

Produkteigenschaften und Verfahrenstechnik*

Klaus Borho, Reinhard Polke, Klaus Wintermantel, Helmar Schubert und Karl Sommer**

Die Eigenschaften von Feststoffen werden durch die chemische Zusammensetzung, den dispersen Zustand und die an den Grenzflächen wirkenden Kräfte geprägt. Sie sind für das Verhalten der Produkte im Herstellungsprozeß und die angestrebten Qualitätsmerkmale der Endprodukte maßgebend. Ziel dieser Übersicht ist es, die Einflüsse der Partikelgrößenverteilung und der Grenzflächenkräfte auf die Produkteigenschaften zu veranschaulichen. Die gezeigten Effekte lassen sich mit wenigen physikalischen Modellvorstellungen erklären. In einem ersten Teil wird gezeigt, welche Produkteigenschaften durch Änderung der Partikelgröße als Haupteinflußparameter gezielt eingestellt werden können. Hierzu zählen produktionsrelevante Eigenschaften, wie Filtrierbarkeit, Mischbarkeit und Staubexplosionsfähigkeit sowie (end-)produktrelevante Eigenschaften wie Farbe und Geschmack. Mit abnehmender Partikelgröße gewinnen die Kräfte zwischen den Partikeln an Bedeutung. In einem zweiten Teil soll daher auf die Produkteigenschaften eingegangen werden, die durch Veränderung der Haftkräfte beeinflussbar sind. Als produktionsrelevante Eigenschaften können hier gelten: Fließeigenschaften, Schüttgutedichte, Agglomerationsverhalten; produktrelevante Eigenschaften sind: Tablettenfestigkeit und Redispersierbarkeit von Lebensmitteln, Farben, etc. Von den Haftkräften verdienen die Kapillarkräfte besondere Beachtung. Auf ihre Rolle bei der Herstellung und Anwendung von Feststoffen wird abschließend eingegangen. Die Porenstruktur eines agglomerierten Feststoffes wird durch Kapillarkräfte und den beim Herstellungsprozeß erforderlichen äußeren Kräften bestimmt.

Product properties and process engineering. The properties of solids are determined by their chemical composition, their state of dispersion, and their interfacial forces. They are largely responsible for the behaviour of the products during the manufacturing process and for the desired quality characteristics of the finished product. The aim of this survey is to illustrate the influence of particle size distribution and interfacial forces on product properties. The effects shown can be explained with the aid of a few physical modes. The first part shows how product properties can be adjusted to achieve a particular aim, principally by modifying the particle size. These include product-relevant properties such as filtration properties, miscibility, and potential for dust explosion, as well properties relevant to the (final) product such as colour and taste. As the particle size decreases, the forces acting between the particle become increasingly important. The second part of this article therefore focuses on those product properties which can be influenced by way of changes in the cohesive forces. Production-relevant properties are flow properties, bulk density, agglomeration behaviour; product-relevant properties are tablet stability and redispersibility of foods, dyes, etc. Among the cohesive forces, capillary forces deserve particular attention. The paper concludes with an account of their role in the manufacture and use of solids. The pore structure of an agglomerated solid is determined by capillary forces and the external forces required during the manufacturing process.

1 Einleitung

Zu den ersten Lehrinhalten der Schulchemie gehört es, zwischen chemischen und physikalischen Vorgängen zu unterscheiden. Dazu wird oft das unterschiedliche Verhalten von Gemischen und Verbindungen herangezogen. Gemische können mit physikalischen Methoden getrennt werden, in Verbindungen dagegen werden neue Stoffe mit völlig neuen Eigenschaften erzeugt. Dies wird meist am Beispiel einer Mischung von Schwefelpulver und Eisenspänen gezeigt, aus der sich mit einem Magneten die Eisenspäne wieder problemlos abtrennen lassen. Nach der Reaktion zu Eisensulfid ist ein neuer Stoff entstanden, der keine magnetischen Eigenschaften mehr besitzt. Gelegent-

lich findet man die vereinfachte Aussage, daß im Gegensatz zu chemischen Reaktionen physikalische Stoffumwandlungen die Eigenschaften der Stoffe nicht ändern.

