

Entwicklung und Einsatz einer trockenen Dosier-Dispergiereinheit zur Messung von Partikelgrößenverteilungen in Gas-Feststoff-Freistrahlen aus Laser-Beugungsspektren*

K. Leschonski, S. Röthele, U. Menzel (Vortragender)**

Einleitung

Beim trockenen, kontinuierlichen Dispergieren feindisperser Feststoffe im Partikelgrößenbereich unterhalb von etwa 20 μm kommt der möglichst weitgehenden Überwindung der Haftkräfte zwischen den Feststoffpartikeln eine entscheidende Bedeutung zu.

Dieser Bericht vermittelt Erfahrungen und Fortschritte beim Einsatz einer Dosier-Dispergier-Einrichtung zur Desagglomeration feinkörniger Feststoffe in Gasstrahlen und an Prallflächen. Die Beurteilung der Dispergierleistung erfolgt anhand der Partikelgrößenverteilungen aus der Analyse der Beugungsspektren, die der Feststofffreistrahle verursacht. Hierzu wurde als handelsüblicher Beugungsspektrenanalysator der HELOS der Firma Sympatec GmbH verwendet.

Die Dosier-Dispergier-Einrichtung ist eine Entwicklung aus dem Institut für Mechanische Verfahrenstechnik, das aus ersten elementaren Anwendungen zur Erzeugung und Einbringung definierter Feststoffströme z.B. in Windsichter über den Einsatz als Partikelgenerator in Zweiphasenströmungssystemen bis hin zur Beschichtungstechnik mittlerweile als selbständige Geräteeinheit aus bewährten Elementen in abgestimmter Funktionsfolge verfügbar ist.

Der wesentliche Unterschied zu bekannten Aerosolgeneratoren liegt im geforderten hohen Massenstrom, der für unsere Anwendungen weit über die klassischen Aerosolaufgabenstellungen hinausgeht. Grundlegend und identisch sind aber auch bei hohen Massenströmen die zur Dispergierung der Agglomerate wirksamen Beanspruchungsmechanismen, die aus

- Strömungskräften,
- gegenseitigen Partikelstößen und
- Wandstößen

resultieren. In den bekannten Dispergiereinrichtungen sind alle Mechanismen gleichzeitig, aber unterschiedlich dominant vertreten. Die gezielte Verstärkung der geeigneten Mechanismen ermöglicht die produkt- und anwendungsspezifische Lösung erweiterter Aufgabenstellungen.

Versuchsanordnung

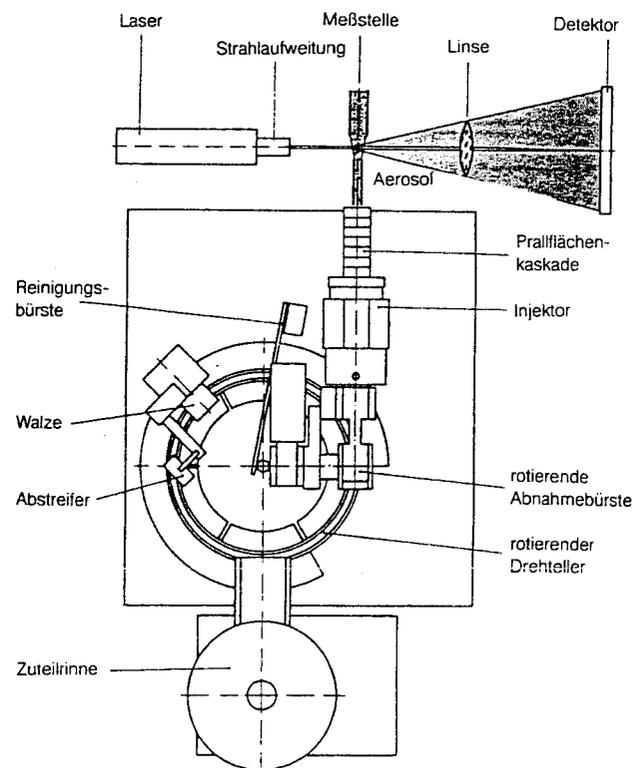


Abb. 1: Elemente der Dosier-Dispergiereinheit

Die Draufsicht der Dosier-Dispergiereinrichtung ist in Abb. 1 schematisch dargestellt. Im Bild sind die einzelnen Elemente des Systems gekennzeichnet. Sie bestehen aus einer mit einem Aufgabetrichter versehenen Zuteilrinne, einem Drehteller mit Nut, Abstreifer und Walze und einem Injektor mit vorgeschalteter Abnahmebürste und nachgeschalteter Prallflächenkaskade als Dispergiereinheit. Das dispergierte Aerosol verläßt die Dispergiereinheit als Freistrahle, der im Schnittpunkt mit einem Laserstrahl das Meßvolumen bildet.

