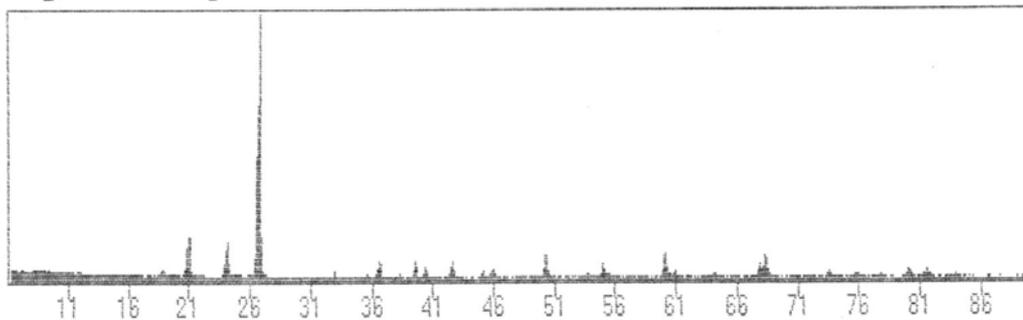
2 θ _s= 6.05 2 θ _e= 90.00 Step= .050 Time= 1s Radiation=1.54051

Bild 5.54: Röntgenspektrum der nichtfraktionierten Diabasprobe.

Tabelle 5.4: Die charakteristische Abstände zwischen den Atomen d für die nichtfraktionierte Diabasprobe.

d, Å			
nichtfraktionierte Diabasprobe	SiO ₂	Al ₆ Si ₂ O ₁₃	KaAlSi ₂ O ₆
5,421	-	5,390	-
4,735	-	-	4,752
4,287	4,257	-	-
4,247	4,252	-	-
3,714	-	3,774	-
3,354	3,342	-	-

2,723	-	2,694	-
2,530	-	2,542	-
2,358	-	2,393	-
2,285	2,282	-	-
2,239	2,237	-	-
2,128	2,127	-	-
2,015	-	2,106	-
1,979	1,979	-	-
1,852	-	1,863	-
1,818	1,818	-	-
1,707	-	-	1,706
1,658	1,672	-	-
1,542	1,542	-	-
1,522	-	1,524	-
1,496	-	1,507	-
1,452	1,454	-	-
1,425	-	1,424	-
1,383	-	1,393	-
1,374	1,372	-	-
1,307	-	-	1,302
1,256	1,256	-	-

5.2.2 Partikelgrößenverteilung

Presentation: 2\$5A Very Polydisperse model	Volume Result	Focus = 300 mm.
Residual = 0.528 % d(0.5) = 18.17 μm D[4, 3] = 23.09 μm Sauter Mean (D[3,2]) = 5.92 μm Specific Surface Area = 0.4609 sq. m. / gm	Concentration = 0.002 % d(0.1) = 1.92 μm Span = 2.69	Obscuration = 8.46 % d(0.9) = 50.78 μm Mode = 39.06 μm Density = 2.20 gm. / c.c.

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
0.50	3.92	1.32	3.92
1.32	3.13	1.60	7.06
1.60	3.15	1.95	10.21
1.95	1.59	2.38	11.80
2.38	2.02	2.90	13.82
2.90	2.46	3.53	16.27
3.53	2.95	4.30	19.23
4.30	3.42	5.24	22.65
5.24	3.83	6.39	26.48
6.39	4.04	7.78	30.53
7.78	4.10	9.48	34.63
9.48	4.19	11.55	38.82
11.55	4.50	14.08	43.33
14.08	5.01	17.15	48.34
17.15	6.00	20.90	54.34
20.90	6.96	25.46	61.30

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
25.46	8.21	31.01	69.50
31.01	8.55	37.79	78.05
37.79	8.42	46.03	86.47
46.03	6.48	56.09	92.94
56.09	3.98	68.33	96.92
68.33	1.91	83.26	98.83
83.26	0.78	101.44	99.61
101.44	0.27	123.59	99.89
123.59	0.08	150.57	99.97
150.57	0.02	183.44	99.99
183.44	0.01	223.51	100.00
223.51	0.00	272.31	100.00
272.31	0.00	331.77	100.00
331.77	0.00	404.21	100.00
404.21	0.00	492.47	100.00
492.47	0.00	600.00	100.00

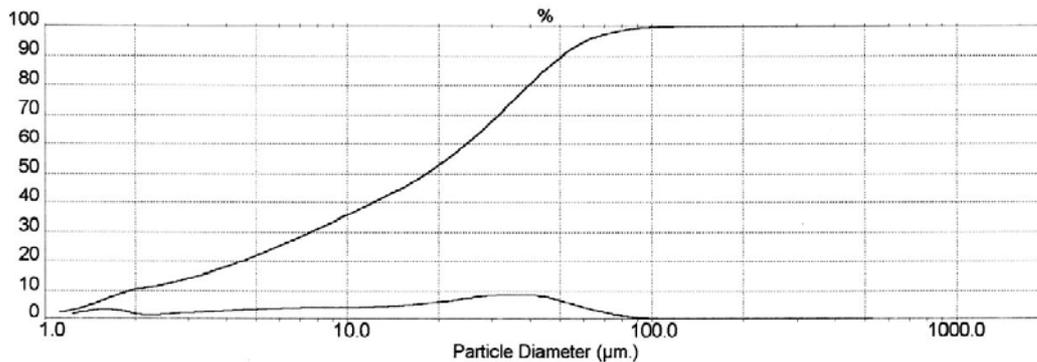


Bild 5.55: Partikelgrößenverteilung der Ausgangsdiabasfraktion mit $d_p < 40 \mu\text{m}$.

Presentation: 2\$\$A Very Polydisperse model		Volume Result	Focus = 300 mm.
Residual = 0.518 %		Concentration = 0.003 %	Obscuration = 10.91 %
d (0.5) = 22.40 μm		d (0.1) = 2.78 μm	d (0.9) = 72.79 μm
D [4, 3] = 31.76 μm		Span = 3.13	Mode = 41.31 μm
Sauter Mean (D[3,2]) = 7.46 μm			Density = 2.20 gm. / c.c.
Specific Surface Area = 0.3655 sq. m. / gm			

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
0.50	2.41	1.32	2.41
1.32	1.83	1.60	4.24
1.60	1.77	1.95	6.01
1.95	2.11	2.38	8.12
2.38	2.43	2.90	10.56
2.90	2.65	3.53	13.21
3.53	2.86	4.30	16.07
4.30	3.07	5.24	19.15
5.24	3.36	6.39	22.51
6.39	3.59	7.78	26.09
7.78	3.68	9.48	29.78
9.48	3.89	11.55	33.66
11.55	4.21	14.08	37.87
14.08	4.69	17.15	42.57
17.15	5.40	20.90	47.96
20.90	6.03	25.46	54.00

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
25.46	6.83	31.01	60.82
31.01	7.18	37.79	68.00
37.79	7.50	46.03	75.51
46.03	6.93	56.09	82.43
56.09	5.96	68.33	88.40
68.33	4.48	83.26	92.88
83.26	3.15	101.44	96.03
101.44	1.96	123.59	98.00
123.59	1.12	150.57	99.11
150.57	0.55	183.44	99.66
183.44	0.23	223.51	99.89
223.51	0.08	272.31	99.97
272.31	0.02	331.77	99.99
331.77	0.00	404.21	100.00
404.21	0.00	492.47	100.00
492.47	0.00	600.00	100.00

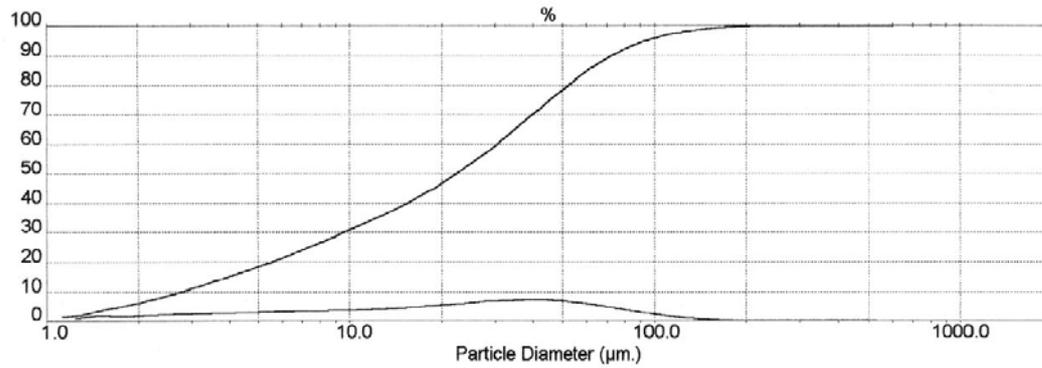


Bild 5.56: Partikelgrößenverteilung der Ausgangsdiabasfraktion mit $40 < d_p < 80 \mu\text{m}$.

Presentation: 255A Very Polydisperse model	Volume Result	Focus = 300 mm.
Residual = 0.609 % d (0.5) = 74.78 μm D [4, 3] = 72.03 μm Sauter Mean (D[3,2]) = 18.18 μm Specific Surface Area = 0.1500 sq. m. / gm	Concentration = 0.003 % d (0.1) = 11.47 μm Span = 1.21	Obscuration = 4.52 % d (0.9) = 101.91 μm Mode = 76.28 μm Density = 2.20 gm. / c.c.

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
0.50	1.36	1.32	1.36
1.32	1.26	1.60	2.62
1.60	0.82	1.95	3.43
1.95	0.57	2.38	4.01
2.38	0.45	2.90	4.45
2.90	0.34	3.53	4.80
3.53	0.23	4.30	5.02
4.30	0.72	5.24	5.74
5.24	0.84	6.39	6.58
6.39	0.89	7.78	7.47
7.78	1.07	9.48	8.54
9.48	1.50	11.55	10.04
11.55	0.07	14.08	10.10
14.08	0.02	17.15	10.12
17.15	0.01	20.90	10.13
20.90	0.01	25.46	10.14

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
25.46	0.12	31.01	10.26
31.01	0.43	37.79	10.69
37.79	1.61	46.03	12.30
46.03	5.54	56.09	17.84
56.09	17.88	68.33	35.73
68.33	31.94	83.26	67.67
83.26	21.98	101.44	89.65
101.44	7.66	123.59	97.31
123.59	2.06	150.57	99.36
150.57	0.49	183.44	99.86
183.44	0.11	223.51	99.96
223.51	0.03	272.31	99.99
272.31	0.01	331.77	100.00
331.77	0.00	404.21	100.00
404.21	0.00	492.47	100.00
492.47	0.00	600.00	100.00

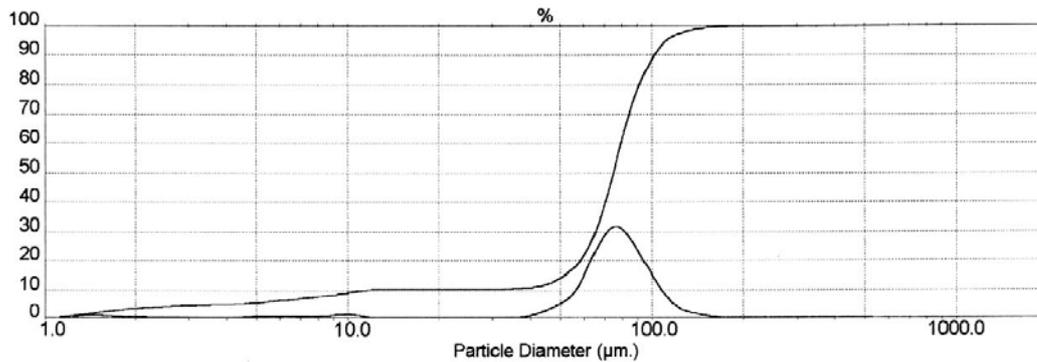


Bild 5.57: Partikelgrößenverteilung der Ausgangsdiabasfraktion mit $80 < d_p < 125 \mu\text{m}$.

Presentation: 2\$\$A Very Polydisperse model		Volume Result	Focus = 300 mm.
Residual = 0.500 %		Concentration = 0.003 %	Obscuration = 2.33 %
d (0.5) = 136.75 μm		d (0.1) = 85.95 μm	d (0.9) = 236.41 μm
D [4, 3] = 150.28 μm		Span = 1.10	Mode = 131.56 μm
Sauter Mean (D[3,2]) = 41.69 μm			Density = 2.20 gm. / c.c.
Specific Surface Area = 0.0654 sq. m. / gm			

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
0.50	0.47	1.32	0.47
1.32	0.37	1.60	0.84
1.60	0.36	1.95	1.21
1.95	0.23	2.38	1.44
2.38	0.27	2.90	1.70
2.90	0.28	3.53	1.99
3.53	0.30	4.30	2.29
4.30	0.31	5.24	2.59
5.24	0.32	6.39	2.91
6.39	0.31	7.78	3.23
7.78	0.30	9.48	3.52
9.48	0.30	11.55	3.82
11.55	0.32	14.08	4.14
14.08	0.03	17.15	4.17
17.15	0.13	20.90	4.30
20.90	0.16	25.46	4.46

Size (Lo) μm	Result In %	Size (Hi) μm	Result Below %
25.46	0.17	31.01	4.63
31.01	0.18	37.79	4.81
37.79	0.24	46.03	5.05
46.03	0.43	56.09	5.48
56.09	1.01	68.33	6.49
68.33	2.77	83.26	9.26
83.26	8.74	101.44	18.00
101.44	19.85	123.59	37.85
123.59	23.20	150.57	61.04
150.57	17.47	183.44	78.52
183.44	9.73	223.51	88.24
223.51	5.39	272.31	93.63
272.31	3.14	331.77	96.77
331.77	1.72	404.21	98.49
404.21	0.99	492.47	99.49
492.47	0.51	600.00	100.00

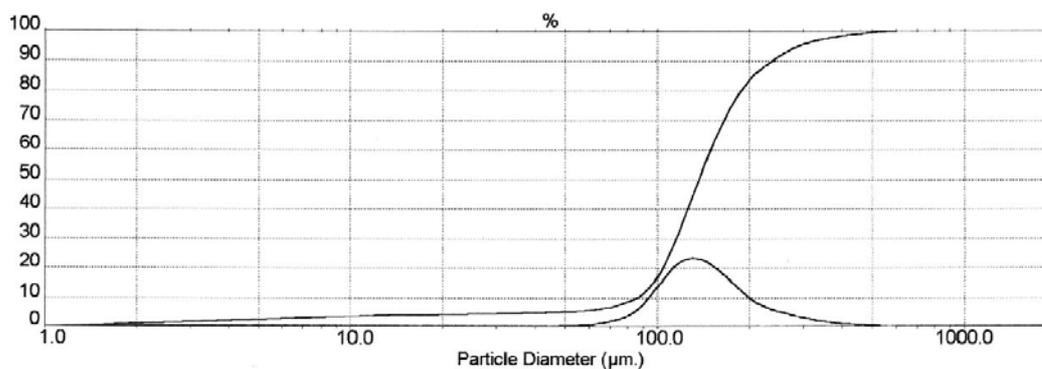
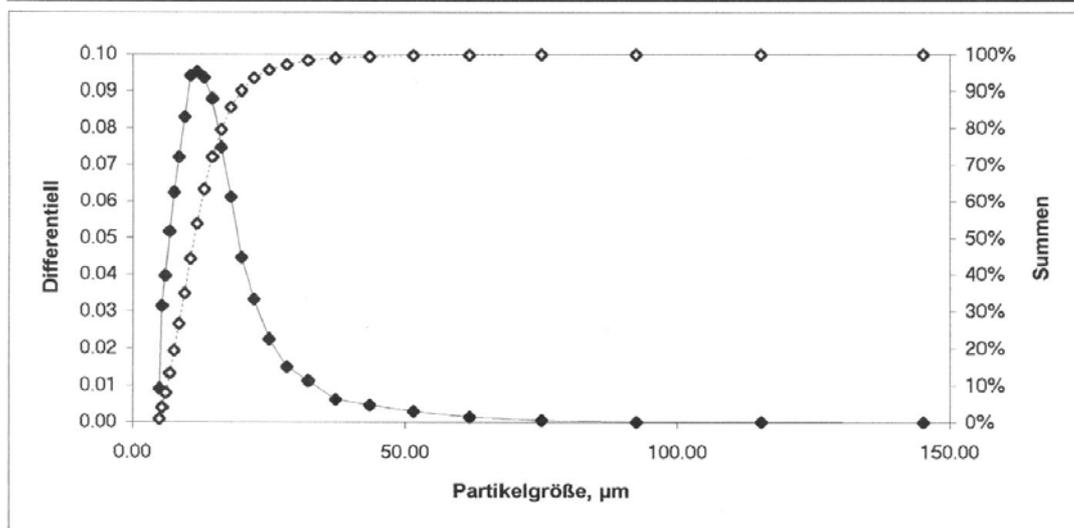


Bild 5.58: Partikelgrößenverteilung der Ausgangsdiabasfraktion mit $d_p > 125 \mu\text{m}$.