Die Verfahrenstechnik zeigt jedoch, daß viele Stoff- und Produkteigenschaften durch rein mechanische, physikalische Maßnahmen auch ohne chemische Beeinflussung änderbar sind. Diese Produkteigenschaften können für die Eignung eines Produktes und dessen Vermarktbarkeit ebenso entscheidend sein wie die chemischen Eigenschaften selbst.

Gemische existieren über einen extrem weiten Bereich von Partikelgrößen, d.h. von etwa 1 m bis hinunter zum molekularen bzw. atomaren Bereich von etwa 10^{-10} m (Abb. 1). Es ist deshalb nicht verwunderlich, daß Eigenschaften der Gemische partikelgrößenabhängig werden: Feine Eisenspäne reagieren mit gemahlenem Schwefel heftig, grobe Eisenkugeln dagegen nur teilweise und sehr langsam. Diese Abhängigkeit der Gemisch-Eigenschaften von der Partikelgröße beschränkt sich nicht nur auf das Reaktionsverhalten. Viele Eigenschaften, die das Verhalten der Produkte im Produktionsprozeß oder gar die Qualität der Produkte beim Kunden des Herstellers bestimmen, sind von der Partikelgröße abhängig.

Das reale Verhalten von atomaren oder molekularen Gemischen wird durch intermolekulare Wechselwirkungen

* Vortrag von K. Borho auf dem Jahrestreffen der Verfahrensingenieure, 27. bis 29. Sept. 1989 in Berlin.

** Dr.-Ing. K. Borho, Dr.-Ing. R. Polke, Dr.-Ing. K. Wintermantel, BASF AG, Ludwigshafen/Rh., Prof. Dr.-Ing. H. Schubert, Institut für Verfahrenstechnik der Bundesforschungsanstalt für Ernährung, Engesserstr. 20, 7500 Karlsruhe, und Institut für Lebensmittelverfahrenstechnik der Universität Karlsruhe, Kaiserstr. 12, 7500 Karlsruhe, und Prof. Dr.-Ing. K. Sommer, TU München, Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde, 8050 Freising-Weihenstephan.

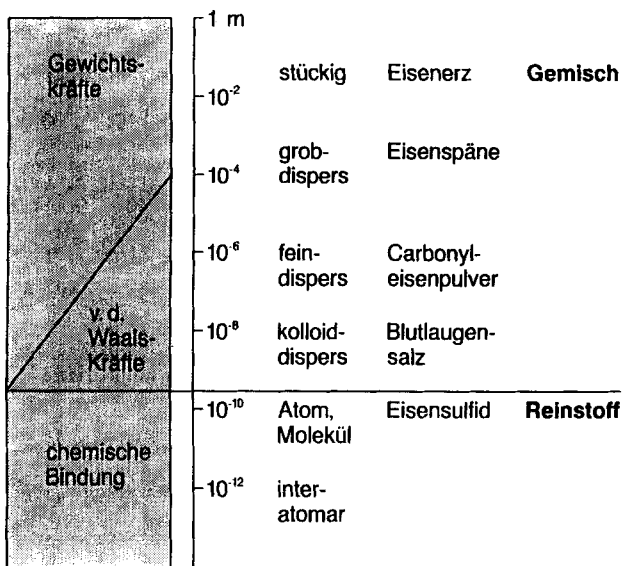


Abb. 1. Disperse Systeme und Wechselwirkungskräfte.

verursacht. Diese Wechselwirkungen sind auch verantwortlich für die Ausbildung von Kristallmodifikationen. Bekannt aus der Schulchemie ist das unterschiedliche Verhalten von gelbem und schwarzem Phosphor. Auch bei Graphit und Kohlenstoff handelt es sich chemisch um die gleiche Substanz. Die Wechselwirkungen zwischen den Atomen wirken nicht nur im molekularen Bereich, sondern reichen bis in den uns interessierenden Partikelbereich. Sie beeinflussen die Eigenschaften fester Produkte. Ihre Wirkung ist dann besonders offensichtlich, wenn die Partikeln miteinander Kontakt haben, d.h. aneinander haften. Die Kenntnis des Zusammenhangs zwischen Produkteigenschaften und Partikelgröße sowie Haftkräften führt zu einem vertieften Verständnis der verfahrenstechnischen Grundoperationen. Außerdem werden dadurch Wege eröffnet, Produkteigenschaften mit verfahrenstechnischen Methoden gezielt einzustellen.

