

Einfluß der Umgebungsfeuchte auf die Partikelhaftung*

Wolfgang Schütz und Helmar Schubert**

Die Haftung zwischen Feststoffpartikeln ist in vielen Bereichen der Technik von Bedeutung. So wird beispielsweise die Festigkeit von Schüttgütern und Agglomeraten durch die Wechselwirkungskräfte zwischen den Feststoff-Partikeln bestimmt. Ein besseres Verständnis für die Wirkungsweise der einzelnen Haftmechanismen kann man durch Haftkraft-Messungen an Einzelpartikeln mit der Zentrifugenmethode erhalten [1]. Sie gestattet auf einfache Weise die Messung der Verteilung der Haftkräfte zwischen einzelnen Partikeln und ebenen Feststoff-Oberflächen.

Eine der Einflußgrößen der Haftung ist die Feuchtigkeit der umgebenden Atmosphäre. Sie bewirkt die Ausbildung mehr oder weniger dicker Adsorptionsschichten auf Festkörper-Oberflächen. Über die in der näheren Umgebung des direkten Partikelkontaktes sorbierten Wassermoleküle können zusätzliche van-der-Waals-Wechselwirkungen aufgebaut werden. Messungen an verschiedenen Systemen Feststoff-Partikel/Festkörper-Oberfläche zeigen eine nur relativ schwache Abhängigkeit der Haftkräfte im Bereich niedriger bis mittlerer relativer Umgebungsfeuchte ($0 < \varphi < 0,6$), wie Abb. 1 am Beispiel des Systems Kalkstein-Partikeln/Kalkstein-Oberfläche zeigt. Aufgetragen sind die Haftkraft-Medianwerte F_{50} der mit der Zentrifugenmethode gemessenen Haftkraft-Verteilungen über der relativen Feuchte φ der Atmosphäre (leere Quadrat-Symbole). Bezieht man die mittleren Haftkräfte F_{50} auf die in trockener Atmosphäre ($\varphi = 0$) gemessenen Werte $F_{50, tr}$, so liegen die Anstiege dieser bezogenen Haftkräfte der untersuchten, physikalisch sehr unterschiedlichen Systeme (Kalkstein/Kalkstein, Kupfer/Gold, Glas/Glas) bei Erhöhung der Umgebungsfeuchte in einem vergleichsweise engen Bereich: $1 < \partial(F_{50}/F_{50, tr})/\partial\varphi < 2,5$. Im Gegensatz hierzu sind die absoluten Haftkräfte der einzelnen Systeme sehr unterschiedlich.

Hieraus wird der Schluß abgeleitet, daß die Haftung bereits bei geringer Umgebungsfeuchte weitgehend durch die Wechselwirkung zwischen den sorbierten Wassermolekülen bestimmt ist. Die teilweise sehr erheblichen Unterschiede der absoluten Haftkräfte der einzelnen Systeme bei niedriger Umgebungsfeuchte wären somit größtenteils durch unterschiedliche Kontaktgeometrien begründet. Die direkte Festkörper/Festkörper-Wechselwirkung, die nur unter extremen Hochvakuumbedingungen meßbar wäre, verliert somit an Bedeutung, wenn bereits geringe Mengen adsorbierter Feuchtigkeit auf den Festkörper-Oberflächen vorliegen. Diese Sorptionsschichten konnten unter den in den Experimenten gewählten Trocknungsbedingungen (trockene Luft bzw. Vakuum, ca. 10^{-6} Torr) nicht entfernt werden.

Oberhalb einer relativen Umgebungsfeuchte von $\varphi \approx 0,4$ wird im allgemeinen angenommen, daß Kapillarkondensation von Flüssigkeit aus der Atmosphäre in engen Spalten und Poren möglich ist. Diese Vermutung gründet sich auf theoretische Überlegungen [2] und experimentelle Untersuchungen der Adsorption von Gasen in mikroporösen Systemen [3]. Aufgrund der Haftkraft-Messungen an realen Systemen muß jedoch bezweifelt werden, ob Kapillarkondensation schon bei mittlerer relativer Umgebungsfeuchte entscheidenden Einfluß auf die Partikelhaftung ausübt. Mit Ausnahme des Systems Glas/Glas reagierten die untersuchten Systeme erst oberhalb $\varphi = 0,7$ bis 0,9 mit deutlich erhöhten Haftkraft-Zunahmen bei

zunehmender Befeuchtung der Atmosphäre. Dieses Ergebnis ist in Übereinstimmung mit früheren Haftkraft-Messungen in feuchter Umgebung von Löffler [4]. Ein Grund für das Ausbleiben der Kapillarkondensation bzw. deren geringe Beeinflussung der Haftkräfte im Bereich mittlerer Feuchte dürfte das schlechte Benetzungsverhalten der Festkörper-Oberflächen sein. Hierdurch und wegen der Rauheitsstruktur der Festkörper-Oberflächen im atomaren Bereich erfüllen erst relativ große Flüssigkeitsbrücken bei entsprechend hoher Umgebungsfeuchte die notwendigen Stabilitätsbedingungen der Kapillarität [2].