Bezeichnung:	Diabas	Total:	42 974
Filename:	c:\paswin\data\diabas.001	analysiert:	100%
Verteilungsart:	dN/N	Meßzeit:	12.450s
Mengenart:	Anzahl	Volumen:	11.703cm ³

Meßdaten-Tabelle

#	dm µm	dOK µm	Differentiell Häufigkeit	Summen Häufigkeit	#	dm µm	dOK µm	Differentiell Häufigkeit	Summen Häufigkeit
1	4.83	4.89	9.1E-03	9.14E-03	17	26.65	28.29	1.5E-02	9.73E-01
2	5.14	5.39	3.1E-02	4.06E-02	18	30.28	32.28	1.1E-02	9.84E-01
3	5.70	6.01	4.0E-02	8.02E-02	19	34.77	37.25	6.3E-03	9.90E-01
4	6.37	6.74	5.2E-02	1.32E-01	20	40.38	43.51	4.7E-03	9.95E-01
5	7.15	7.57	6.2E-02	1.94E-01	21	47.50	51.49	3.0E-03	9.98E-01
6	8.03	8.50	7.2E-02	2.67E-01	22	56.63	61.77	1.4E-03	9.99E-01
7	9.01	9.53	8.3E-02	3.50E-01	23	68.44	75.12	5.3E-04	1.00E+00
8	10.09	10.65	9.4E-02	4.44E-01	24	83.83	92.54	1.6E-04	1.00E+00
9	11.26	11.87	9.5E-02	5.39E-01	25	103.94	115.34	7.0E-05	1.00E+00
10	12.53	13.20	9.4E-02	6.33E-01	26	130.24	145.13	0.0E+00	1.00E+00
11	13.92	14.64	8.8E-02	7.21E-01	27	164.49	183.84	0.0E+00	1.00E+00
12	15.43	16.22	7.5E-02	7.96E-01	28	208.68	233.52	0.0E+00	1.00E+00
13	17.10	17.99	6.1E-02	8.57E-01	29	264.77	296.01	0.0E+00	1.00E+00
14	18.99	19.99	4.5E-02	9.02E-01	30	334.12	372.22	0.0E+00	1.00E+00
15	21.14	22.29	3.3E-02	9.35E-01	31	416.62	461.02	0.0E+00	1.00E+00
16	23.66	25.02	2.3E-02	9.58E-01	32	533.93	606.83	0.0E+00	1.00E+00

**Verteilungsparameter**

Modaler Durchmesser:	12.20µm		x10 =	6.29µm	
Mittlerer Durchmesser / Stdabw.:	12.66µm	/	6.52µm	x16 =	7.10µm
Geom. Durchmesser / Stdabw.:	11.40µm	/	1.56µm	x50 =	11.36µm
Sauterdurchmesser:	21.39µm		x84 =	17.47µm	
			x90 =	19.91µm	

DIABAS2.XLS

Bild 5.59: Partikelgrößenverteilung der Ausgangsdiabasfraktion mit $d_p < 20 \mu\text{m}$.

Datei:	c:\paswin\data\diabas.001		
Probenbezeichnung:	Diabas		
Messzeit [s]:	12.45	Modal [μm]:	45.380
Volumen [cm^3]:	11.70	Mean [μm]:	30.077
Total [#]:	42974	GMD [μm]:	25.214
		StAbw. [μm]:	19.153
		Geom.StAbw. [μm]:	1.800
Integrationsbereich:	1 ... 64		

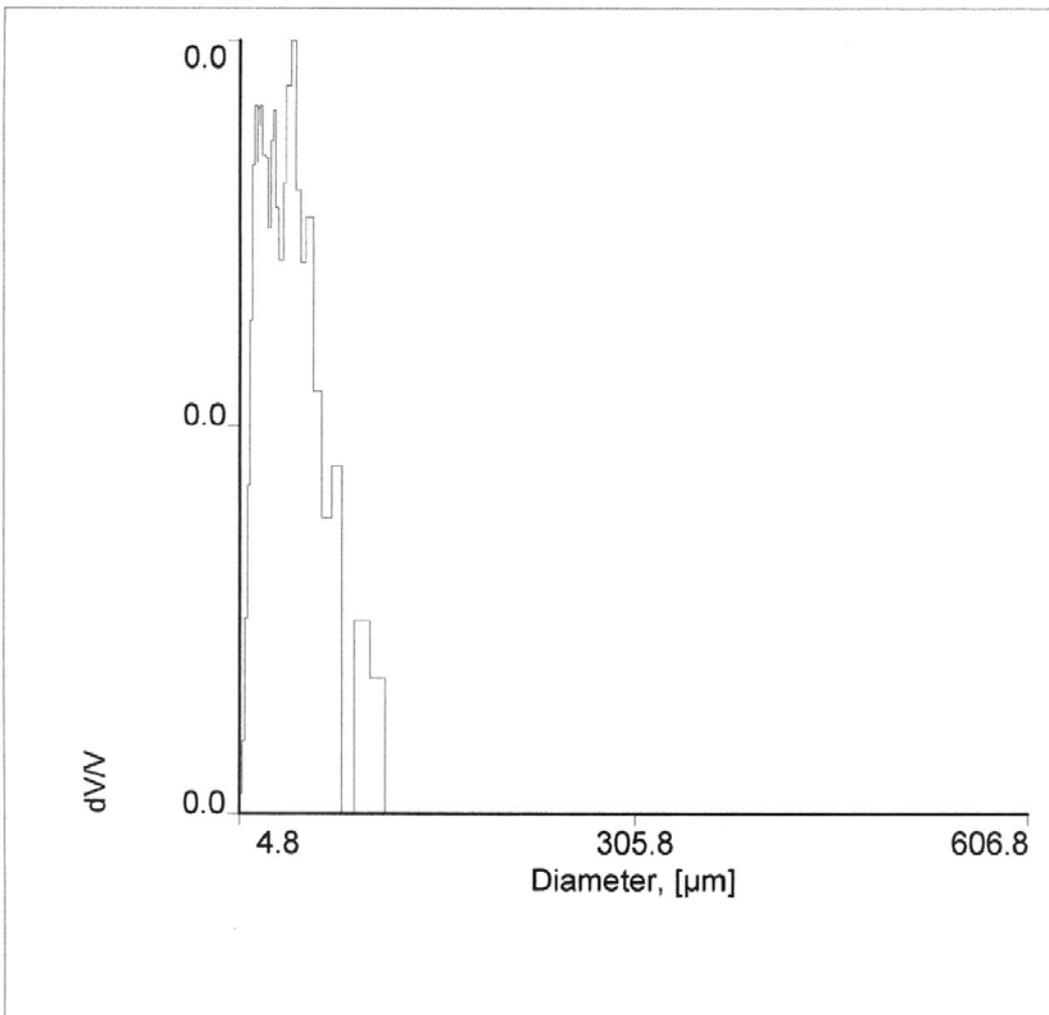
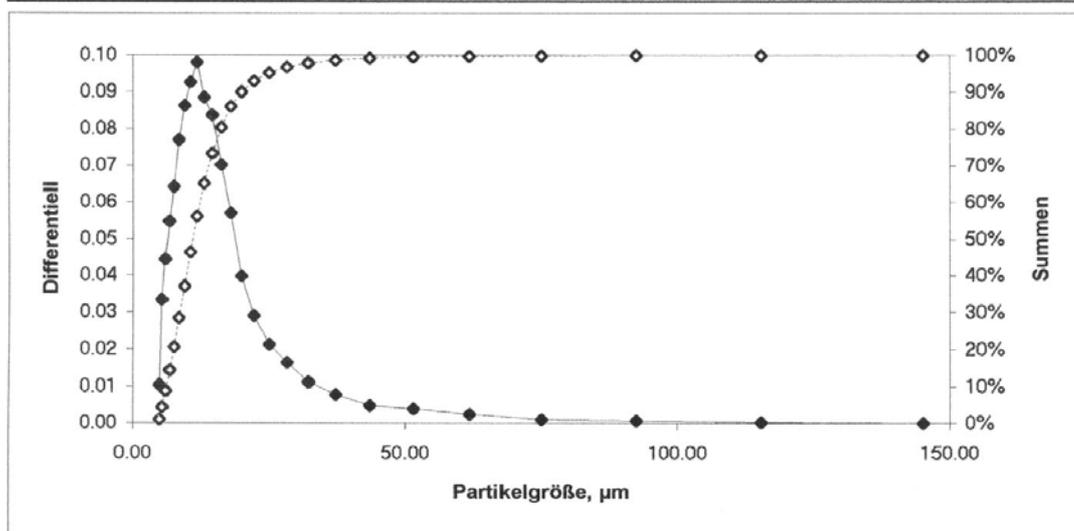


Bild 5.60: Volumenverteilung der Ausgangsdiabasfraktion mit $d_p < 20 \mu\text{m}$.

Bezeichnung:	Diabas	Total:	33 494
Filename:	c:\paswin\data\diabas.002	analysiert:	100%
Verteilungsart:	dN/N	Meßzeit:	10.325s
Mengenart:	Anzahl	Volumen:	9.706cm ³

Meßdaten-Tabelle

#	dm µm	dOK µm	Differentiell Häufigkeit	Summen Häufigkeit	#	dm µm	dOK µm	Differentiell Häufigkeit	Summen Häufigkeit
1	4.83	4.89	1.0E-02	1.05E-02	17	26.65	28.29	1.6E-02	9.68E-01
2	5.14	5.39	3.3E-02	4.40E-02	18	30.28	32.28	1.1E-02	9.79E-01
3	5.70	6.01	4.4E-02	8.84E-02	19	34.77	37.25	7.8E-03	9.87E-01
4	6.37	6.74	5.5E-02	1.43E-01	20	40.38	43.51	4.8E-03	9.92E-01
5	7.15	7.57	6.4E-02	2.07E-01	21	47.50	51.49	3.9E-03	9.96E-01
6	8.03	8.50	7.7E-02	2.84E-01	22	56.63	61.77	2.5E-03	9.98E-01
7	9.01	9.53	8.6E-02	3.71E-01	23	68.44	75.12	1.0E-03	9.99E-01
8	10.09	10.65	9.3E-02	4.63E-01	24	83.83	92.54	6.3E-04	1.00E+00
9	11.26	11.87	9.8E-02	5.62E-01	25	103.94	115.34	2.4E-04	1.00E+00
10	12.53	13.20	8.9E-02	6.50E-01	26	130.24	145.13	0.0E+00	1.00E+00
11	13.92	14.64	8.4E-02	7.34E-01	27	164.49	183.84	3.0E-05	1.00E+00
12	15.43	16.22	7.0E-02	8.04E-01	28	208.68	233.52	0.0E+00	1.00E+00
13	17.10	17.99	5.7E-02	8.61E-01	29	264.77	296.01	0.0E+00	1.00E+00
14	18.99	19.99	4.0E-02	9.01E-01	30	334.12	372.22	0.0E+00	1.00E+00
15	21.14	22.29	2.9E-02	9.30E-01	31	416.62	461.02	0.0E+00	1.00E+00
16	23.66	25.02	2.1E-02	9.51E-01	32	533.93	606.83	0.0E+00	1.00E+00

**Verteilungsparameter**

Modaler Durchmesser:	11.56µm		x10 =	6.17µm	
Mittlerer Durchmesser / Stdabw.:	12.64µm	/	7.27µm	x16 =	6.95µm
Geom. Durchmesser / Stdabw.:	11.25µm	/	1.59µm	x50 =	11.11µm
Sauterdurchmesser:	25.18µm		x84 =	17.31µm	
			x90 =	19.93µm	

DIABAS.XLS

Bild 5.61: Partikelgrößenverteilung der Ausgangsdiabasfraktion mit $d_p < 20\mu\text{m}$.