* Vortrag bei der 3. Fachtagung „Granulometrie 1983“ am 16.12.1983 in Dresden

** Prof. Dr.-Ing. Kurt Leschonski, Dipl.-Ing. Stephan Röthele, Dipl.-Ing. Ulrich Menzel, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik der TU Clausthal

Das Funktionsschema zeigt in Abb. 2 die Teilschritte beim Dosieren und Dispergieren, wobei innerhalb dieser Hauptfunktionen erst die weitere Untergliederung den einzelnen Elementen ihre Aufgabenstellung zuweist.

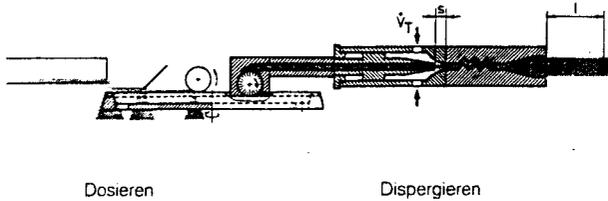


Abb. 2: Schematischer Funktionsablauf zur Erzeugung eines volumestromkonstanten, dispergierten Feststoff-Freistrahls

Dosierung

Das zu analysierende Aufgabegut wird mit einem geeigneten Dosiergerät im Überschuß in den Nutquerschnitt des rotierenden Drehtellers aufgegeben. Damit gelingt die vollständige Füllung der Nut. Darüber hinaus führt die Überschußaufgabe zusätzlich zur Probenentzug, da der Drehteller nur eine Teilmenge des zugeführten Feststoffes aufnimmt. Der nach dem abgelaufenen Überschuß auf der sich unter der Rinne vorbeidrehenden Drehtellernut aufwölbende Schüttgutkegel wird in Folge zuerst von einem pflugähnlichen Abstreifer auf eine einstellbare Betthöhe abgeschert und danach mit einer ortsfest abrollenden Walze soweit verdichtet, daß der Nutquerschnitt vollständig und gleichmäßig gefüllt ist. Diese Vorbehandlung stellt sicher, daß die Aufnahme mit einer rotierenden Bürste und der Transport des Feststoffes aus der Drehtellernut in die Saugzone des Injektors nicht zu pulsierenden oder stoßenden Abrißflanken führt. Liegt kein schwieriges, stark agglomerierendes Schüttgut vor, so kann hier auch ein Saugrüssel verwendet werden. Die Abnahmebürste wurde eingesetzt, weil besonders bei sehr feinem Feststoff bei der direkten Absaugung aus der Nut merkliche Flankenabriss entstehen, die sich in beträchtlichen Massenstromschwankungen auswirken.

Dispergierung

Mit der Aufnahme des Feststoffmassenstromes in den Injektor beginnt die Dispergierung. Die Absaugung des dispersen Systems aus dem Drehteller und zunehmende Beschleunigung und Vermischung mit Transportluft beim Durchlauf durch den Injektor ist in seiner Verdünnungswirkung erste Voraussetzung zur Erzielung einer Partikelvereinzelung. Der mit dem Vordruck p_T über einen Ringspalt s zuströmende Treibvolumenstrom \dot{V}_T induziert dabei einen Saugstrom \dot{V}_S im Zentralrohr. Der einstellbare Spalt s an der Mündung des Zentralrohres wirkt auf den Treibvolumenstrom wie eine Drossel und beschleunigt die Treibströmung aufgrund der Einlaufkontur in das nachfolgende Mischrohr auf hohe Geschwindigkeiten. So entsteht einerseits der für die Ansaugung erforderliche Unterdruck und andererseits sind im Schergefälle der Geschwindigkeiten zwischen Ringspalt und Zentralküse hohe Strömungskräfte als Beanspruchungsmechanismus für die Dispergierung der Agglomerate in die Anordnung eingepreßt. Daneben bewirken auf der gesamten pneumatischen Förderstrecke bis zum Austritt aus dem Injektor unvermeidliche Wand- und Partikelstöße zusätzliche Dispergierereffekte. Gezielte Dispergierung durch Wandstöße wird in der dem Injektor nachschaltbaren Prallflächenkaskade erreicht. Nach Verlassen der Prallflächenkaskade wird der Feststoff im Freistrahls dem im Abstand l angeordneten Meßvolumen zugeführt.