Von geringem aber trotzdem signifikantem Einfluß auf die Haftung des Systems Kalkstein/Kalkstein ist die Trocknung. In Abb. 1

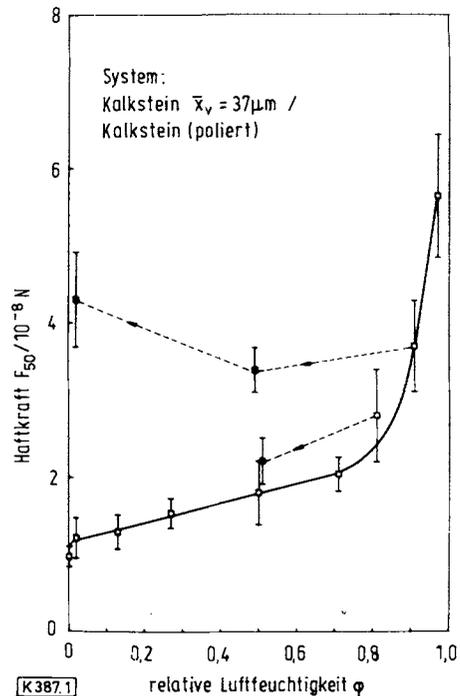


Abb. 1. Einfluß der relativen Luftfeuchte auf die Haftung.

verbinden die gestrichelten Linien Haftkraft-Medianwerte (ausgefüllte Symbole), die vor und nach einer Reduzierung der Feuchte gemessen wurden. Reduziert man die Feuchtigkeit von $\varphi = 0,8$ auf $\varphi = 0,5$, dann verringern sich die mittleren Haftkräfte geringfügig, und es stellt sich ein Wert ein, der zwischen denjenigen liegt, welche bei der Befeuchtung auf $\varphi = 0,5$ bzw. 0,8 gemessen wurden. Bei der Trocknung von $\varphi = 0,9$ auf $\varphi = 0,5$ bleibt die mittlere Haftkraft annähernd so hoch wie unter $\varphi = 0,9$. Diese Tatbestände deuten auf eine deutliche Randwinkel-Hysterese hin, die verhindert, daß bei der Entfeuchtung die gleiche Flüssigkeitsbrücke entsteht wie bei der Befeuchtung. Durch die Einstellung eines kleineren Randwinkels bei der Entfeuchtung ist auch von der Theorie her ein ähnliches Verhalten zu erwarten (vgl. [2]).

Bei der Trocknung auf sehr kleine Feuchtigkeiten verschwinden kapillarkondensierte Flüssigkeitsbrücken. Es wäre demnach zu erwarten, daß die Haftkräfte wieder auf den bei der geringsten Feuchte gemessenen Wert reduziert werden. Dies ist jedoch nicht der Fall. Als mögliche Haftverstärkungsmechanismen sind zu nennen:

Durch Sorptionshysterese verbleibt eine gewisse Menge adsorbierter Wassers im Partikelkontakt und vermittelt die hohen Haftkräfte. Zusätzlich können plastische Deformationen des Kontaktbereiches infolge des kapillaren Unterdruckes in der verschwindenden Flüssigkeitsbrücke nach der Trocknung zu erhöhter Haftung gegenüber dem trockenen Zustand ohne vorherige Befeuchtung führen.

Vergleichsmessungen in feuchter CO_2 -Atmosphäre zeigen, daß die Wasserlöslichkeit des Kalksteins für die Haftung (auch der getrockneten Proben) eine nur untergeordnete Rolle spielt (vgl. [5]).

* Vortrag auf dem Jahrestreffen der Verfahrens-Ingenieure, 27. bis 29. Sept. 1978 in Aachen.

** Dipl.-Ing. W. Schütz (Vortragender), Institut für Mechanische Verfahrenstechnik, Richard-Willstätter-Allee, Univ. Karlsruhe, und Prof. Dr.-Ing. H. Schubert, Bundesforschungsanstalt für Ernährung, Institut für Verfahrenstechnik, Engesserstr. 20, 7500 Karlsruhe.