2 Partikelgröße und Produkteigenschaft

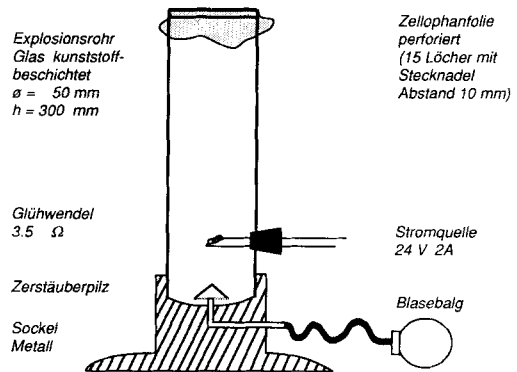
Der Einfluß der Partikelgröße auf Produkteigenschaften läßt sich mit vielen Experimenten zeigen. Dabei ist die Partikelgröße in der Regel nicht die einzige Einflußgröße auf die Produkteigenschaft. Sie hat jedoch oft einen so dominierenden Einfluß, daß auf die Diskussion weiterer Einflußgrößen verzichtet werden kann.

Staubexplosionen sind relativ seltene Ereignisse mit oft gravierenden Folgen. Sie können sich ereignen, wenn die Voraussetzungen – explosionsfähiger Staub in entsprechender Konzentration, Luft als Sauerstoffspender und eine wirksame Zündquelle – gegeben sind. Experiment 1a gibt einen Eindruck über den Ablauf einer Staubexplosion. Die Apparatur wird in modifizierter Form zur Bestimmung der Produkteigenschaft „staubexplosionsfähig“ verwendet.

Bei einer Staubexplosion laufen heterogene Reaktionen mit Feststoffen ab. Die Reaktionsgeschwindigkeit läßt sich durch die Partikelgröße bzw. die spezifische Oberfläche außergewöhnlich stark ändern. Dies kann man sofort erkennen, wenn das Experiment mit größeren Partikeln derselben Substanz wiederholt wird (Experiment 1b). Zwar beginnen einzelne Partikeln beim Kontakt mit der Glühwendel zu brennen, eine Staubexplosion findet jedoch nicht statt. Dieser Effekt wurde allein durch eine Änderung

Experiment 1: Staubexplosion

Apparatur



Versuchsmaterialien

A: Weizen gemahlen und gesiebt $x_{max} = 100 \mu\text{m}$ $x_{50} = 50 \mu\text{m}$
 B: Weizen gemahlen und fraktioniert $x_{max} = 500 \mu\text{m}$ $x_{min} = 315 \mu\text{m}$

Versuchsdurchführung

Versuch a: Einbringen von etwa 2 g Versuchssubstanz A. Strom zur Erhitzung der Glühwendel einschalten. Versuchssubstanz mit Hilfe des Blasebalgs aufwirbeln.
 Versuch b: Einbringen von etwa 2 g Versuchssubstanz B. Strom zur Erhitzung der Glühwendel einschalten. Versuchssubstanz mit Hilfe des Blasebalgs aufwirbeln.

der Partikelgröße von Werten kleiner $100 \mu\text{m}$ Werte von 300 bis $500 \mu\text{m}$ erzielt.

Bei der Herstellung und beim Umschlag von Gütern ist es selbstverständlich notwendig, gefährbringende Situationen zu vermeiden. Dazu dient in einem ersten Schritt die quantitative Charakterisierung des gezeigten Produktverhaltens. Dies geschieht in Kugelautoklaven, in denen eine Staubexplosion erzeugt und der Druck im Behälter über der Zeit erfaßt wird. Die Geschwindigkeit des Druckanstiegs in einem Autoklaven von 1 m^3 Volumen, als charakteristische Größe für das Explosionsverhalten, nimmt mit abnehmender Partikelgröße sehr stark zu (Abb. 2). Je feiner die Partikeln werden, desto größer wird daher das Risiko einer Explosion [1].