Die Variation des Feststoffstromes kann über die Drehzahl des Drehtellers und durch die Wahl des Nutquerschnittes erfolgen. Außerdem wird der Feststoffstrom vom Schüttgutverhalten und von der Partikelgrößenverteilung des Feststoffes beeinflusst. Der Massenstrom kann bei direkter Absaugung aus der Nut zwischen wenigen Gramm pro Stunde bis zu ca. 20, kg/h variiert werden. Wenn eine Abnahmebürste vorgeschaltet ist, muß mit einer Reduzierung des maximal einstellbaren Massenstromes gerechnet werden.

Definition der Dispersitätszustände

Für die Beurteilung der gemessenen Partikelgrößenverteilungen ist die Kenntnis des jeweiligen Dispersitätszustandes Voraussetzung. Als beschreibende Kenngröße wird in Anlehnung an A. Zahradnicek [1] ein Dispergiergrad definiert, der aus dem Verhältnis von zwei Momenten gebildet wird. Das k -te Moment der q_r -Verteilung ist wie folgt definiert:

$$M_{k,r} = \int_{x_{\min}}^{x_{\max}} x^k q_r(x) dx \quad (1)$$

Zur Erfassung der bei der Desagglomeration dispergierten feinen Partikel wurde für die vorliegenden Untersuchungen das der spezifischen Oberfläche S_V proportionale Moment $M_{-1,3}$ gewählt. Das Verhältnis des aus der Analyse im Gas-Feststoffstrahl ermittelten Momentes zum Bezugsmoment $M_{-1,3}^*$, das aus der Partikelgrößenverteilung bei vollständiger Dispergierung resultiert, wird als Dispergiergrad

$$\beta_{-1,3} = M_{-1,3} / M_{-1,3}^* \sim S_V \quad (2)$$

definiert. Damit strebt der Dispergiergrad $\beta_{-1,3}$ bei vollständiger trockener Dispergierung dem Wert 1 zu, während nicht aufgelöste Agglomerate den Dispergiergrad reduzieren oder als Grenzfall für ausschließlich große Agglomerate als Folge vernachlässigbarer Dispergierereffekte gegen 0 streben lassen.

Zur sicheren und eindeutigen Beurteilung der im Dispergiergrad integral bewerteten Partikelgrößenmessungen wird zusätzlich der Konzentrationsgrad

$$\beta_{3,3} = M_{3,3}^* / M_{3,3} \sim V \quad (3)$$

definiert. Durch die Proportionalität zur Masse bzw. dem Volumen erreicht man mit dem Konzentrationsgrad eine Vergleichsmöglichkeit der trockenen Analyse zur Bezugsanalyse unter dem Gesichtspunkt der Beurteilung des Einflusses der Transportkonzentration. Eine besondere Bedeutung erhält der Konzentrationsgrad bei der Analyse im Gas-Feststoffstrahl, wo grobe Partikel ein von feinen Partikeln abweichendes Bewegungsverhalten zeigen und zu einer Veränderung der repräsentativen Präsenz im Meßvolumen führen.

Das Bezugsmoment steht hier im Zähler, um mit den vorliegenden Meßreihen in den Bereichsgrenzen 0 und 1 zu bleiben. Im Falle der vollständigen Übereinstimmung beider Messungen erreicht $\beta_{3,3}$ den Optimalwert 1.

Bestimmung der Bezugsverteilungen

Als Bezugsmoment $M_{-1,3}^*$ zur Kennzeichnung vollständiger Dispergierung wurde die Analyse des Feststoffes in der Suspension nach Zugabe von Dispergiermitteln und Ultraschallbadbehandlung gewählt. Als Bezugsmoment $M_{3,3}^*$ wurde ebenfalls die Analyse aus der Suspension gewählt.

In Abb. 3 sind die Partikelgrößenverteilungen dargestellt, die zur Beurteilung der Dosier-, Massenstrom- und Dispergierversuche Verwendung fanden. Der Verlauf der verschiedenen Verteilungen zeigt, daß innerhalb der experimentellen Untersuchungen die Größenbereiche unterhalb von 10, 20 und 30 μm mit variierten Anteilen unterhalb von 5 μm Berücksichtigung fanden. Bei der feinsten Fraktion beträgt der Anteil kleiner 5 μm ca. 65 %, bei der feinsten Fraktion der meisten Dispergierversuchen verwendeten nächsten Fraktion (K200) sind es noch ca. 40 %.