Die Zeitabhängigkeit der Haftkräfte ist bei den untersuchten Systemen in trockener Atmosphäre nur von geringem Einfluß. In feuchter Umgebung ist jedoch je nach System eine mehr oder weniger ausgeprägte Zeitverfestigung meßbar. Sie läßt sich durch zeitliche Änderungen der Feststoff-Härte unter dem Einfluß der Sorbathüllen erklären [1]. Sehr hohe Zeitverfestigungen wurden am System Glas/Glas in feuchter Atmosphäre gemessen (vgl. Abb. 2). Es wurde die Haftung von Glaskugeln (mittlerer Durchmesser $\bar{x} = 20 \mu\text{m}$) auf unbehandelten, sowie auf bei 500°C geglühten Glasoberflächen untersucht. Der relative Wasserdampfdruck der Umgebungsumgebung wurde bei dieser Versuchsreihe auf $p/p_0 = 0,9$ = const eingestellt. Die Zunahme der Haftkräfte läßt sich mit viskosem Fließen der Glasoberflächen erklären, das durch das Eindringen

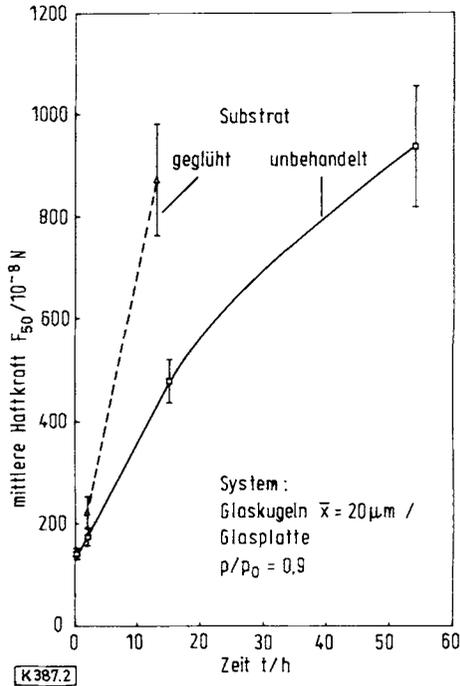


Abb. 2. Einfluß der Lagerzeit.

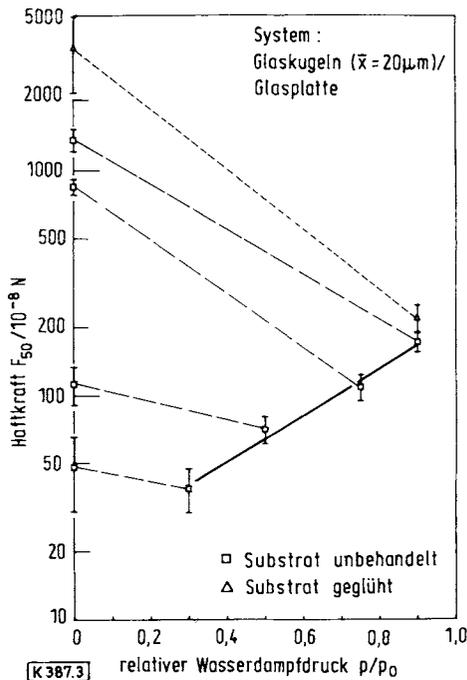


Abb. 3. Einfluß der Trocknung unter Vakuumbedingungen.

größerer Mengen Wassers in die Glasoberflächen verursacht wird [5]. Bemerkenswert sind bei diesem System auch die durch Trocknung von hoher auf niedrige Feuchte erzielbaren Haftverfestigungen. Es wurden Haftkraft-Messungen an Proben durchgeführt, die nach einer Befeuchtung auf bestimmte Feuchtwerte unter Vakuumbedingungen getrocknet wurden. Das Ergebnis dieser Meßreihe zeigt Abb. 3. Trocknung von $p/p_0 = 0,3$ auf Vakuum bringt keine nennenswerte Haftkraft-Steigerung, bzw. die Haftkräfte nehmen den Wert an, der unter Vakuumbedingungen ohne vorherige Befeuchtung gemessen wurde. Die Trocknung von $p/p_0 = 0,5$ auf null ergibt hingegen schon einen gewissen Haftkraft-Zuwachs, und ganz deutlich wird dieser Effekt beim Trocknen von höheren Feuchten auf Vakuumbedingungen.