Datei:	c:\paswin\data\diabas.002		
Probenbezeichnung:	Diabas		
Messzeit [s]:	10.32	Modal [μm]:	79.182
Volumen [cm^3]:	9.71	Mean [μm]:	41.987
Total [#]:	33494	GMD [μm]:	32.176
		St.Abw. [μm]:	33.657
		Geom.St.Abw. [μm]:	2.063
Integrationsbereich:	1 ... 64		

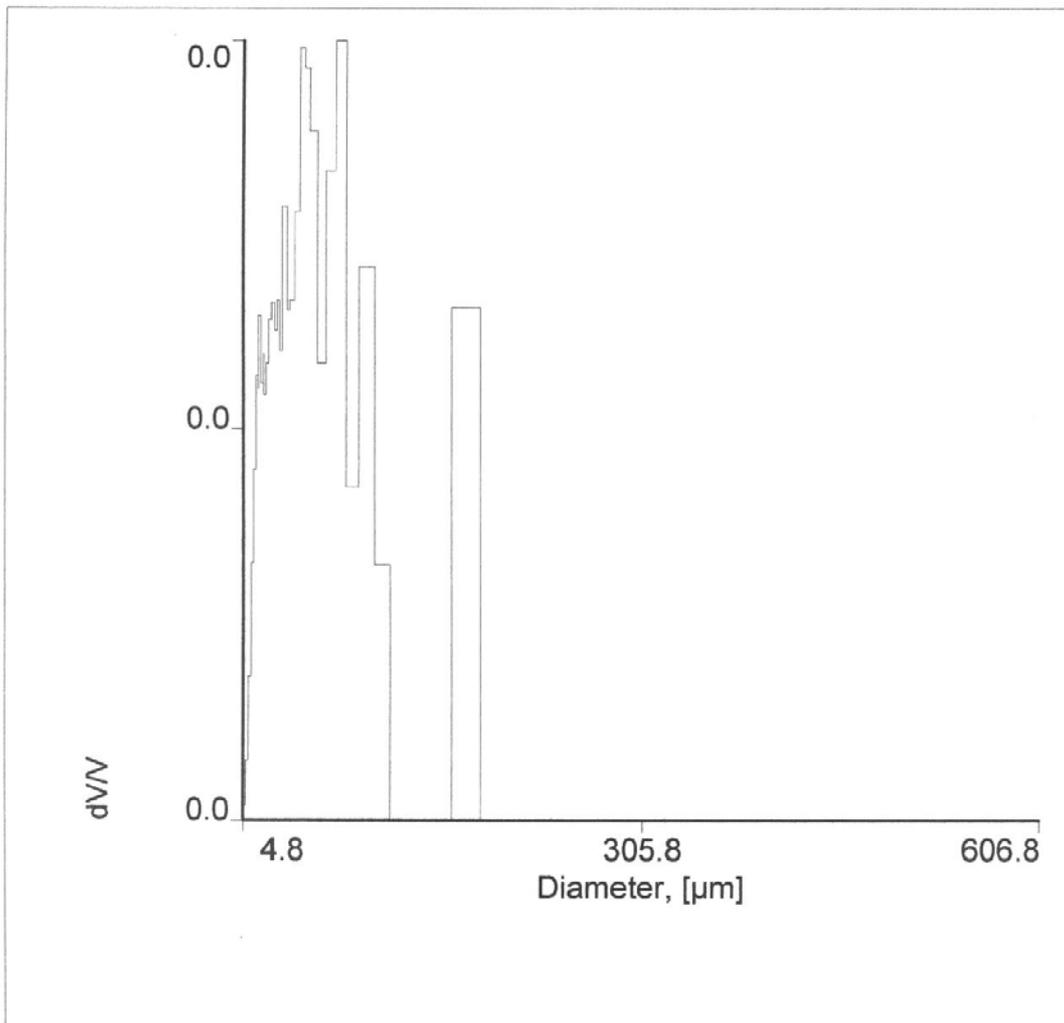


Bild 5.62: Volumenverteilung der Ausgangsdiabasfraktion mit $d_p < 20 \mu\text{m}$.

5.2.3 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen

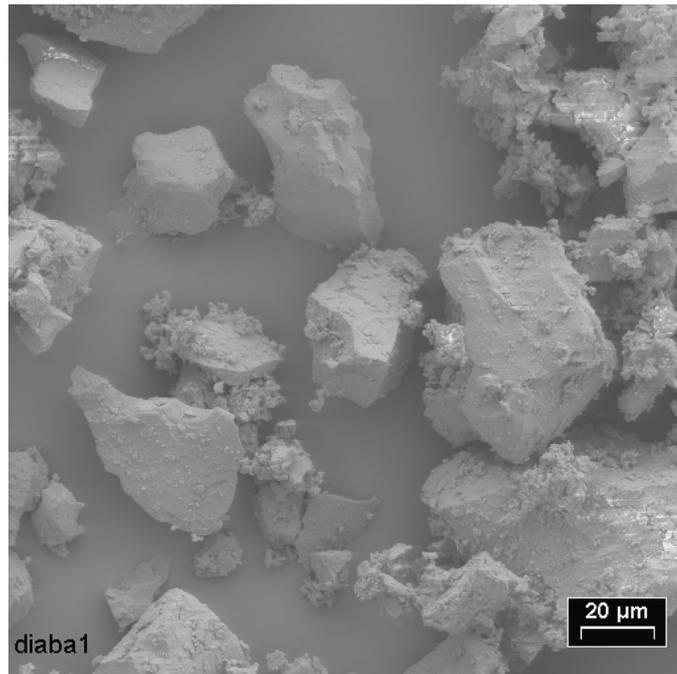


Bild 5.63: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 1 bei der Reaktionsdauer 2,5 min (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

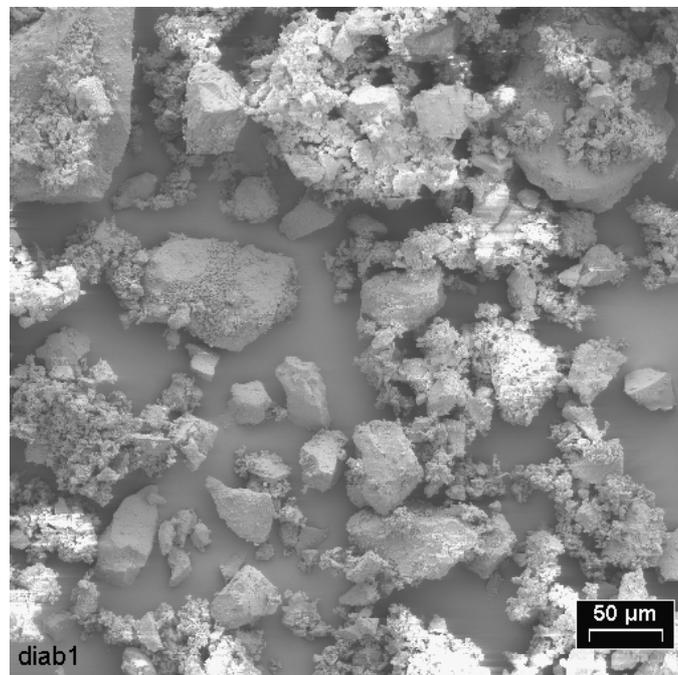


Bild 5.64: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 1 bei der Reaktionsdauer 2,5 min (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

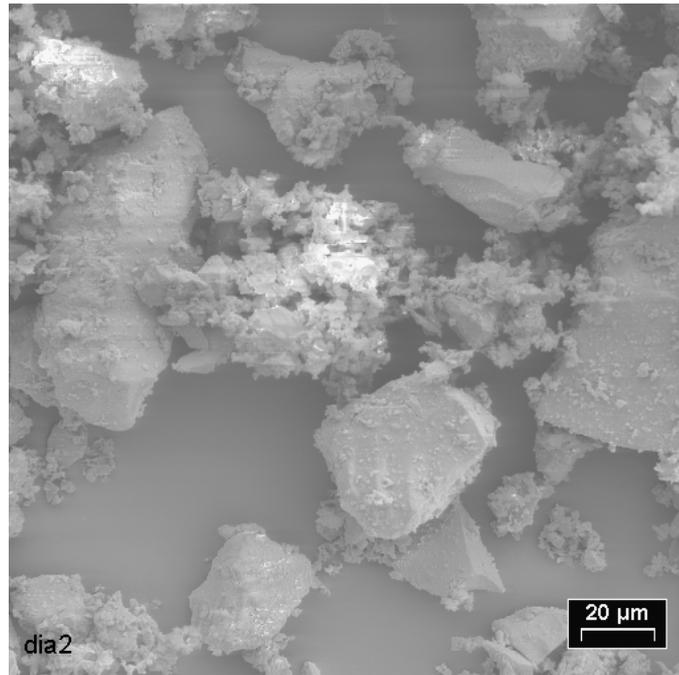


Bild 5.65: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 2 bei der Reaktionsdauer 5 min (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

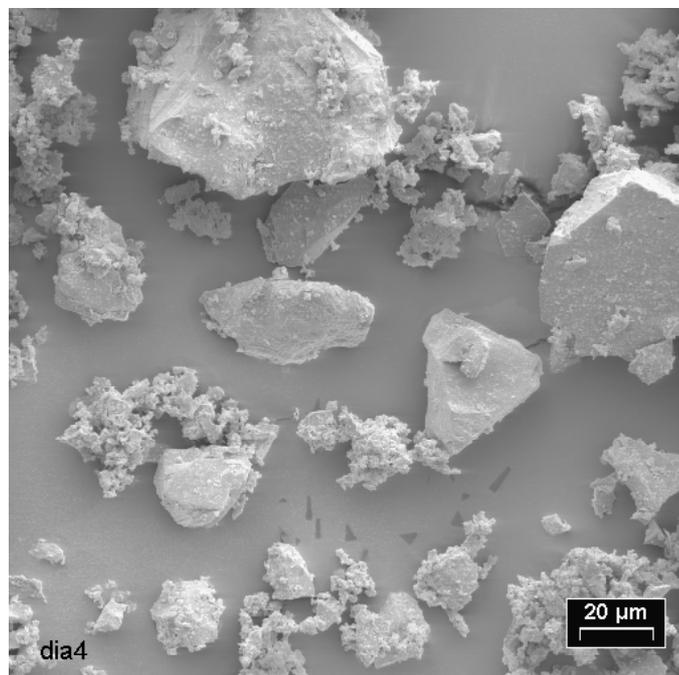


Bild 5.66: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 4 bei der Reaktionsdauer 25 min (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

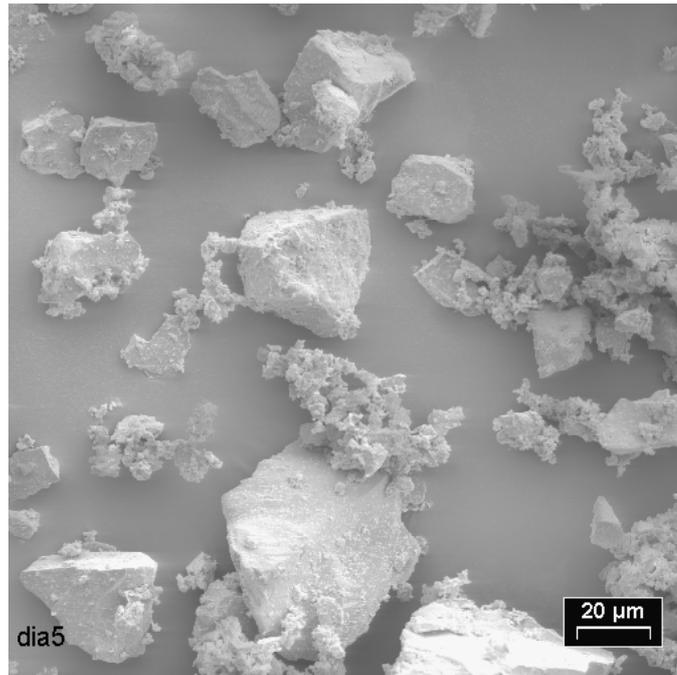


Bild 5.67: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 5 bei der Reaktionsdauer 40 min (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

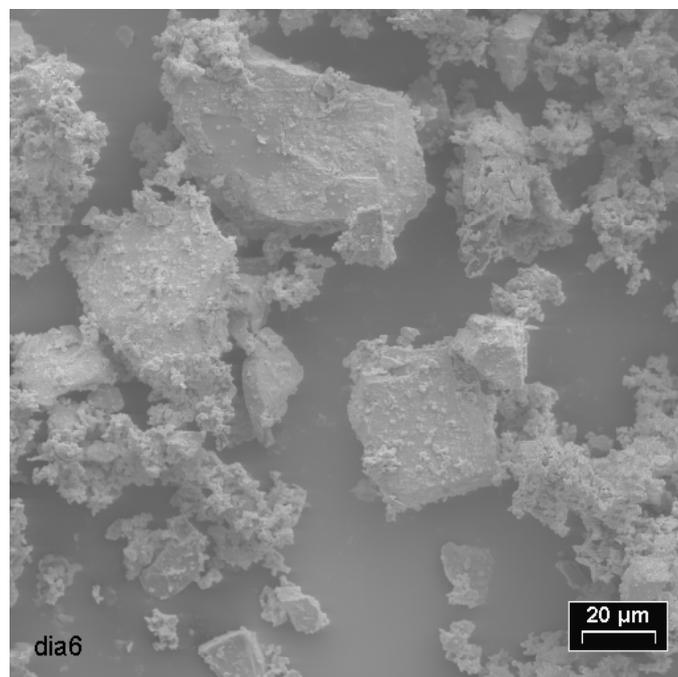


Bild 5.68: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 6 bei der Reaktionsdauer 60 min (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

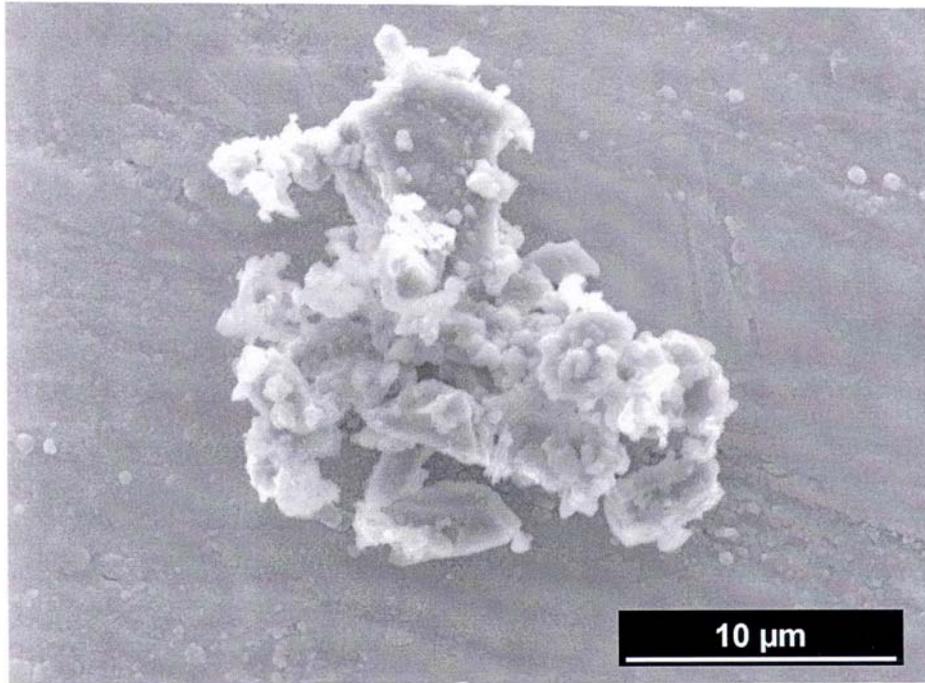


Bild 5.69: Rasterelektronenmikroskopische SE-Aufnahme eines Partikelagglomerates.