Die x_{50} -Werte der Verteilungen betragen 4, 6, 15 und 35 μm , wobei die größte Fraktion nur bei den Massstromversuchen verwendet wurde.

Die Kennzeichnung der Verteilungen mit den jeweiligen Kennwerten ihrer Momente $M_{-1,3}$ nimmt bereits auf die spätere Beurteilung der erreichten Dispergierwirkung Bezug.

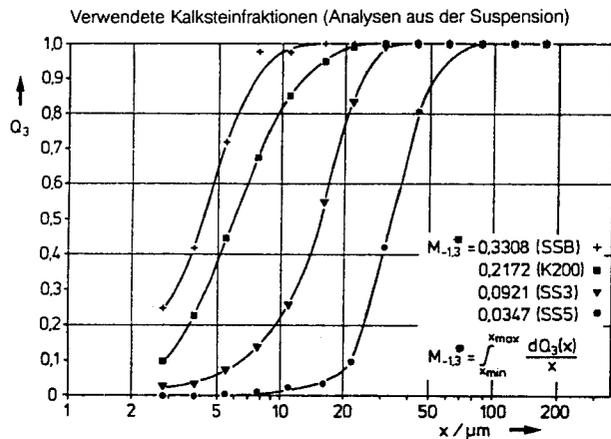


Abb. 3: Partikelgrößenverteilungen der Aufgabegüter

Experimentelle Ergebnisse – Dosierung

Abb. 4 zeigt die Wirkungsweise der einzelnen Dosierelemente. Die Schwankung des Feststoffmassenstromes wurde photometrisch ermittelt und mit einem $x(t)$ -Schreiber aufgezeichnet. Dargestellt sind aneinander anschließend die deutlich unterscheidbaren Signalformen, aus denen sich die Wirkung der Elemente nach ihrer Zuschaltung in den Funktionsablauf erkennen und beurteilen läßt. Der erste Signalsektor zeigt nach Ablauf einer Totzeitstrecke von ca. 6 sec., die zur ersten Füllung der Drehtellernut benötigt wird, starke Schwankungen des im Überschuß aus der Schwingrinne in und auf die Drehtellernut geförderten Massenstromes im Bereich von $\pm 43,8$ % des erreichten mittleren Massenstromes von ca. $\dot{m}_s = 7,7$ kg/h. Die Zuschaltung des Abstreifers reduziert den mittleren Massenstrom auf 4,5 kg/h und verbessert die Schwankungswerte auf $\pm 15,7$ %. Die Vergleichsmäßigung der Schüttguteigenschaften durch die Verdichtung mit der Walze reduziert die Schwankungswerte auf unter ± 4 %, die im wesentlichen

auf die Bildung von Abrißflanken an der Absaugstelle zurückzuführen sind. Die Zuschaltung einer rotierenden Abnahmebürste zwischen Injektor und Drehtellernut unterdrückt die Flankenabrisse weitgehend und verbessert die Schwankungsanteile auf unter $\pm 2,5$ %. Eine hohe Massenstromkonstanz, wie sie z.B. für die Beugungsspektrenanalyse benötigt wird [3], ist somit gewährleistet.

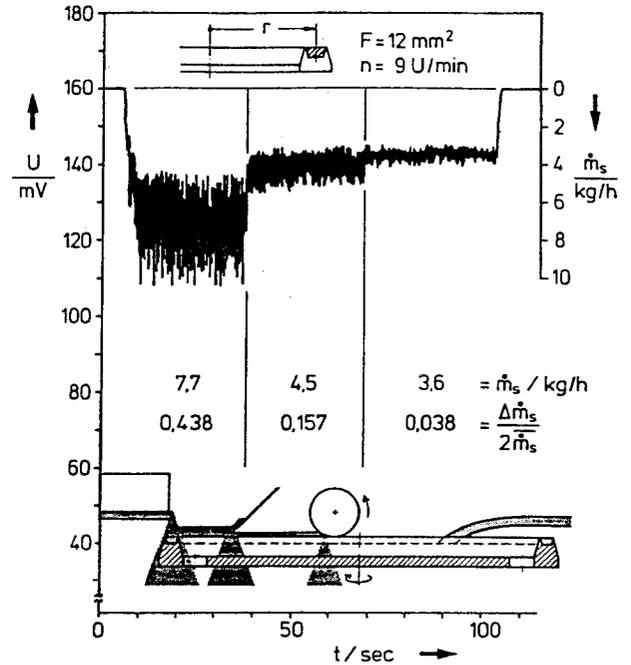


Abb. 4: Massenstrom und Schwankungsanteile nach Zuschaltung der Dosierelemente

Experimentelle Ergebnisse – Dispergierung

Abb. 5 zeigt in dreidimensionaler Darstellung die Abhängigkeit des Dispergiergrades $\beta_{-1,3}$ von der Spaltweite s im Injektor und dem voreingestellten Treibdruck p_T .