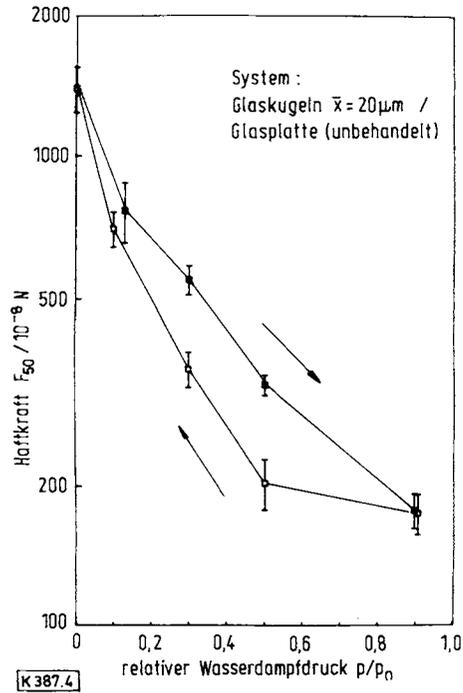


Abb. 4. Haftkräfte bei sukzessiver Ent- und Wiederbefeuchtung.

Als wirksamer Mechanismus dieser Verfestigung wird vermutet, daß unter dem Einfluß von Wasserdampf Glas an der Oberfläche einen gelartigen Zustand mit geringer Härte annimmt. Somit kann durch den kapillaren Unterdruck in den kapillarkondensierten Flüssigkeitsbrücken der Kontaktbereich zwischen Partikel und Substrat viskos abgeplattet werden. Dieser Vorgang bewirkt letzten Endes auch die Zeitverfestigung des Systems Glas/Glas (Abb. 2). Dieser Mechanismus ist offensichtlich erst dann von Bedeutung, wenn hinreichend hohe Umgebungsfeuchten ($p/p_0 > 0,5$) während der Befeuchtungsphase und damit kapillarkondensierte Flüssigkeitsbrücken zwischen den Haftpartnern vorliegen. Nur unter dieser Bedingung erlangen die Glasoberflächen die viskosen Fließeigenschaften. Nach dem Trocknen und dem weitgehenden Verschwinden des Wassers aus den Festkörper-Oberflächen können sich chemische Bindungen zwischen den abgeplatteten Festkörper-Oberflächen ausbilden. Ihnen ist vermutlich die hohe Haftverfestigung beim Trocknen zuzuschreiben.

In Abb. 3 sind die Übergänge vom feuchten zum trockenen Zustand gestrichelt eingezeichnet, da anhand dieser Ergebnisse keine Aussagen über den Übergang möglich sind. In einer zusätzlichen Versuchsreihe wurde deswegen der Entfeuchtungsvorgang von $p/p_0 = 0,9$ auf null etwas genauer untersucht. In Abb. 4 geben die leeren Quadrat-Symbole die Haftkräfte bei der sukzessiven Entfeuchtung von $p/p_0 = 0,9$ auf $p/p_0 = 0$ an. Wiederbefeuchtung von $p/p_0 = 0$ auf höhere Feuchtwerte zeigt eine schwache Hysterese. Bei der Wiederbefeuchtung auf $p/p_0 = 0,9$ wird reproduzierbar der Wert wie

ohne vorherige Entfeuchtung erzielt. Diese Versuche zeigen, daß beim System Glas/Glas eine einmal durch Trocknung gebildete feste Bindung zwischen den Festkörpern durch Befeuchtung wieder abgeschwächt werden kann.

Als Zusammenfassung der experimentellen Untersuchungen ist folgendes festzuhalten:

1. eine relativ schwache Abhängigkeit der Haftkräfte im Bereich niedriger bis mittlerer Umgebungsfeuchte;
2. Kapillarkondensation tritt erst bei höherer Feuchte ein und bewirkt im allgemeinen ein starkes Ansteigen der Haftkräfte;
3. Zeitverfestigungen sind in feuchter Umgebung stärker ausgeprägt als in niedriger und hängen ganz erheblich von den Material-Eigenschaften ab;
4. durch Trocknung einmal befeuchteter Haufwerke werden nicht

die niedrigen Festigkeitswerte erreicht wie ohne vorhergehende Befeuchtung. Abhängig von den Material-Eigenschaften können durch Trocknung unter Umständen sogar extrem hohe Verfestigungen erzielt werden.

Eingegangen am 5. September 1979 [K 387]

Literatur

- [1] *Krupp, H.*: Adv. Colloid Interface Sci. 1 (1976) S. 111/239.
 - [2] *Schubert, H.*: Habilitationsschrift, Univ. Karlsruhe (in Vorbereitung).
 - [3] *Kadlec, O.*; *Dubin, M. M.*: J. Colloid Interface Sci. 31 (1969) S. 479/489.
 - [4] *Löffler, F.*: Dissertation, Univ. Karlsruhe 1965.
 - [5] *Schütz, W.*: Dissertation, Univ. Karlsruhe 1979.
-