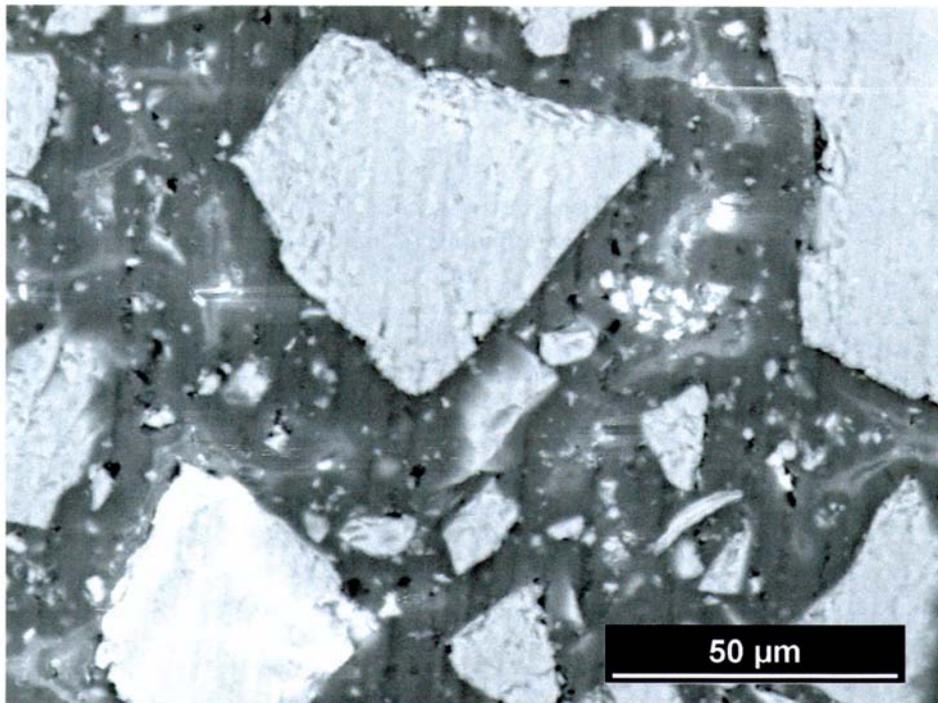


Bild 5.70: Rasterelektronenmikroskopische BSE-Aufnahme eines Querschliffs der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 1 (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

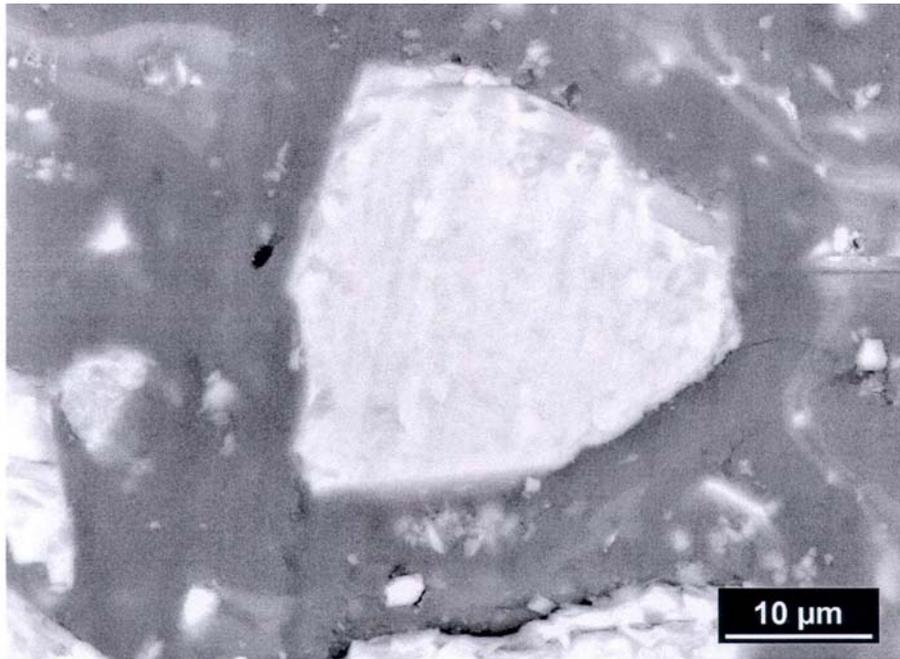


Bild 5.71: Rasterelektronenmikroskopische BSE-Aufnahme eines Querschliffs nach Einbettung der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 1 (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

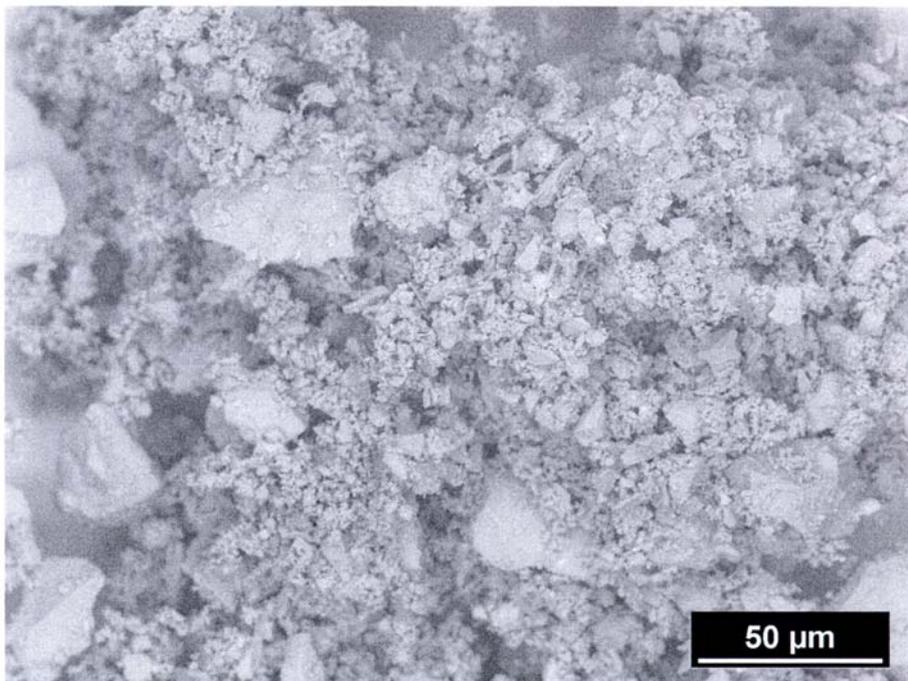


Bild 5.72: Rasterelektronenmikroskopische BSE-Aufnahme einer Partikelanhäufung (Diabasprobe 6, siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

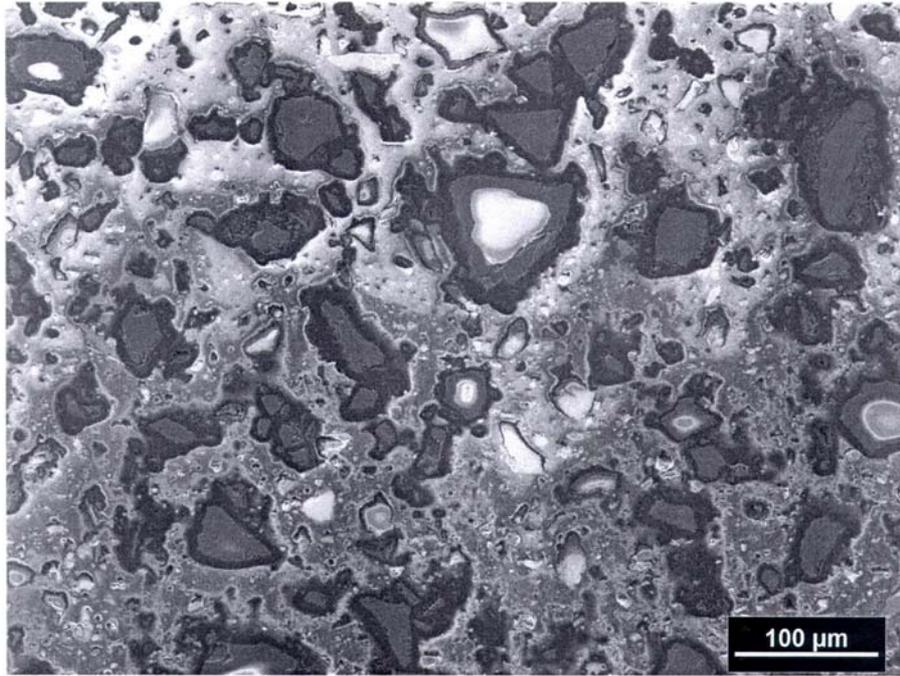


Bild 5.73: Rasterelektronenmikroskopische BSE-Kontrast-Aufnahme der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 6 (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

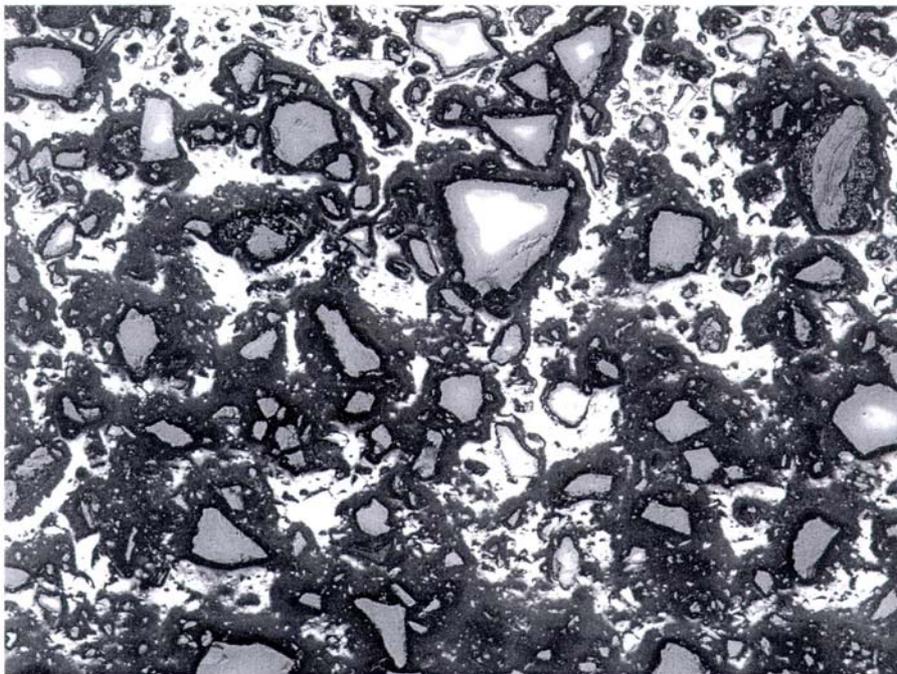
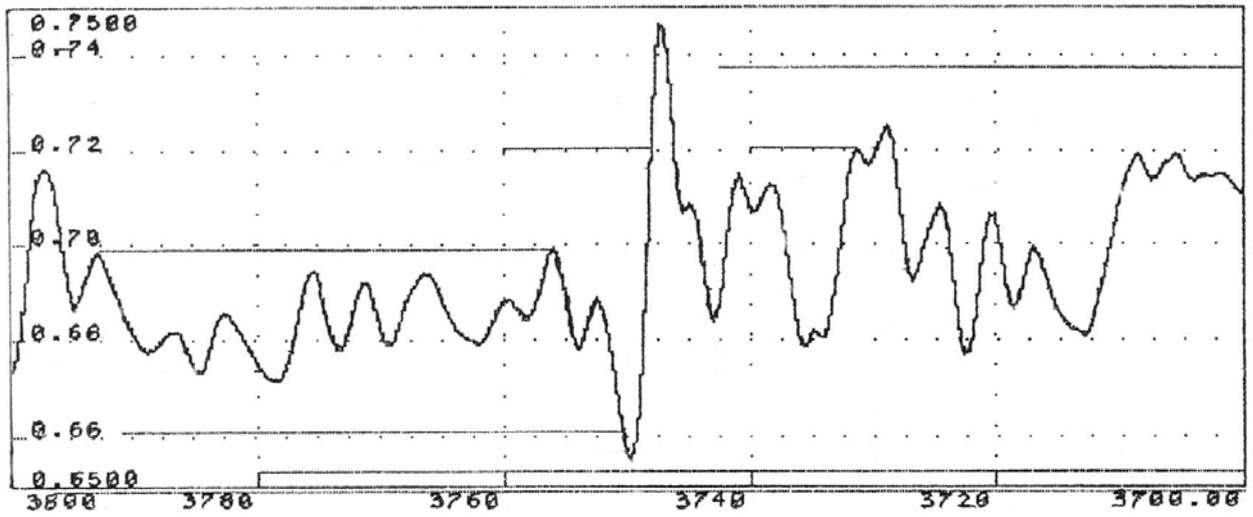
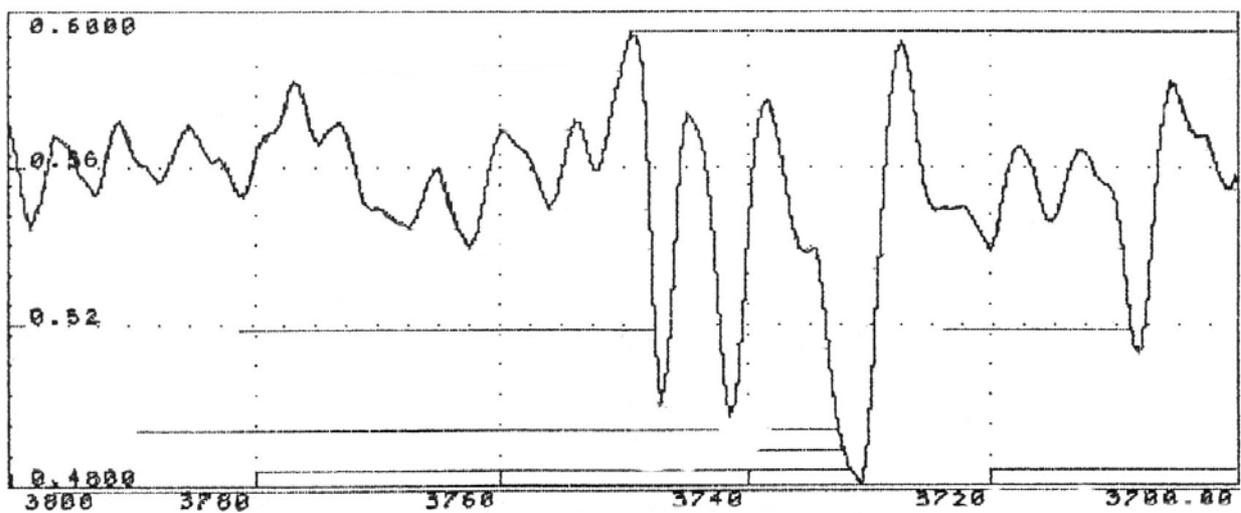


Bild 5.74: Rasterelektronenmikroskopische SE-Kontrast-Aufnahme der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 6 (siehe Tabelle 4.6, Abschnitt 4.2.7.1).