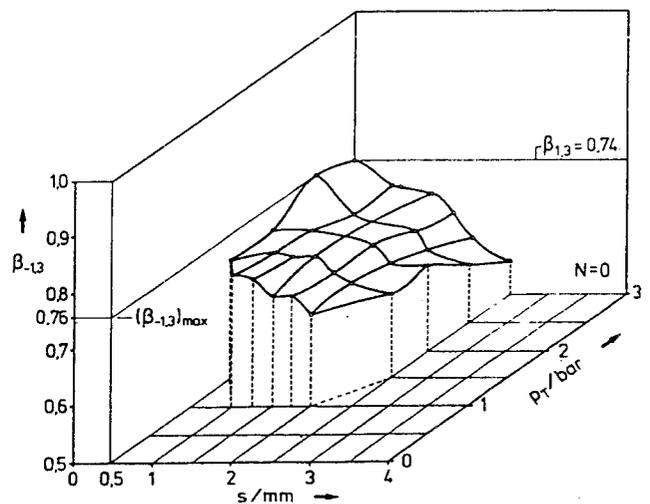


Abb. 5: Dispergiergrade $\beta_{-1,3}$ in Abhängigkeit von Injektorvordruck p_T und Spaltweite s (Produkt SS3)

Die Dispergierwirkung war bei diesen Versuchen auf die Strömungskräfte im Schergefälle zwischen Treib- und Zentralstrahl begrenzt. Der deutliche Anstieg des Dispergiergrades zu kleinen Spaltweiten s erreicht bei $s = 0,5$ mm einen Höchstwert. Eine weitere Reduzierung der Spaltweite drosselt den Treibstrahlvolumenstrom soweit, daß die Feststoffförderung im Zentralrohr pulsiert oder zusammenbricht.

Unabhängig von den eingestellten Spaltweiten ist zwischen den Vordrücken $1,5 < p_T < 2,5$ bar der Verlauf des Dispergiergrades durch Maxima gekennzeichnet. Der höchste Dispergiergrad wurde hier bei $s = 0,5$ mm und $p_T = 2,5$ bar mit $\beta_{-1,3} = 0,76$ erreicht.

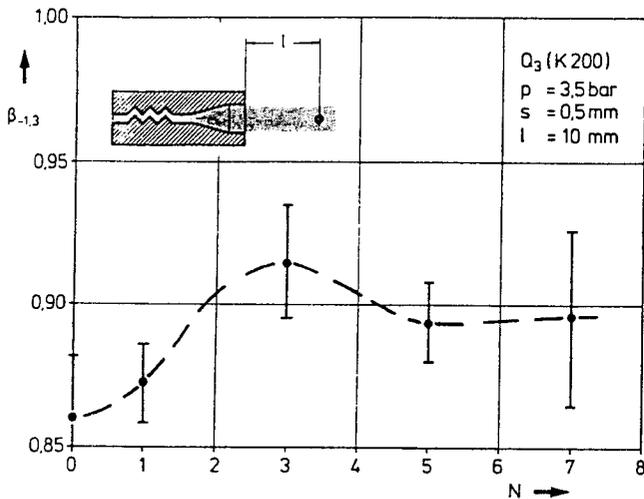


Abb. 6: Einfluß der Prallflächenanzahl N auf den Dispergiergrad $\beta_{-1,3}$

Eine deutliche Verbesserung im Niveau der erreichbaren Dispergierung wird durch die Zuschaltung von Prallflächen in die Gas-Feststoffströmung erzielt. In Abb. 6 erkennt man den Einfluß der Prallflächenanzahl N . Im Vergleich zum Maximum der vorher untersuchten Anordnung waren damit Dispergiergrade von über 90 % erreichbar, wobei sich bei $N = 3$ ein deutliches Maximum einstellte.

Die Beanspruchung des Partikelstrahles erfolgte unter einem Anstellwinkel der Prallflächen von 60° . Messungen, die mit 30° -Prallflächen durchgeführt wurden, ergaben keine ausgeprägten Dispergiereffekte. Die weiteren Untersuchungen wurden mit der entsprechend bestückten Prallflächenkaskade, die dem Injektor vorgeschaltet ist, durchgeführt.