Die Fähigkeit zur Explosion verschwindet dagegen bei Partikeln oberhalb von 400 bis $500 \mu\text{m}$. Neben diesem

Druckanstiegsgeschwindigkeit ($\text{Kst}/\text{bar m s}^{-1}$)

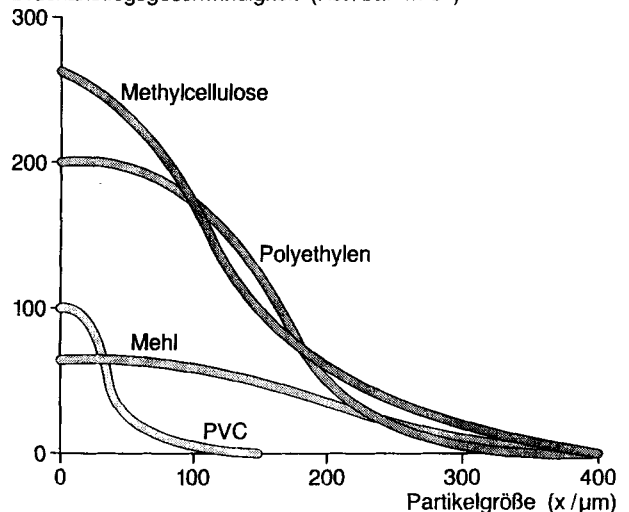


Abb. 2. Explosionskenngrößen brennbarer Staube, nach Bartknecht [1].

„physikalischen“ Einfluß auf das Explosionsverhalten ist selbstverständlich auch der Stoffeinfluß, d.h. die Reaktivität des Produktes selbst, in die Betrachtung einzubeziehen.

Die Messung der Druckerhöhungsgeschwindigkeit und weiterer Explosionskenngrößen sowie verbesserte Kenntnisse über den Explosionsablauf in Behältern und Apparaten erlauben es heute, das Risiko einer Staubexplosion zu quantifizieren und geeignete Gegenmaßnahmen zu ergreifen, so daß Schadensereignisse vermieden werden können.

Bei der Analyse von Unglücken infolge Staubexplosionen hat man festgestellt, daß oft zwei Explosionen nacheinander erfolgen: Eine kleinere Verpuffung geht einer zerstörerischen großen Explosion voraus. Die Erklärung liegt darin, daß durch die erste, meist harmlose Verpuffung abgelagerte Stäube aufgewirbelt werden und gleichmäßig fein verteilt, d.h. in optimal reaktionsfähiger Form, im Raum schweben bleiben, bis durch eine fast immer vorhandene Zündquelle dieses explosionsfähige Gemisch gezündet wird. Genau dieser Vorgang, Aufwirbeln, Schweben und Zünden, lief im ersten Experiment zur Erzeugung einer Staubexplosion ab.

Auch die Schwebefähigkeit ist eine Eigenschaft der Partikelgröße. Partikeln, die in der Luft schweben, empfinden wir als Staub. Beim Umschlag von Produkten kann die Chemikalie eines Herstellers stauben, die gleiche Chemikalie eines anderen nicht. Dabei spielt nicht nur eine mögliche Explosionsgefahr eine Rolle, die Stichworte Arbeitsplatzhygiene und Umweltschutz verdeutlichen, daß Erzeugung und Freisetzung von Staub vermieden werden müssen.

Das unterschiedliche Staubverhalten wird im Experiment 2 gezeigt. Das grobkörnige und fraktionierte Produkt (Experiment 2a) leuchtet beim Fallen durch den Lichtstrahl kurz auf, dann ist der Raum wieder dunkel, ein Zeichen, daß kein Staub, d.h. kein schwebefähiges Produkt, bei diesem Befüllvorgang erzeugt oder freigesetzt wurde. Wiederholt man dieses Experiment mit der chemisch gleichen Substanz, aber feineren Partikeln (Experiment 2b), so erkennt man das im Lichtstrahl schwebende Produkt sehr deutlich.

Der Unterschied zwischen staubenden und nichtstaubenden Produkten besteht offensichtlich darin, daß ein Produkt „pulvrig“, das andere mehr „körnig“ ist. Möchte man staubende Produkte vermeiden, dann muß man grobe Partikeln herstellen. Wie grob diese Partikeln sein müssen, soll eine einfache Betrachtung zeigen, an der sich auch exemplarisch die Verknüpfung von bekanntem Grundlagenwissen und praktischen Abschätzungen demonstrieren läßt.