5.2.4 IR-spektroskopische Analyse

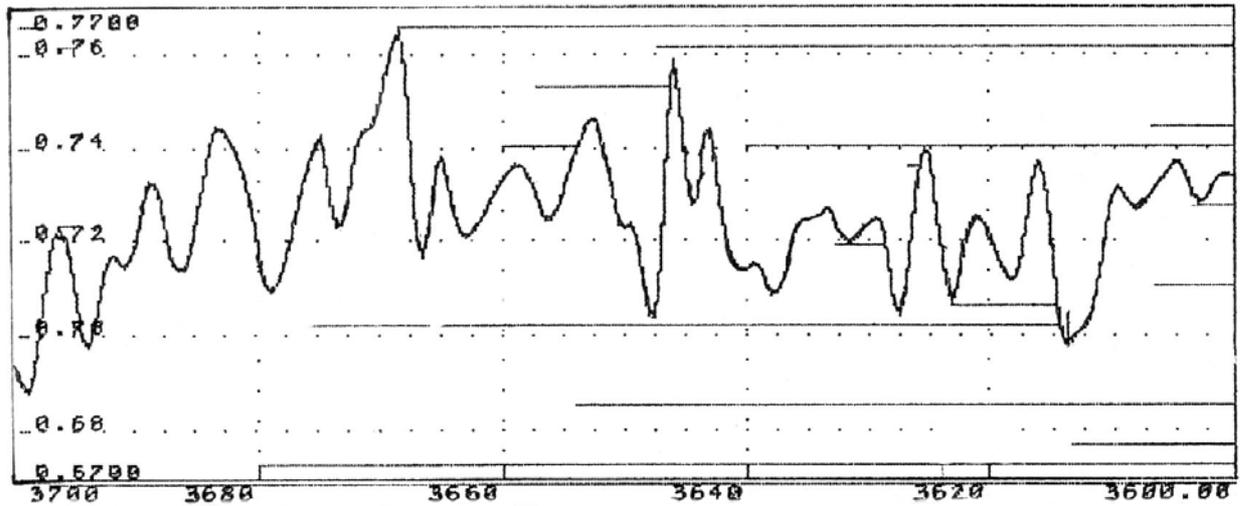


a)

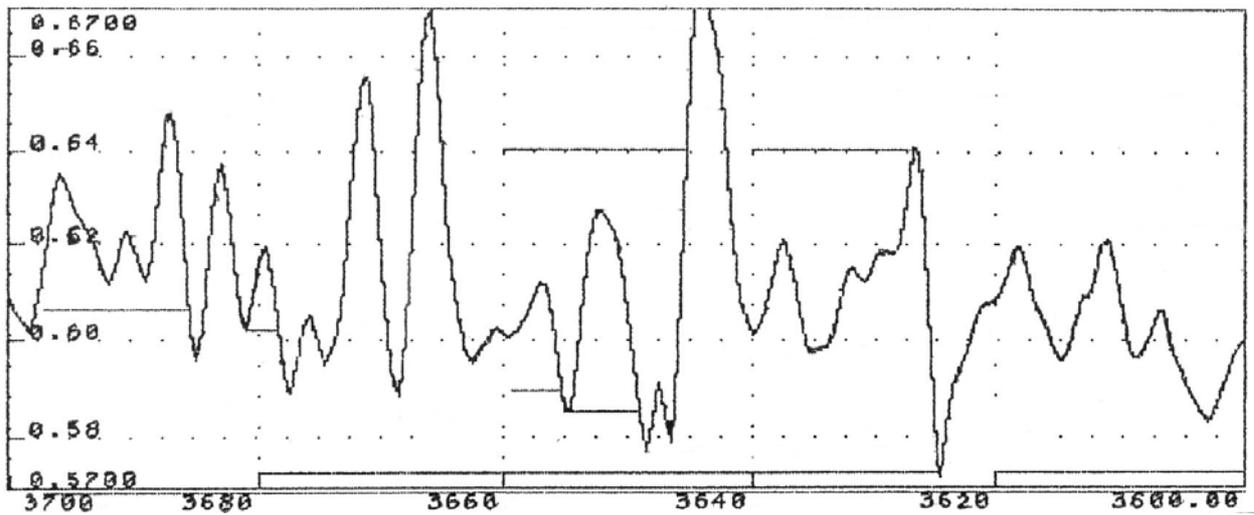


b)

Bild 5.75: IR-Spektren a) der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6) und b) des Ausgangsdiabases im Bereich von 3800 cm^{-1} bis 3700 cm^{-1} .

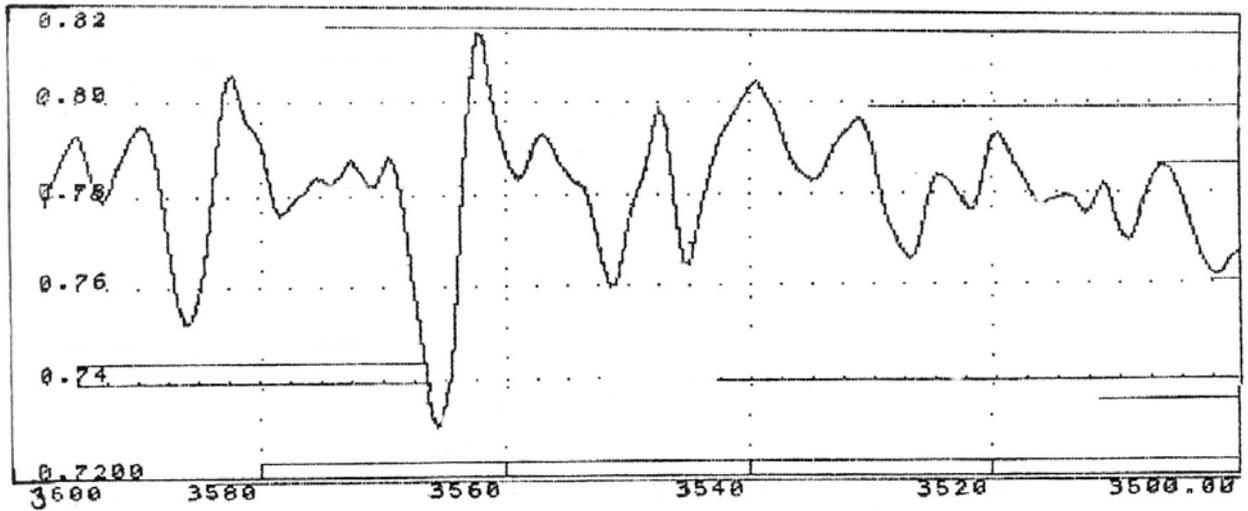


a)

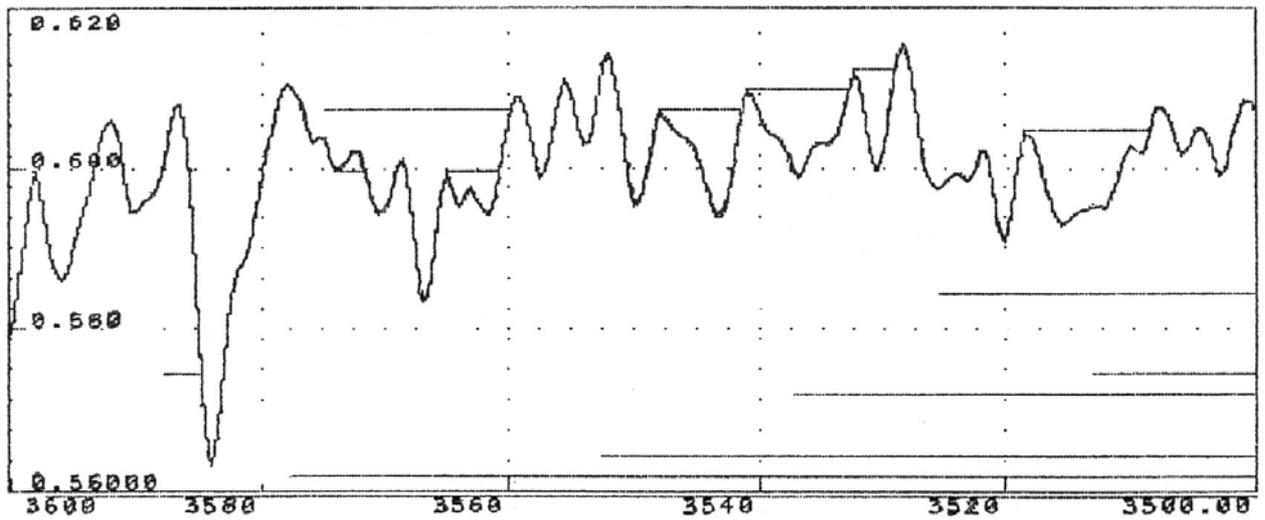


b)

Bild 5.76: IR-Spektren a) der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6) und b) des Ausgangsdiabases im Bereich von 3700 cm^{-1} bis 3600 cm^{-1} .

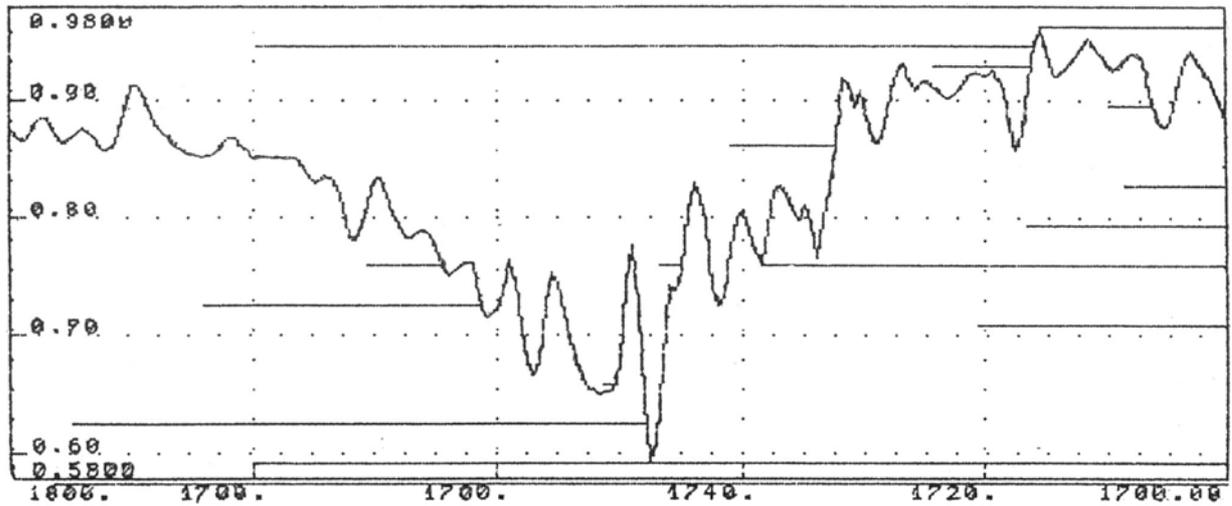


a)

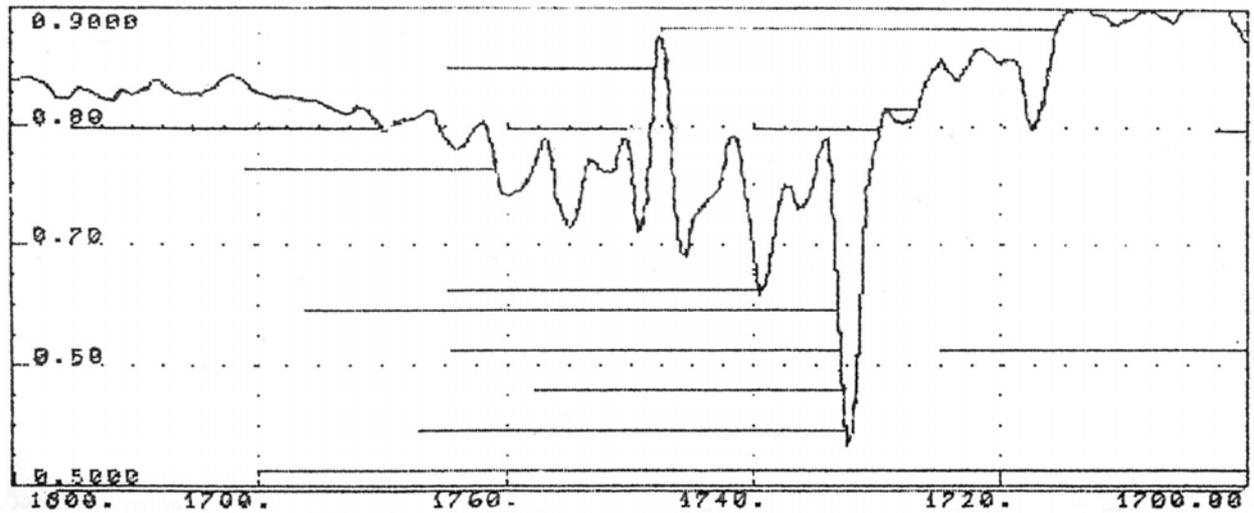


b)

Bild 5.77: IR-Spektren a) der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6) und b) des Ausgangsdiabases im Bereich von 3600 cm^{-1} bis 3500 cm^{-1} .



a)



b)

Bild 5.78: IR-Spektren a) der in der Strahlschicht modifizierten Diabasprobe 3 (siehe Tabelle 4.6) und b) des Ausgangsdiabases im Bereich von 1800 cm^{-1} bis 1700 cm^{-1} .

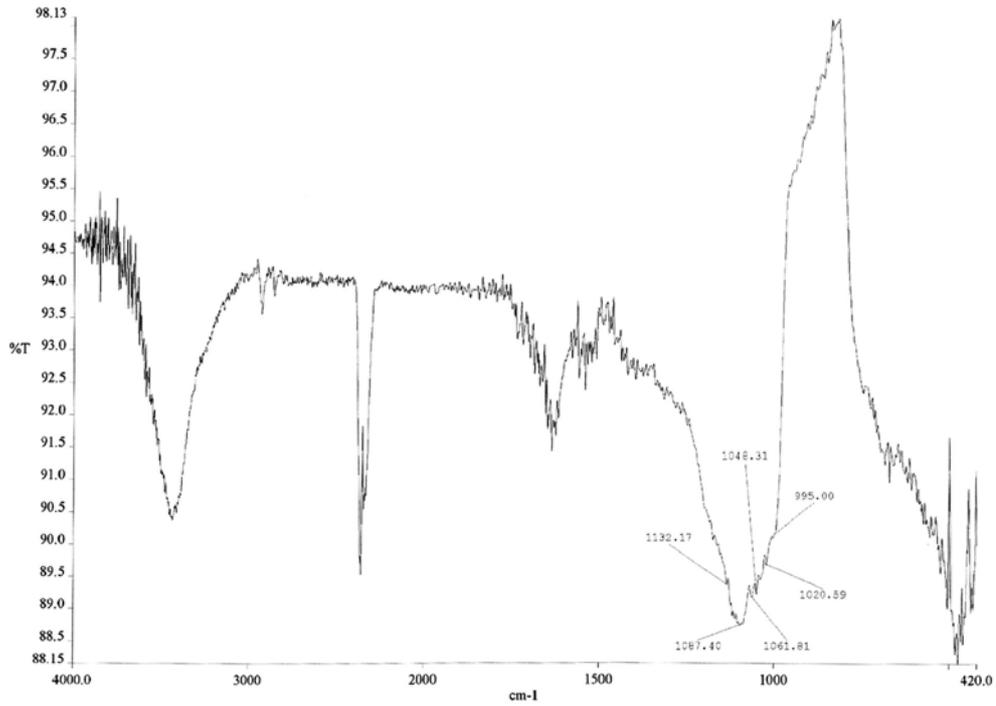


Bild 5.79: IR-Spektrum des Siliziumcarbids (Transmission) im Bereich von 4000 cm^{-1} bis 420 cm^{-1} .