Die bisherigen Ergebnisse resultieren aus Messungen, bei denen das Meßvolumen unmittelbar hinter der Austrittsmündung im Gas-Feststoff-Freistrahlag. Unter der Annahme, daß die Dispergierung durch weitere Maßnahmen nicht verbessert werden kann und beim Austritt abgeschlossen ist, war abschließend der Einfluß der Transportkonzentration im Freistrahlag zu untersuchen [2]. Die bisher ermittelten Dispergiergrade < 1 weisen auf einen Geschwindigkeitseinfluß hin, der partikelgrößenabhängig ist und eine Verschiebung ins Grobe bewirkt. Dies wird von größeren Partikeln verursacht, die beim Austritt aus der Dispergieranordnung gegenüber den feineren Partikeln eine geringere Geschwindigkeit haben und sich länger im Meßvolumen befinden. Mit zunehmendem Mündungsabstand wird sich als Folge der Strahlaufweitung im Freistrahlag eine verzögerte Gasströmung einstellen, in der größere Partikel durch die Dominanz der Trägheitskräfte gegenüber den Widerstandskräften der Strömung eine Verringerung

ihrer Konzentration im Meßvolumen erfahren. Dies führt entsprechend gegenläufig zur Verschiebung der gemessenen Partikelgrößenverteilungen in den Bereich feinerer Partikel.

Abb. 7 bestätigt den Abstandseinfluß und zeigt Maxima im Dispergiergrad bei einem Abstand l des Meßvolumens von der Austrittsmündung zwischen 30 und 40 mm. Diese Abstandseigenschaft läßt sich sowohl für den unbehinderten Austritt aus dem Injektor ($N = 0$) als auch für nachgeschaltete zunehmende Prallflächenanzahl ($N = 1$ und 3) erkennen. Als günstigste Anordnung bestätigen sich dabei $N = 3$ Prallflächen. Bei $l = 40$ mm wird dabei ein Dispergiergrad von $\beta_{-1,3} = 0,97$ erreicht.

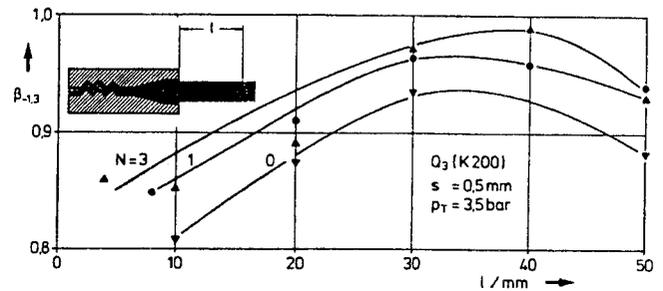


Abb. 7: Dispergiermaxima in Abhängigkeit von der Prallflächenanzahl N und dem Mündungsabstand l

In Abb. 8 erkennt man an den gemessenen Partikelgrößenverteilungen die mit abnehmendem Strahlabstand l zunehmende Verschiebung der Verteilungskurven ins Grobe. Bei $l = 40$ mm ist eine gute Übereinstimmung der in Gas-Feststoffströmungen gemessenen Verteilung mit der Suspensionsanalyse erreicht.

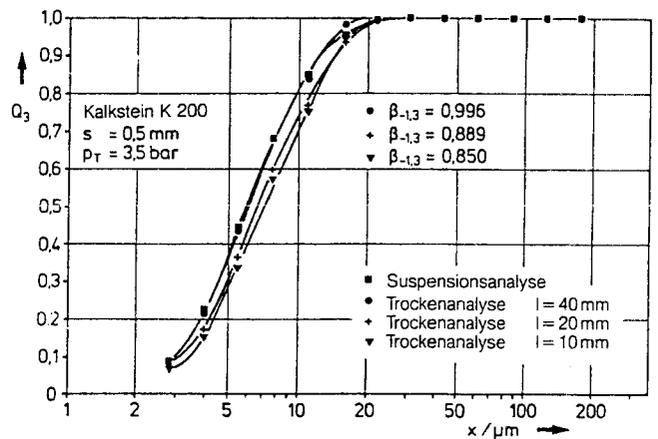


Abb. 8: Analysenvergleich $Q_3(x) = f(l)$ für K200

Abb. 9 bestätigt diese Ergebnisse für die gröbere Partikelgrößenverteilung im Bereich unterhalb von $40 \mu\text{m}$ ($x_{50} = 15 \mu\text{m}$), wobei im Vergleich zur Verteilung unterhalb von $20 \mu\text{m}$ ($x_{50} = 6 \mu\text{m}$) die gleiche Tendenz geringer ausgeprägt erkennbar ist. Die Dispergieraufgabe ist aufgrund geringerer Feingutanteile leichter zu lösen, während die engere Verteilung den Einfluß der Transportkonzentration zurückdrängt.