Über ein Kräftegleichgewicht läßt sich die stationäre Sinkgeschwindigkeit, d.h. die Geschwindigkeit w_f , die sich nach einem kurzen Anlaufvorgang einstellt, für die Einzelkugel in einem unendlich ausgedehnten Medium errechnen.¹⁾

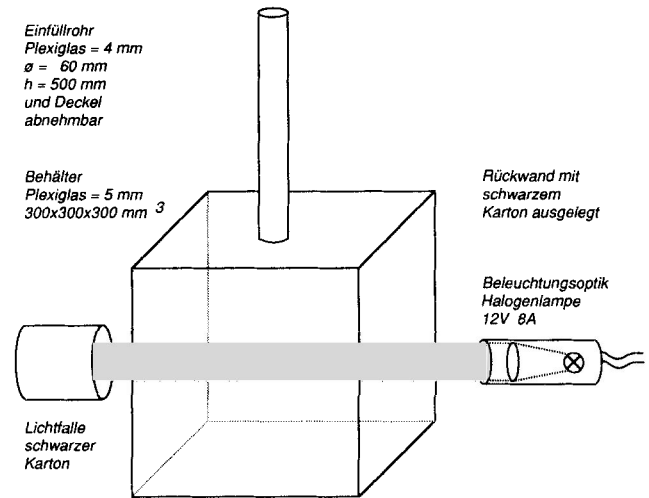
$$W = c_w(\text{Re}) \frac{\pi}{4} x^2 \frac{\rho_F}{2} w_f^2 \quad (1)$$

$$G - A = \frac{\pi}{6} x^3 (\rho_S - \rho_F) g \quad (2)$$

1) Eine Zusammenstellung der Formelzeichen befindet sich am Schluß des Beitrags.

Experiment 2: Staubentwicklung

Apparatur



Versuchsmaterialien

A: 5gr Vinoflex¹⁾ S5715

B: 5gr Vinoflex¹⁾ E7825 + 2% Sipernal²⁾ D17

$x_{\max} = 315 \mu\text{m}$ $x_{\min} = 100 \mu\text{m}$

$x_{\max} = 200 \mu\text{m}$ $x_{50} = 65 \mu\text{m}$

Versuchsdurchführung

Lampe einschalten.

Versuch a: Einschütten des Versuchsproduktes A

Versuch b: Einschütten des Versuchsproduktes B

1) Handelsname der BASF AG Ludwigshafen

2) Handelsname der Degussa AG Frankfurt

Das Gleichgewicht für den stationären Fall lautet:

$$W = G - A \quad (3)$$

Daraus folgt die Sinkgeschwindigkeit

$$w_f = \sqrt{\frac{4}{3} x \frac{\rho_S - \rho_F}{\rho_F} \frac{g}{c_w(\text{Re})}} \quad (4)$$

mit der Reynolds-Zahl

$$\text{Re} = \frac{w_f x}{\eta}$$

Mit Hilfe empirisch ermittelter Werte für den Widerstandsbeiwert $c_w(\text{Re})$ kann die Sinkgeschwindigkeit ermittelt werden [2] (Abb. 3).

Partikeln können nur dann in der Luft schweben, wenn ihrer Sinkgeschwindigkeit eine entsprechende Luftgeschwindigkeit entgegengerichtet ist. Als Schätzwert dafür kann man die üblichen Turbulenzgeschwindigkeit bewegter Luft heranziehen, die in dem Größenbereich 0,1 bis 0,3 m/s liegt. Aus Abb. 3 folgen zugeordnete Partikelgrößen von etwa 50 bis 100 μm . Der Verfahrens-Ingenieur muß daher, wenn er nichtstaubende Produkte herstellen will, Partikeln unterhalb 50 μm auf jeden Fall vermeiden. Partikeln im Bereich von 50 bis 100 μm sinken bereits relativ schnell, sie werden, wie die praktische Erfahrung zeigt, in der Regel jedoch noch von Luftströmungen aufgewirbelt und fortgetragen und sollten daher ebenfalls vermieden werden.