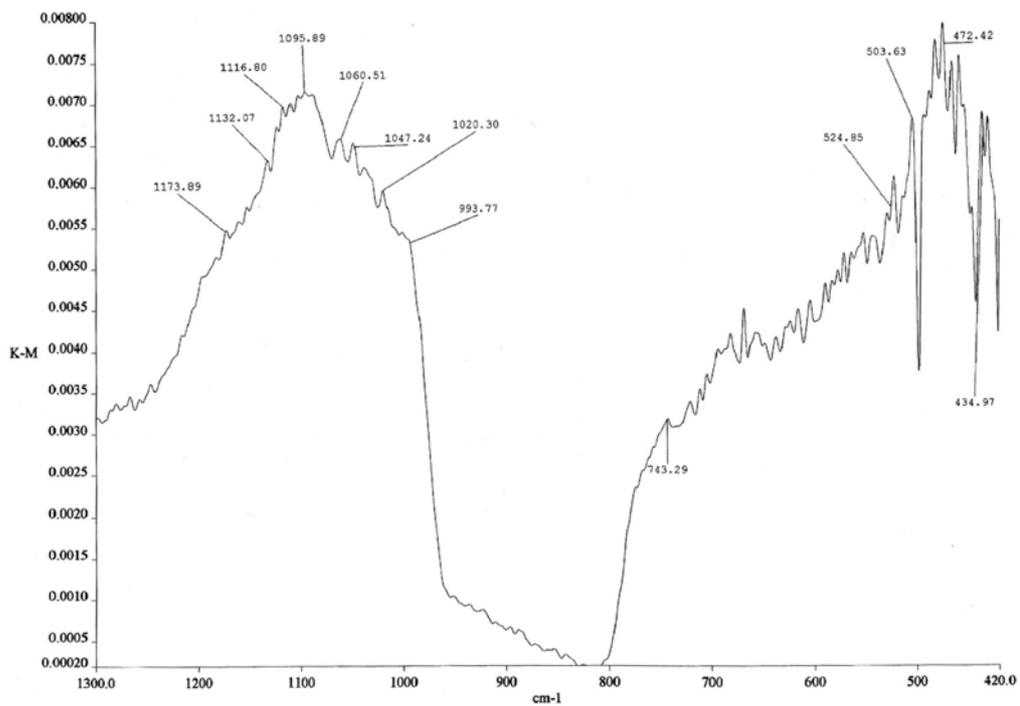


Bild 5.80: IR-Spektrum des Siliziumcarbids (diffuse Reflexion) im Bereich von 1300 cm^{-1} bis 420 cm^{-1} .

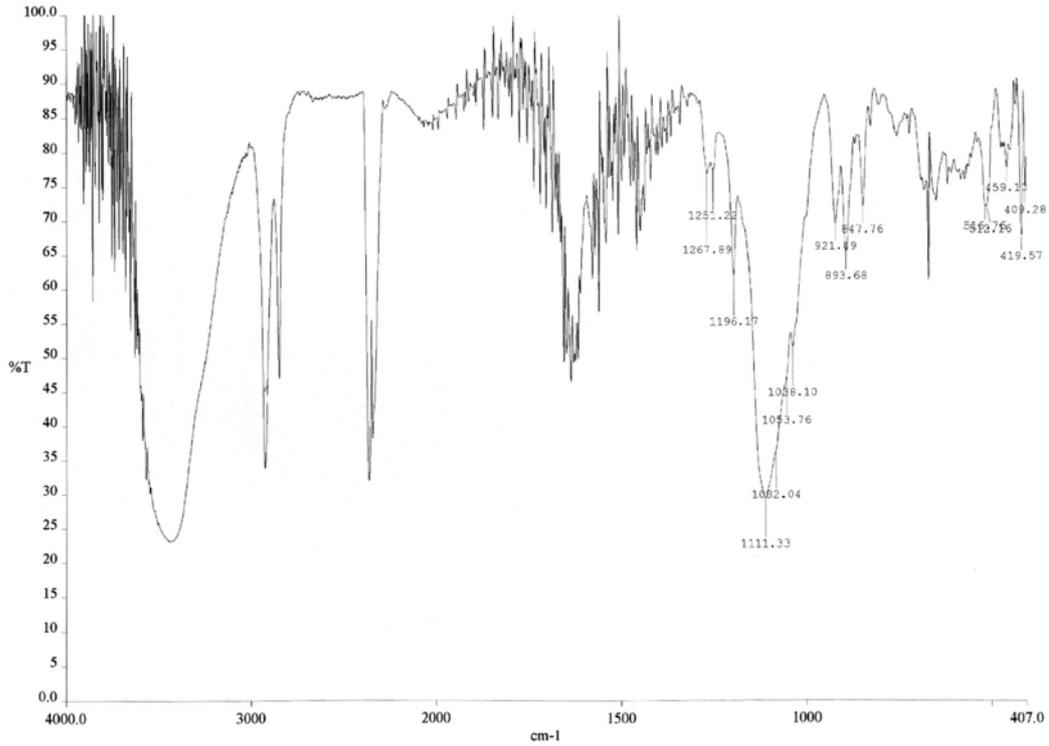


Bild 5.81: IR-Spektrum des Graphits (Transmission) im Bereich von 4000 cm⁻¹ bis 407 cm⁻¹.

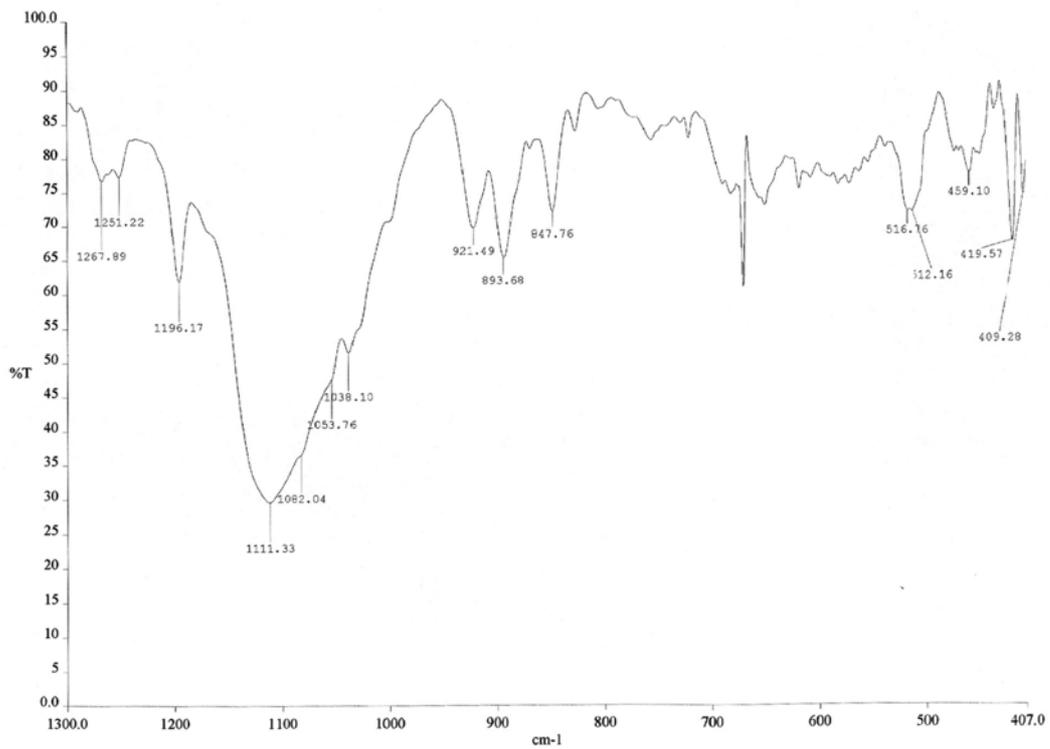


Bild 5.82: IR-Spektrum des Graphits (Transmission) im Bereich von 1300 cm⁻¹ bis 407 cm⁻¹.

5.2.5 Sauer-basische Spektren

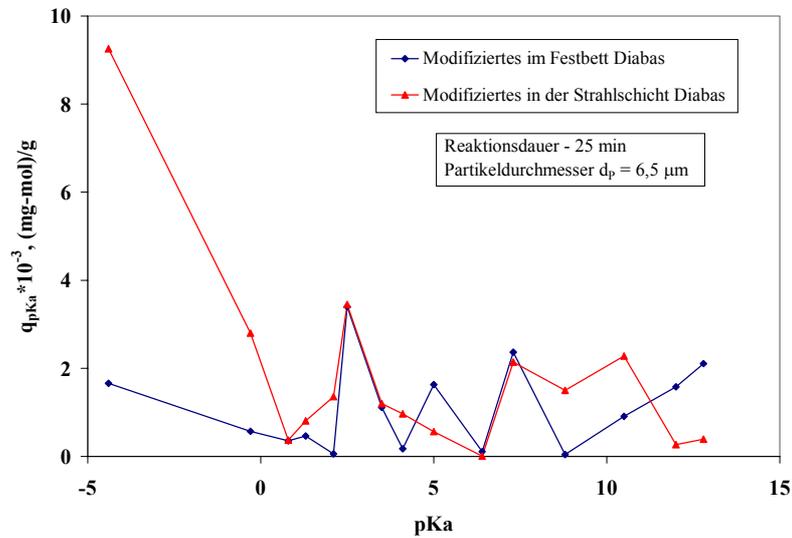


Bild 5.83: Vergleich zwischen den sauer-basischen Spektren des im Festbett modifizierten Diabas und des in der Strahlschicht modifizierten Diabas bei der Reaktionsdauer 25 min.

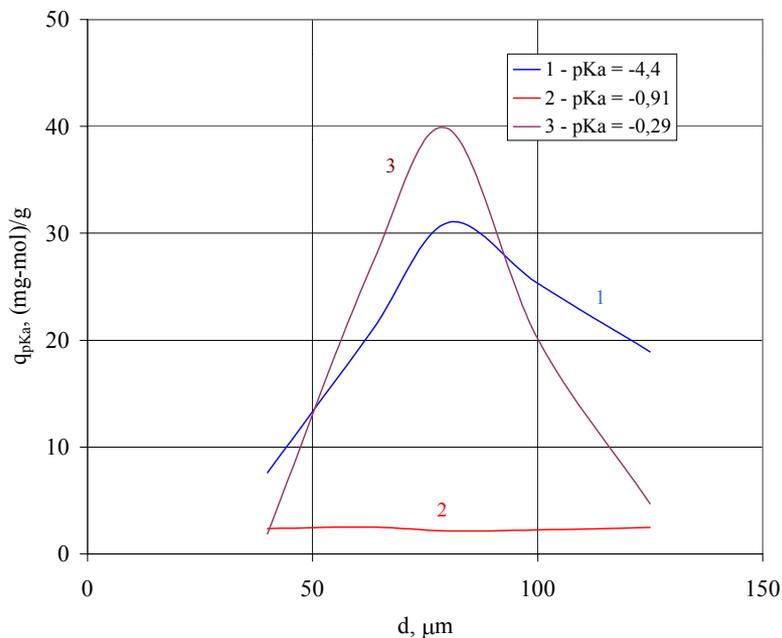


Bild 5.84: Abhängigkeit der Menge der Adsorptionsaktivstellen (für Indikatoren mit bestimmten $pK_a = -4,4$, $pK_a = -0,91$ und $pK_a = -0,29$) vom Partikeldurchmesser für Ausgangsdiabasproben.

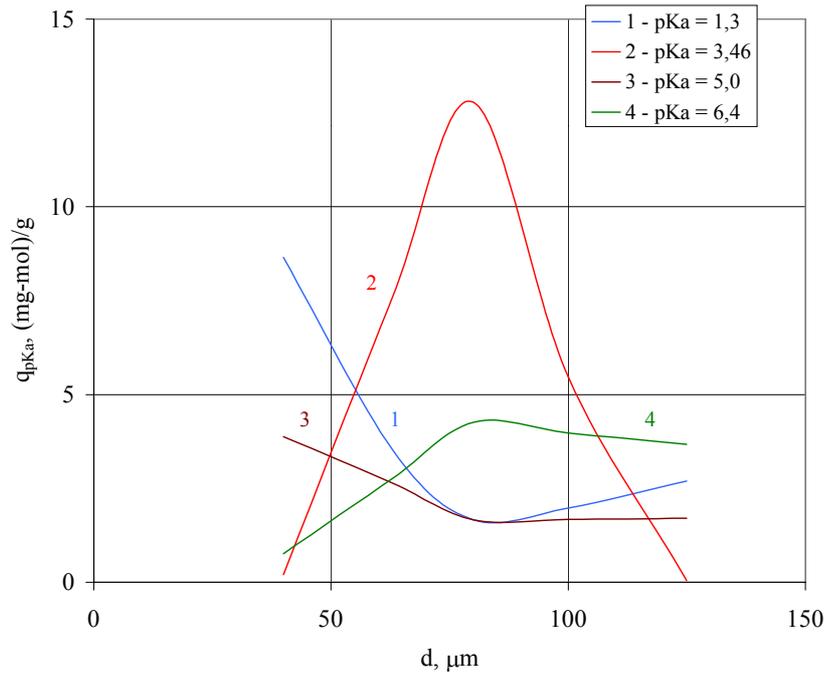


Bild 5.85: Abhängigkeit der Menge der Adsorptionsaktivstellen (für Indikatoren mit bestimmten $pK_a = 1,3$, $pK_a = 3,46$, $pK_a = 5,0$ und $pK_a = 6,4$) vom Partikeldurchmesser für Ausgangsdiabasproben.

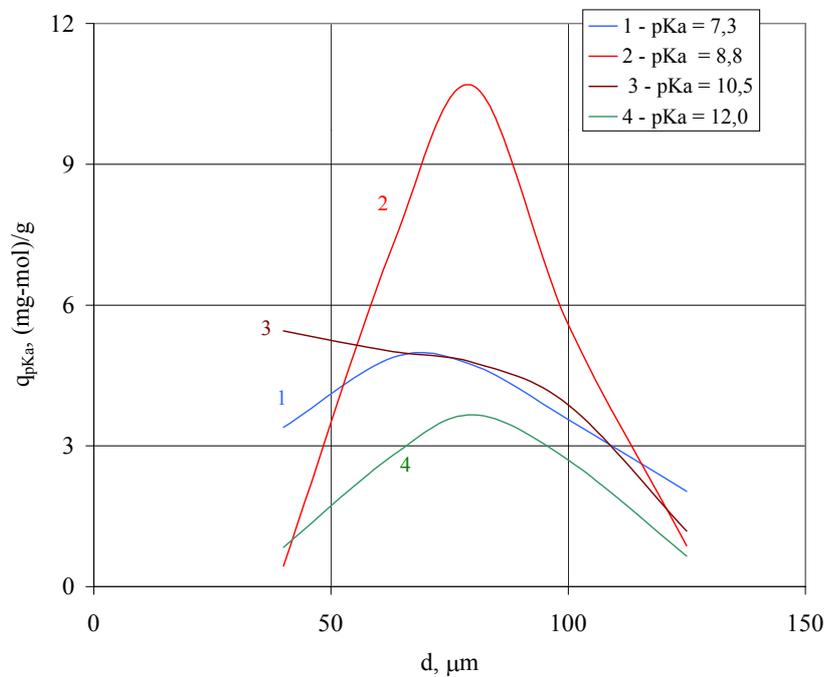


Bild 5.86: Abhängigkeit der Menge der Adsorptionsaktivstellen (für Indikatoren mit bestimmten $pK_a = 7,3$, $pK_a = 8,8$, $pK_a = 10,5$ und $pK_a = 12,0$) vom Partikeldurchmesser für Ausgangsdiabasproben.