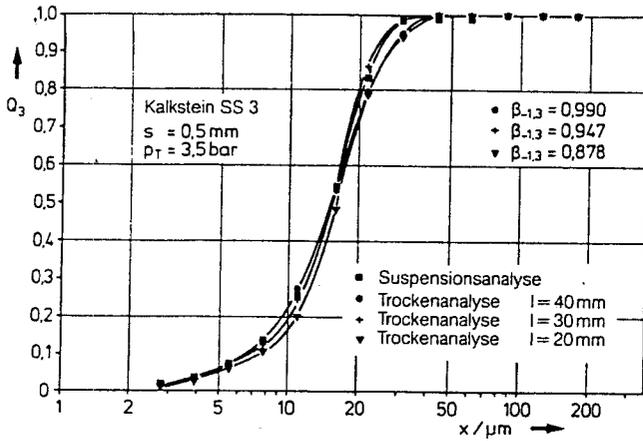


Abb. 9: Analysenvergleich $Q_3(x) = f(l)$ für SS3

Abschließend wurde das Parameterfeld aus Spaltweite s und Treibstrahlvordruck p_T bei Verwendung von drei Prallflächen in einem Strahlabstand von 30 bzw. 40 mm untersucht, um die Betriebscharakteristik der Dosier-Dispersiereinheit bei den festgestellten günstigsten Randbedingungen zu ermitteln. Die Ergebnisse sind in den nächsten drei Bildern dargestellt.

Abb. 10 zeigt den Dispersiergrad $\beta_{-1,3}$ in Abhängigkeit vom Vordruck p_T bei variierten Spaltweiten s .

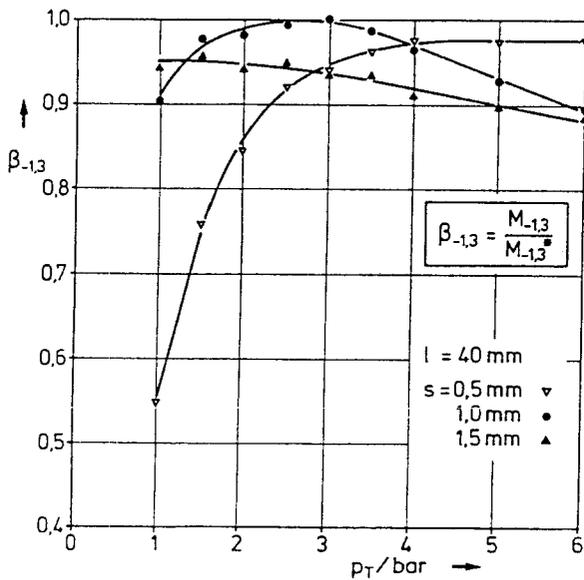


Abb. 10: Verlauf des Dispersiergrades $\beta_{-1,3}$ in Abhängigkeit von Vordruck p_T und Spaltweite s ($N = 3$)

Die zuerst aus der dreidimensionalen Darstellung in Abb. 5 gefundene beste Spaltweite bei $s = 0,5 \text{ mm}$ zeigt als Projektion in diesem Bild einen mit zunehmenden Vordruck p_T monoton ansteigenden Verlauf und erreicht ab ca. 4 bar ein Plateau bei $\beta_{-1,3} = 0,97$. Die Öffnung des Zentralrohres auf $s = 1 \text{ mm}$ bestätigt für kleine Drücke den Anstieg des Dispersiergrades, erreicht aber bereits bei $p_T = 2,5 \text{ bar}$ den angestrebten Dispersiereffekt vollständig, um bei weiterer Druckerhöhung wieder abzufallen. Die weitere Öffnung auf $s = 1,5 \text{ mm}$ läßt das erreichbare Dispersier-

plateau zwar breiter werden, aber bereits so weit abfallen, daß vollständige Dispersierung nicht erreicht werden kann. Beim Betrieb der Dosier-Dispersiereinheit mit rotierender Abnahmebürste verschiebt sich der Arbeitsbereich zu kleineren Spaltweiten s .