Sinkgeschwindigkeit ($w_f/m\ s^{-1}$)

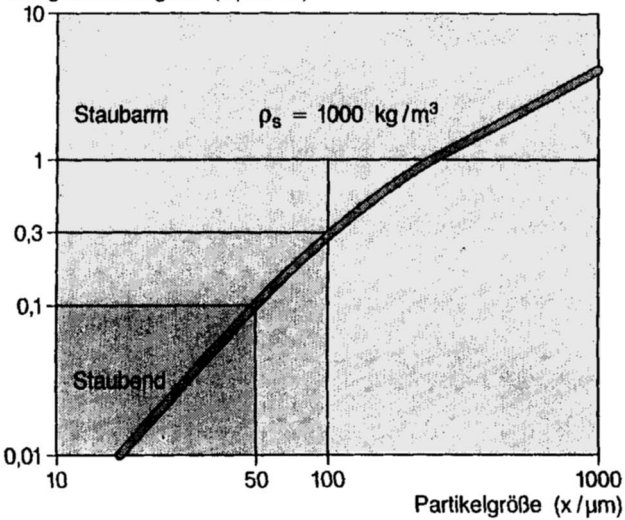


Abb. 3. Schwebefähigkeit in Luft.

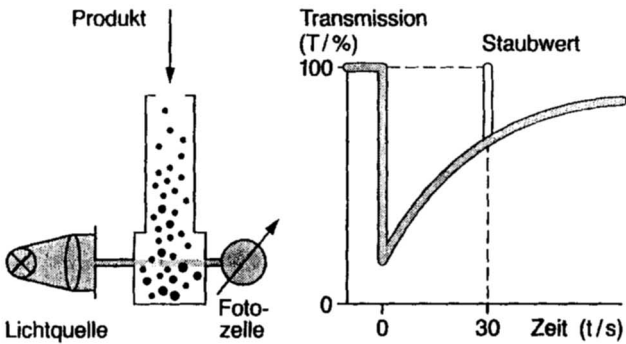


Abb. 4. Cassella-Staubmeßgerät.

Bei dem Experiment 2 wurde mittels Lichtstreuung an den Partikeln das unterschiedliche Staubverhalten sichtbar gemacht. Eine ähnliche Anordnung wird im Cassella-Gerät [3] zur Charakterisierung des Staubgehaltes von Produkten benutzt (Abb. 4). Meßtechnisch erfaßt wird dabei die Transmission, d.h. die Lichtmenge, die nach Durchtritt durch die staubhaltige Luft noch auf die Fotozelle trifft. Die Transmission fällt im Moment der Staubaufgabe auf den Minimalwert und steigt dann entsprechend der Sedimentation der Partikeln langsam an. Die Staubmenge, die nach der festgelegten Zeit von 30 s noch in Schwebelage ist, wird mit dem Differenzwert der Transmission charakterisiert. Welche Probleme bei der Herstellung staubfreier Produkte gelöst werden müssen, zeigt folgende Abschätzung:

Bei 100- μm -Partikeln benötigt man rund 100 g pro m^3 Luft, damit man die Hand nicht mehr vor den Augen sieht, bei 1 μm Partikeln reicht dazu schon 1 g. Für die Verfahrenstechnik bedeutet dies, daß staubende Feinanteile möglichst vollständig vermieden werden müssen, eine technisch äußerst schwierige Aufgabe.

Feine Partikeln sind optisch wirksamer. Im Falle von Staub stört dies, bei Farbpigmenten wird dieser Effekt zur Erzeugung eines guten Farbeindrucks ausgenutzt [4]. In Experiment 3 werden die Dispergiervorgänge, die Lackhersteller in einem Dissolver ausführen, nachgestellt. Der Farbeindruck des feinen Produktes (Experiment 3a) ist wesentlich besser als der des groben Pigmentes, die Farbe ist kräftiger und reiner. Das grobe Produkt (Experiment 3b) ist so schlecht, daß kein Hersteller es einsetzen würde.

Experiment 3: Farbstärke

Benötigte Ausrüstung

Overheadprojektor
4 Glasplatte 100 x 50 x 1 mm
2 Spatel

Versuchsmaterialien

Dispergiemittel Span 80 ¹⁾
A: ungefinishte Rohware Heliogenblau NSB 1206 ²⁾ gesiebt > 100 μm
B: Handelsware Heliogenblau NSB 1206 ²⁾

Versuchsdurchführung

Overheadprojektor einschalten.