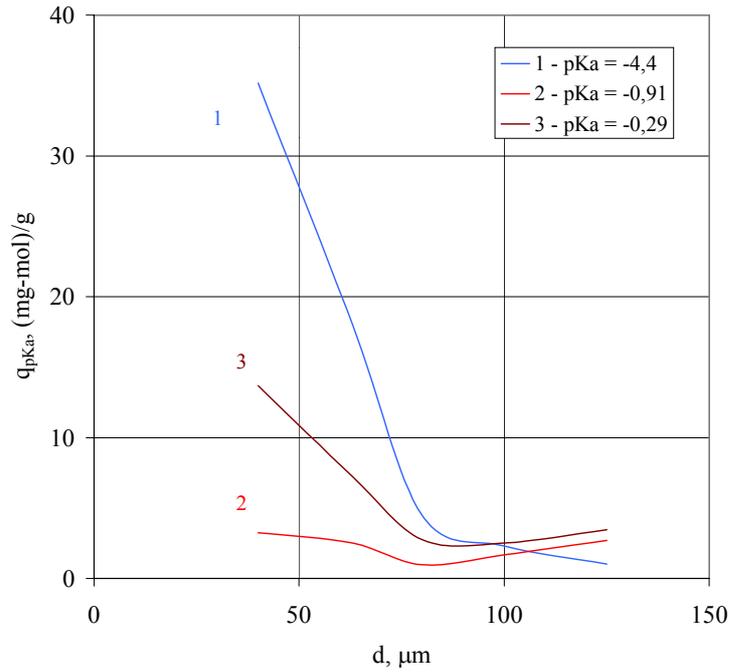


Bild 5.87: Abhängigkeit der Menge der Adsorptionsaktivstellen (für Indikatoren mit bestimmten $pK_a = -4,4$, $pK_a = -0,91$ und $pK_a = -0,29$) vom Partikeldurchmesser für modifizierte Diabasproben.

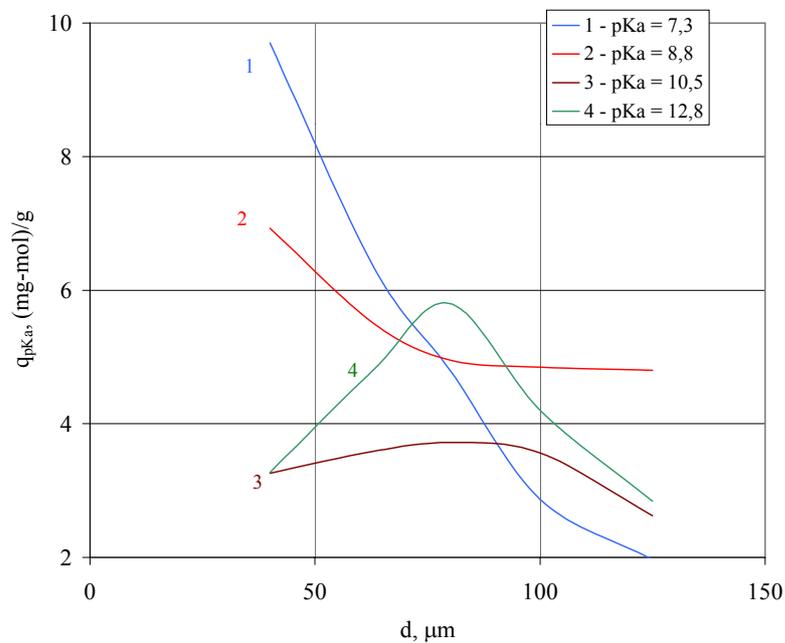


Bild 5.88: Abhängigkeit der Menge der Adsorptionsaktivstellen (für Indikatoren mit bestimmten $pK_a = 7,3$, $pK_a = 8,8$, $pK_a = 10,5$ und $pK_a = 12,0$) vom Partikeldurchmesser für modifizierte Diabasproben.

6 Literaturverzeichnis

- [1] *Abdelrazek, I.D.:*
An Analysis of Thermo-chemical Deposition in Spouted Beds.
Ph. D. thesis, Univ. of Tennessee, Knoxville, 1969
- [2] *Accuntins, J.A.; Wilde, D.S.:*
Pyrplytic Deposition in a Spouted Bed.
United States Patent 5 284 676; 1990
- [3] *Aerov, M.Z.; Todes, O.M.:*
Hydrodynamik und Wärmetransport der Festbett- und Wirbelschichtapparate.
Chemie, Leningrad, S. 510, 1968
- [4] *Akins, R.J.; Bokros, J.C.:*
The Deposition of Pure and Alloyed Isotropic Carbons in Steady-state Fluidized Beds.
Carbon, 12 (1976), S.439-441
- [5] *Alechin, P.A.:*
Die Methode der molekularen Beschichtung – eine perspektivische Methode für die
Mikro-elektronik in „Zweckmäßige Synthese von Feststoffen“, Band 3, S.140-150
Universität-Sankt-Petersburg, Sankt-Petersburg, 1992
- [6] *Aleskovskii, V.B.:*
Stöchiometrie und Synthese von Feststoffen.
Gostchimisdat, Leningrad, S. 140, 1976
- [7] *Aleskovskii, V.B.:*
Chemie der Feststoffe.
Gostchimisdat, Leningrad, S.255, 1978
- [8] *Aleskovskii, V.B.:*
Zweckmäßige Synthese von Feststoffen.
Universität Leningrad, Leningrad, Band 2 (1987), S.3-11

- [9] *Angelopoulos, G.N.; Kinkel, S.; Voudoris, N.:*
Thermochemical Aspects of the Formation of Ti-bearing Coating in a Fluidized Bed CVD Process.
Surf. Coat. Techn., 78 (1996), S.72-77
- [10] *Arai, T.; Takeda, H.:*
Chromizing and Boriding by use of a Fluidized Bed.
Ind. Heating, 58 (8) (1987), S.18-19
- [11] *Avidan, A.; Yerushalmi, J.:*
in Fluidization, 2nd ed., J.F. Davidson et al., eds.,
Academic Press, New York, S.225, 1985
- [12] *Baeur, G.; Stöber, W.:*
Koll. Z., 160 (1958), S.142
- [13] *Bayer, C.J.:*
Aufbringung von Siliziumoxidschichten durch Plasma-CVD und Anwendung auf Beschichtungen in einer Plasma-Wirbelschicht.
Doktorarbeit, Zürich, 1997
- [14] *Bennet, K.O.; Maiers, J.E.:*
Hydrodynamik, Wärme- und Stoffübergang (übersetzt in Russisch).
Nedra, Moskau, S. 726, 1966
- [15] *Beranek, J.; Sokol, D.:*
Technik der Wirbelschicht (übersetzt in Tschechisch).
Gostoptechizdat, Moskau, S. 250, 1962
- [16] *Bokros, J.C.:*
The Preparation, Structure and Properties of Pyrolytic Carbon, in "Chemistry and Physic of Carbon".
Ed. Marcel Dekker, New York, 1969, Vol. 5, S.70

- [17] *Čatipović, N.M.; Jovanović, G.N.; Fitzgerald, T.J.:*
Regimes of Fluidisation for Large Particles
AIChE J., 24, (1978), S.543-547
- [18] *Chen, F.-S.; Lee, P.Y.; Yeh, M.-Ch.:*
Thermal Reactive Deposition Coating of Chromium Carbide on the Steel in a
Fluidized Bed Furnace.
Mater. Chem. Phys., 53 (1998), S.19-27
- [19] *Chen, J.J.J.:*
On Jet Flow in Porous Media as Related to the Spouted Bed.
Can. J. Chem. Eng., 63 (1985), S.361-367
- [20] *Deividsov, I.F.; Harrison, D.:*
Spouted Bed
Übersetzt unter Redaktion von N.I. Gelperin,
Chemie, Moskau, S.184, 1965
- [21] *Dolidovich, A.F.; Efremtsev, V.S.:*
Studies of Spouted Beds with Small Outlet-Inlet Cross-Section Ratios
Can. J. Chem. Eng., 61 (1983), S.382-389
- [22] *Dolidovich, A.F.; Efremtsev, V.S.:*
Hydrodynamics and Heat Transfer of Spouted Beds with Two-Component (Gas-Solid)
Dispersing Medium.
Can. J. Chem. Eng.; 61 (1983), S.398-405
- [23] *Donchev, D.:*
Strahlschicht – Pneumatik
Diplomarbeit, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1999
- [24] *Epstein, N.; Lim, C.J.; Mahtur, K.B.:*
Data and Models for Flow Distribution and Pressure Drop in Spouted Beds.
Can. J. Chem. Eng., 56 (1978), S.436-447

- [25] *Ergun, S.:*
Fluid Flow through Packed Columns,
Chem. Ing. Prog., 48 (1952), S. 89-94
- [26] *Gay, E.; Nelson, G.L.; Clary, B.L.:*
Air Flow Requirements and Bed Turnover Time for a Spouted Bed Peanut Drier.
Paper no. 70-309 presented at the Minneapolis meeting of Am. Soc. of Agric. Engrs,
1970
- [27] *Geldart, D.:*
Types of Gas Fluidization.
Powder Technol., 7, (1973), S.285-292
- [28] *Geldart, D.:*
Gas Fluidization Technology.
Wiley, New York, 1986
- [29] *Gelperin, N.J.; Ainstein, W.G.; Gelperin, E.N.; Lwowa, S.D.:*
Chemie und Technologie der Brennstoffe und Öle, 5 (1960), S.51
- [30] *Gelperin, N.I., Ainstein, V.G., Kwascha, V.B.:*
Grundlagen der Wirbelschichttechnik.
Chemie, Moskau, S. 664, 1967
- [31] *Gishler, P. E.; Mathur, K. B.:*
Method of contacting solid particles with fluid.
U.S. patent No. 2 786 280 to National Research Council of Canada, 1957 (filed 1954).
Brit. Patent no. 801 315.
- [32] *Goltsitker, A.D.:*
Dissertation, Lensovet Technologisches Institut, Leningrad, 1967
- [33] *Goroschko, W. D.; Rosenbaum, R. B.; Todes, O. M.:*
Neft i Gas ;1 (1958), S.125

- [34] *Gorshtein, A.E.; Mukhlenov, I.P.:*
Zh. Prikl. Khim. (Leningrad), 37 (1964), S. 1887
- [35] *Grabavčić, Ž.B.; Vulkovic, D.V.; Zdanski, F.K., Littman, H.:*
Fluid Flow Pattern, Minimum Spouting Velocity and Pressure Drop in Spouted Beds.
Can. J. Chem. Eng., 54 (1976), S.33-42
- [36] *Grace, J.R.:*
Contacting Models and Behavior Classification of Gas-Solid and Other Two-Phase
Suspensions
Can. J. Chem. Eng., 64, (1986), S.353-363
- [37] *Graf von Matuschka, A.; Trausner, N.; Ziese, J.:*
Borieren im Wirbelbett.
HTM, 43 (1) (1988), S.21-25
- [38] *Heschel, W.; Klose, E.:*
Zum strömungstechnischen Verhalten feinstkörniger Güter in der Wirbelschicht.
Chem. Techn., 33 (1981), S.122-125
- [39] *Hofbauer, M.:*
Untersuchung des Stoff – Wärmeüberganges in asymmetrischen Strahlschichten
Diplomarbeit, TU Otto – von – Guericke Magdeburg, 1987
- [40] *Hofmann, P.:*
Mathematische Modellierung der Pneumatik einer doppelkonischen Strahlschicht.
Dissertation, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1991
- [41] *Hopta, V.M.; Mitev, D.T.:*
Probleme bei der Optimierung ökonomischer Kennziffern der Wärmeübergangs-
prozessen (russ.).
J.Prikl.Chem., 69 (1996), S.1707-1911

- [42] *Horio, M. et al.:*
in *Circulating Fluidized Bed Technology*, eds., Pergamon, New York, S.225, 1986
- [43] *Iordanova, E. N.; Mitev, D. T.; Mörl, L.:*
Einige hydrodynamische Charakteristiken des Strahlschichtapparates mit zwei Gaseingängen.
Chimia i Industria, 1(1998), S. 55
- [44] *Iordanova, E. N.; Mitev, D. T.; Mörl, L.:*
Hydrodynamische Kennwerte eines Strahlschichtapparates mit zwei Gaseingängen.
Chemie Ingenieur Technik, 72, (9), (2000), S. 1059-1060
- [45] *Iordanova, E. N.; Mitev, D. T.; Mörl, L.:*
Experimentelle Untersuchung und Berechnung der Arbeitsbereiche eines spaltförmigen Strahlschichtapparates.
Internationales Innovationsseminar, Magdeburg, 26-27.Oktober (2000)
- [46] *Japka, J.E.; Staffin, R.; Bhatia, S.S.:*
Hard Surface Coatings for Metal in Fluidized Beds.
United States Patent 4,623,400; 1986
- [47] *Jasinski, J.; Jeziorski, L.; Kubara, M.:*
Carbonnitriding of Steel in Fluidized Beds.
Heat Treat. Met., 123 (2) (1985), S.41-46
- [48] JCPDC, ASTM (American Society of Testing the Materials)
Meisel, A; Leonard, G.; Szargan, R.:
X-ray spectra and chemical binding
Springer, VIII, S.458, 1989
- [49] *Kasatochkin, V.J.:*
Chemische Struktur des Kohlenstoffs und der Kohle.
Nauka, Moskau, 1969, S.136

- [50] *Klimenko, J.G.; Rabinovich, M.I.:*
Wärmephysik und Wärmetechnik.
Kiev, 22, (1972), S.57
- [51] *Klose, E.; Heschel, W.; Müller, G.; Meinhard, B.-M.; Geitner, F.:*
Beitrag zur Hydrodynamik von Spout-fluid-Systemen.
Chem. Techn., 36 (1984), S.186-190
- [52] *Kmieč, A.:*
Expansion of Solid–Gas Spouted Beds.
Chem. Eng. J., 13 (1977), S.143-147
- [53] *Kmieč, A.:*
The Minimum Spouting Velocity in Conical Beds.
Can. J. Chem. Eng.; 61 (1983), S.274-280
- [54] *Kolcov, S.I.; Aleskovskii, V.B.:*
Silikagel, seine Struktur und chemische Zusammensetzung.
Gostchimisdat, Leningrad, 1963, S.96
- [55] *Kolcov, S.I.; Smirnov, B.M.; Aleskovskii, V.B.:*
Untersuchung des Trägereinflusses auf die Katalysatoreigenschaften I.
Kinetik und Katalyse, 11 (1970), S.1013-1021
- [56] *Kolcov, S.I.; Smirnov, B.M.; Aleskovskii, V.B.:*
Untersuchung des Trägereinflusses auf die Katalysatoreigenschaften II.
Kinetik und Katalyse, 14 (1973), S.1300-1303
- [57] *Kopilov, W.:*
Synthese von Kohlenstoffschichten auf der Oberfläche von Siliziumdioxid durch die
Methode der molekularen Modifizierung.
Dissertation, LTI-Leningrad, 1977

- [58] *Kucharski, J.; Kmieč, A.:*
Hydrodynamics, Heat and Mass Transfer During Coating of Tablets in a Spouted Bed.
Can. J. Chem. Eng., 61 (1983), S.435-439
- [59] *Kunii, D.; Levenspiel, O.:*
Fluidisation Engineering 2nd ed.
Butterworth – Heinemann, Stoneham, USA, S.491, 1991
- [60] *Kürsad, D., Kilkis, B.:*
Numerical Analysis of Spouted-Bed Hydrodynamics.
Can. J. Chem. Eng.; 61 (1983), S.297-302
- [61] *Lau, K.H.; Sanjaurjo, A.; Wood, B.J.:*
Aluminum and Alumina Coating on Copper by Chemical Vapor Deposition in
Fluidized Bed Reactors.
Surf. Coat. Techn., 54/55 (1992), S.234-240
- [62] *Li, Y.; Kwaik, M.:*
in Fluidization III, J.R. Grace and J.M. Matsen, eds., Plenum, New York, 1980
- [63] *Lisichkin, G.V.:*
Modifiziertes Siliziumdioxid in Chromatographie und Katalyse.
Chemie, Moskau, 1986
- [64] *Lisichkin, G.V.; Kudryavtsev, M.V.:*
Homogeneous and Heterogeneous Catalysis. Proc. of the Vth Intern. Symp.
Novosibirsk, 15-19 July 1986, S.393-418
- [65] *Lim, C.J.; Mahtur, K.B.:*
A Flow Model for Gas Movement in Spouted Beds.
AIChEJ, 22 (1976), S.674-680