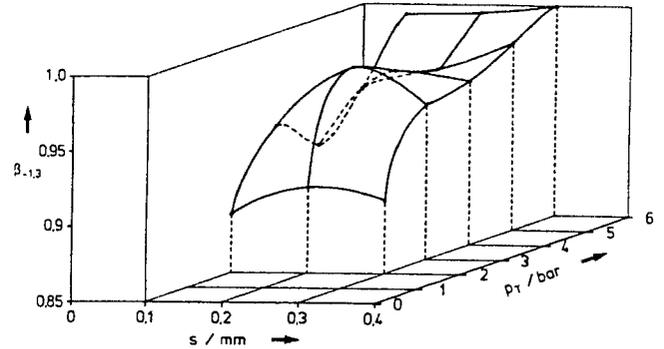


Abb. 11: Verlauf des Dispersiergrades $\beta_{-1,3}$ in Abhängigkeit von Vordruck p_T und Spaltweite s ($N = 3, l = 30 \text{ mm}$)

In Abb. 11 ist die Abhängigkeit des Dispersiergrades von Vordruck und Spaltweite wieder dreidimensional dargestellt. Man erkennt, daß mit zunehmendem Vordruck p_T nach steilem Anstieg ein erstes Maximum bei 3 bar erreicht wird. Die gleiche Tendenz ist bei Steigerung der Spaltweite s zu sehen, die bei $s = 0,2$ ein Maximum durchläuft und dann wieder abfällt. Dieser Punkt kommt mit $\beta_{-1,3} = 0,98$ dem optimalen Betriebspunkt sehr nahe. Eine weitere Erhöhung des Druckes und der Spaltweite führt nach einem leichten Abfall des Dispersiergrades zu einem erneuten Anstieg, der an der durch die Anlage vorgegebenen Grenze von 6 bar und der Spaltweite $s = 0,3 \text{ mm}$ den Wert 1 erreicht. Zur Festlegung des günstigsten Betriebspunktes wird der Verlauf des Konzentrationsgrades $\beta_{3,3}$ herangezogen. Die dreidimensionale Darstellung der gleichen Meßreihe in Abb. 12 zeigt einen ausgeprägten Gipfel bei $s = 0,2 \text{ mm}$ und $p_T = 3,5 \text{ bar}$.

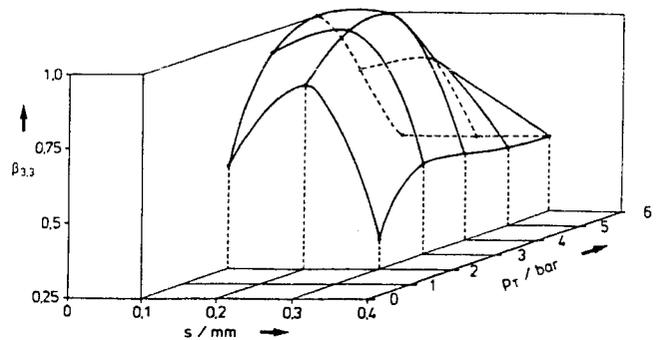


Abb. 12: Verlauf des Konzentrationsgrades $\beta_{3,3}$ in Abhängigkeit von Vordruck p_T und Spaltweite s ($N = 3, l = 30 \text{ mm}$)

Die Parameteroptimierung aus dem Vergleich von Dispersitäts- und Konzentrationsgrad ergibt für das verwendete Dosier-Dispersiersystem einen eindeutigen Betriebspunkt, bei dem eine Vergleichbarkeit der Partikelgrößenanalysen aus Gas-Feststoff-Freistrahlen und aus Suspensionen reproduzierbar gelingt.

Zusammenfassung

Die Untersuchungen haben gezeigt, daß es mit einer trocken arbeitenden Dosier-Dispergier-Einrichtung möglich ist, auch bei schwerdispergierbaren Produkten Beugungsspektrenanalysen mit trockenen Pulvern durchzuführen, die mit der Suspensionsanalyse übereinstimmen.

Die Anwendung bei den geforderten hohen Massenströmen erfordert eine gezielte Produktvorbereitung in der Dosierphase und eine kombinierte Desagglomeration mittels Strömungskräften und Wandstößen in der Dispergierphase, um für die gewählte Hintereinanderschaltung von Dosier- und Dispergier-Elementen bei optimierten Einstellparametern im Gas-Feststoff-Freistrahlsystem zuverlässige Messungen durchführen zu können.

Literatur

- [1] *A. Zahradnick*: Diss. Univ. Karlsruhe 1976
- [2] *J. Raasch, H. Umhauer*: CIT 49(1977)12, 931-941
- [3] *M. Heuer*: Vortrag auf der 3. Fachtagung „Granulometrie 1983“, Dresden