- [66] *Littman, H.; Morgan, M. H.:*
A General Correlation for the Minimum Spouting Velocity.
Can. J. Chem. Eng.; 61 (1983), S.269-273
- [67] *Lu, G.Q.; Leong, K.S.:*
An Experimental Study of the Porosity of Powder Coating in a Fluidized Bed.
Powder Technology, 81 (1994), S.201-206
- [68] *Markowski, A.; Kaminski, W.:*
Hydrodynamic Characteristics of Jet-Spouted Beds.
Can. J. Chem. Eng.; 61 (1983), S.377-381
- [69] *Mathyr, K. B.; Gishler, P.E.:*
A study of the application of the spouted bed technique to wheat drying.
J. of Appl. Chem., 5 (1955a), 11, S.624-636
- [70] *Mathyr, K.B.; Gishler, P. E.:*
A technique for contacting gases with coarse solid particles.
AIChE J., (1955b), S.157-164
- [71] *Mathur, K. B.; Epstein, N.:*
Spouted Beds
Academic Press, New York, S.284, 1974
- [72] Mc Graw-Hill Encyclopedia of Science and Technology.
Vol. 2, 8th Edition, 1977
- [73] *Meisen, A.; Mathur, K.B.:*
Sulphur Coating of Fertilizer in a Spouted Bed.
24th Canadian Chemical Engineering Conference, Calgary, Alberta, October 1977
- [74] *Merry, J.M.D.:*
Penetration of Vertical Jets into Fluidized Beds.
AIChE J., 21 (1975), S. 507-510

- [75] *Minkov, S.; Mintschev, A.; Nikolov, D.:*
Hydrodynamik eines Zweikammerwirbelschichttrockners.
Chem. Technik, 44, 10, (1992), S. 333-336
- [76] *Mitev, D. T.:*
Untersuchung der Wirbelschichthydrodynamik im prismatischen Apparat (russ.).
Dissertation, LTI Leningrad, 1967
- [77] *Mitev, D. T.:*
Teplo- i masoobmen dispersnoih sistem v aparatah so vsveschenaim sloem, (Wärme- und Stofftransport disperser Systeme in Wirbelschichten) (monogr.) (russ.).
ONIEHIM, Tscherkasii, N 1975 –78, Dep. (1978), S.127
- [78] *Mitev, D. T.:*
Theoretische und experimentelle Untersuchung der Hydrodynamik, des Wärme- und Stoffüberganges in Strahlschichtapparaten (russ.).
Habilitation, LTI Leningrad, 1979
- [79] *Mitev, D.T.:*
Bestimmung der Arbeits- und Optimalgeschwindigkeit des Fluides in Wirbelschichtapparaten (bulg.).
GWHTI – Burgas, 19 (1984), 1, S.81
- [80] *Mitev, D.T.; Grosdev, G.D.:*
Wärmeübergang zwischen der Wirbelschicht und der Oberfläche bei optimalen Bedingungen (russ.).
Zh. Prikl. Khim., 9 (1986), S.2039-2043
- [81] *Mitev, D.T.; Rusev, D.R.:*
Bestimmung der minimalen Arbeitsgeschwindigkeit in der Wirbelschicht bei Hochdruck (russ.).
Zh. Prikl. Khim., 10 (1987), S.2361

- [82] *Mitev, D.T.; Rusev, D.R.:*
Trocknung flüssiger und pastenförmiger Materialien in einer Wirbelschicht aus inerten Stoffen im Vakuum (russ.).
Zh. Prikl. Khim., 2 (1990), S.331-335
- [83] *Mörl, L.; Künne, H.-J.; Krell, L.; Sachse, J.; Kliefoth, J.; Mitev, D.:*
Grenzen des stabilen Arbeitsbereiches bei der Granulationstrocknung,
Chem. Techn., 3 (1983), S. 135-137
- [84] *Mörl, L., Krüger, G., Kojouharov, K.:*
Entwicklung neuer Anströmböden für Wirbelschichten – Beispiel:
Strahlschichtapparat.
Internationales Innovationsseminar, Magdeburg, 26-27 Oktober (2000)
- [85] *Muchlenov, J.P.; Gorstein, A.E.:*
Chemische Technologie, 41 (1965), S. 443
- [86] *Murthy, D.V.R.; Singh P.N.:*
Minimum Spouting Velocity in Multiple Spouted Beds.
Can. J. Chem. Eng., 72 (1985), S.235-239
- [87] *Nagarkatti, A.; Chatterjee, A.:*
Pressure and Flow Characteristics of a Gas Phase Spou-Fluid Bed and the Minimum Spou-Fluid Condition.
Can. J. Chem. Eng., 52 (1974), S.185-195
- [88] *Nakamoto, K.:*
IR-spectrums of Inorganic and Coordination Compounds,
Mir, Moskou, 1966
- [89] *Nechiporenko, A.P.:*
Donor-acceptor Properties of the Surface of Solid Oxides.
Doctoralthesis, Techn. University-Sankt Petersburg, 1995

- [90] *Nikolaev, A.M.; Golubev, L.G.:*
Izv. Vyssh. Ucheb. Zaved. Khim. Khim. Teknol., 7, (1964), S. 855
- [91] *Olazar, M.; San Jose, M. J.; Aguayo, A. T.; Arandes, J. M.; Bilbao, J.:*
Stable Operation Conditions for Gas-Solid Contact Regimes in Conical Spouted Beds.
Ind. Eng. Chem. Res., 31 (1992), S.1784-1792
- [92] *Olazar, M.; San Jose, M. J.; Aguayo, A. T.; Arandes, J. M.; Bilbao, J.:*
Design Factors of Conical Spouted Beds and Jet Spouted Beds.
Ind. Eng. Chem. Res., 32 (1993), S.1245-1250
- [93] *Olazar, M.; San Jose, M. J.; Cepeda, E.; Ortiz de Latierro, R.; Bilbao, J.:*
Hydrodynamics of Fine Solids in Conical Spouted Beds.
In Fluidization VIII, International Symposium of the Engineering Foundation, Tours
(France), 2, (1995), S.255-262
- [94] *Olazar, M.; San Jose, M. J.; Aguayo, A. T.; Bilbao, J.:*
Solid Flow in Jet Spouted Beds.
Ind. Eng. Chem. Res., 35 (1996), S.2716-2724
- [95] *Ostrovidova, G.U.:*
Einige Wege zur Problemlösung bei der Herstellung von medizinischen Materialien
in „Zweckmäßige Synthese von Feststoffen“
Universität Leningrad, Leningrad, Band, 1983, S.110-117
- [96] *Ostrovidova, G.U.; Aleskovskii, V.B.:*
30th Microsymp. on Macromoleculs, Polymer-Supported Organic Reagent and
Catalysis, Prag, Polen, 1987, S.67-72
- [97] *Palmer, G.B.; Kullis, J.F.:*
Kohlenstoffbildung von Gasen in „Chemische und physikalische Eigenschaften des
Kohlenstoffs“.
Mir, Moskau, 1969, S.152

- [98] *Pechkovskaia, K.A.:*
Ruß als Füllstoff in Vulkanisaten.
Chemie, Moskau, 1968, S.89
- [99] *Piccinini, N.; Rovero, G.:*
Thick Coatings by Thermo-Chemical Deposition in Spouted Beds.
Can. J. Chem. Eng., 61 (1983), S.448-451
- [100] *Price, R.J.; Bokros, J.C.; Koyama, K.; Chin, J.:*
Structures and Properties of Pyrolytic Carbons Prepared in a Fluidized Bed between
1900°C and 2400°C.
Carbon, 4 (1966), S.263-269
- [101] *Rabinowitsch, M. I.:*
Wärmeübergangsprozesse in Strahlschichten (russ.).
Naukowa Dumka, Kiev, 1977, S. 173
- [102] *Rojahn, P.:*
Ausbildung und Wachstum von Boridschichten nach Behandlung im Wirbelbett.
HTM, 43 (1) (1988), S.56-60
- [103] *Romankow, P. G.; Raschkowskaja N. B.:*
Suschka vo vsveschenom sostojanie.
Isd.2-e. L., Chimia, 1968, S.357
- [104] *Romankov, P.G.; Raschkovskaja, N.B.:*
Trocknung in Wirbelschichten 3nd ed.
Chimia, Leningrad, Russland, 1978, S.278
- [105] *Rusev, D. R.:*
Untersuchung einiger wesentlicher Probleme von nichtatmosphärischen
Wirbelschichten.
Dissertation, Assen Zlatarov – Universität, Burgas, Bulgarien, 1989

- [106] *Sanjurjo, A.; McKubre, M.C.H.; Graig, G.:*
Chemical Vapor Deposition Coatings in Fluidized Bed Reactors
Surf. Coat. Techn., 39/40 (1989), S.691-700
- [107] *Sanjurjo, A.; Wood, B.J.; Lau, K.H.; Tong, G.T.; Choi, D.K.; McKubre, M.C.H.;
Song, H.K.:*
Silicon Coating on Copper by Chemical Vapor Deposition in Fluidized Bed Reactors.
Surf. Coat. Techn., 49 (1991), S.103-109
- [108] *Smirnov, V.M.:*
Methode der molekularen Modifizierung als Weg für die Synthese von heterogenen
Katalysatoren in „Zweckmäßige Synthese von Feststoffen“, Band 1, S.90-109
Universität Leningrad, Leningrad, 1983
- [109] *Tanabe, K.:*
Solid Acids and Bases.
Mir, Moskva, S.183, 1973
- [110] *Tesner, P.A.:*
Kohlenstoffbildung aus gasförmigen Kohlenstoffwasserstoffen.
Chemie, Moskau, S.143, 1972
- [111] *Thorley, B.; Saunby, J.B.; Mathur, K.B.; Osberg, G.L.:*
An Analysis of air and solid flow in a Spouted Wheat bed.
The Can. J. of Chem. Eng., 37 (1959), S.184-192
- [112] *Tsutsumi, A.; Sasaki, A.; Aihara, M.; Yoshida, K.:*
Kagaku Kodaku Rombunshu, 20 (1994), S.248-254
- [113] *Tsutsumi, A.; Nakamoto, S.; Mineo, T.; Yoshida, K.:*
A Novel Fluidized Bed Coating of Fine Particles by Rapid Expansion of Supercritical
Fluid Solution.
Powder Technology, 85 (1995), S.275-278

- [114] *Tsvik, M.Z.; Nabiev, M.N.; Rizaev, N.U.; Merenkov, K.V.; Vyzgo, V.S.:*
Die Beeinflussung der Geschwindigkeit im Ringraum durch Verschmelzungsprozesse bei der Düngemittelgranulation.
Uzb. Khim. Zh., 11 (1967), 2, S. 50-58
- [115] *Tsvetkov, V.K.; Sirkova, O. V.; Kabanov, D.A.:*
Untersuchung der Synthese nach der Methode der Zwischenphasen-Polykondensation von organischen Polymeren und anorganischen Füllstoffen in „Zweckmäßige Synthese von Feststoffen“
Universität-Sankt-Petersburg, Sankt-Petersburg, Band 3, 1992, S.122-128
- [116] *van Deemter, J.J.:*
in Fluidization III, J.R. Grace and J.M. Matsen, eds., Plenum, New York, 1980
- [117] *Wan-Fyong, F.; Romankov, P.G.; Raschkovskaja, N.B.:*
Zh. Prikl. Khim. (Leningrad), 7 (1969), 3, S. 609
- [118] *Wang, Z.; Kwauk, M.; Li, H.:*
Fluidisation of Fine Particles.
Chem. Eng. Scien., 53 (1998), S.377-395
- [119] *Weye, W.:*
Research, 3 (1950), S.230
- [120] *Wood, B.J.; Sanjurjo, A.; Tong, G.T.; Swider, S.E.:*
Coating of Particles by Chemical Vapor Deposition in Fluidized Bed Reactors.
Surf. Coat. Techn., 49 (1991), S.228-232
- [121] *Zabrodskii, S.S.:*
Hydrodynamik und Wärmeübergang in der Wirbelschicht.
Gostenergoisdat, Moskau, S. 487, 1963

[122] *Zhu, D.; Hing, P.; Brown, P.; Sahai, Y.:*

Characterization of Silicon Carbide Coating Grown of Graphite by Chemical Vapor Deposition.

J. Mater. Proc. Techn., 48 (1995), S.517-523

Lebenslauf

- Persönliche Daten:** Elka Piskova
geb. am 26.06.1971 in Silistra, Bulgarien
- Schulbildung:** 09/1978 – 06/1986
Allgemeinbildende Oberschule in Silistra, Bulgarien
09/1986 – 06/1989
Mathematisches Gymnasium in Silistra, Bulgarien
- Hochschulausbildung:** 09/1989 – 07/1994
Studium organische Technologien an der
Asen Zlatarov Universität, Burgas, Bulgarien
Vertiefungsrichtung: Technologie der organischen
Synthese
- Industriepraktikum: 07/1992 – 08/1992
Praktikum in der „Jambolen“ AG, Jambol, Bulgarien
- 07/1993 – 08/1993
Praktikum in der „Neftochim“ AG, Burgas, Bulgarien
- Diplomarbeit: 02/1994 – 07/1994
Diplomandentätigkeit an der Asen Zlatarov Universität,
Burgas, Bulgarien
Thema: „Untersuchung der Kinetik der Oxidation von
Cyclododezen mit Palladiumacetat in der flüssige Phase“
- Berufstätigkeit:** 10/1994 – 01/1999
Wissenschaftliche Mitarbeiterin im Lehrstuhl
Verfahrenstechnik an der Asen Zlatarov Universität,
Burgas, Bulgarien

Forschungsaufenthalt:

02/1996 – 07/1996

Technologische Universität – Sankt-Petersburg,
Russland

Thema: „Untersuchung des Modifizierungsprozesses
feindisperser Partikel mit Kohlenstoff im Festbett“

04/1998 – 08/1998

Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Thema: „Untersuchung des Modifizierungsprozesses
feindisperses Diabases in der Strahlschicht“

Doktorandentätigkeit:

02/1999 – 01/2002

Tätigkeit als Graduiertenstipendiatin an der
Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg
Fakultät für Verfahrens- und Systemtechnik
Lehrstuhl Chemischer Apparatebau

Thema: Untersuchung der Flyiddynamik eines
Strahlschichtapparates mit zwei parallelen Gaseintritten
und seine Anwendung auf die Beschichtung feindisperser
Feststoffteilchen

Berufstätigkeit:

04/2002 – 05/2002

Tätigkeit als wissenschaftliche Hilfskraft im Institut
für Apparate- und Umwelttechnik der
Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg
seit 06/2002

Tätigkeit als Postdoktorandin an der
Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Thema: Modellierung der Pneumatik verschiedener
Strahlschichtbauarten