Versuch a: Vorlegen des Dispergiemittels 1ml auf Glasplatte. Hinzufügen einer Spatelspitze Versuchsgut A. Vermischen der Komponenten und dispergieren des Versuchsgutes. Abdecken der Suspension mit zweiter Glasplatte.

Versuch b: Vorlegen des Dispergiemittels 1ml auf Glasplatte. Hinzufügen einer Spatelspitze Versuchsgut B. Vermischen der Komponenten und dispergieren des Versuchsgutes. Abdecken der Suspension mit zweiter Glasplatte.

- 1) Handelsname der Fa Atlas Chemie Essen
2) Handelsname der BASF AG Ludwigshafen

Um die unterschiedlichen coloristischen Merkmale Dispersitätsgrößen zuordnen zu können, müssen Partikelgrößen analysiert werden. Das grobe Produkt (Abb. 5) zeigt nadelförmige Partikeln von etwa 5 μm Dicke. Die Längsverteilung zeigt einen Schwerpunkt bei etwa 30 bis 40 μm . Das feine Produkt (Abb. 6) besteht ebenfalls aus nadelförmigen Partikeln, allerdings wesentlich feineren. Die Dicke beträgt nur noch etwa 0,02 μm und die Länge etwa 0,1 bei 0,2 μm .

Noch feinere Partikeln würden die optische Dichte weiter erhöhen, in der Praxis begrenzen jedoch andere Qualitätskriterien, insbesondere die Fließeigenschaften des Lackes, die Partikelgröße zu feineren Partikeln hin.

Nicht nur der Sehsinn wird durch die Partikelgröße angesprochen, auch das Geschmackempfinden wird durch die Partikelgröße beeinflusst [5]. Feine Partikeln in der Schokolade lassen das Produkt bei sonst gleicher Rezeptur deutlich milder und geschmackvoller erscheinen. In Abb. 7 ist auf der Abszisse der Rückstand von Zuckerpartikeln > 20 μm in der Schokoladenmasse aufgetragen. Auf der

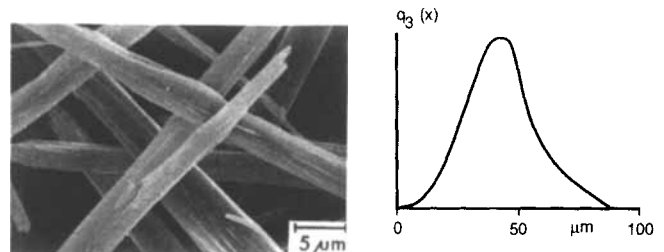


Abb. 5. Partikelgröße des groben Blaupigmentes.

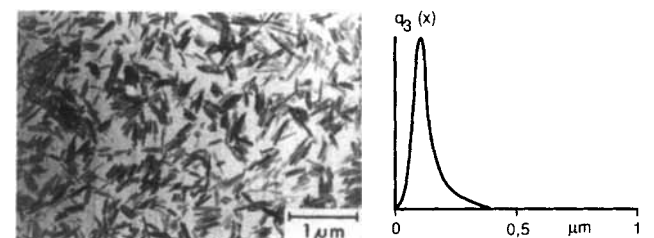


Abb. 6. Partikelgröße des feinen Blaupigmentes.

Ordinate ist der Anteil der Testpersonen angegeben, welche die zu beurteilende Schokolade als gleich gut wie das Vergleichsprodukt einstufen. Man sieht, daß eine Schokolade mit 40% Grobanteil im Zucker nahezu von allen Testpersonen geschmacklich als schlechter charakterisiert wurde.

Farbstärke und Geschmack bestimmen die Qualität des Endproduktes. Diese Eigenschaften sind für den Anwender, d.h. für den Kunden des Produzenten, von ausschlaggebender Bedeutung. Sie werden deshalb als Qualitätseigenschaften oder anwendungstechnische Eigenschaften bezeichnet.

Nicht jedoch nur der Anwender, sondern auch der Produzent wird ständig mit der Partikelgröße und ihrem Einfluß auf den Produktionsprozeß konfrontiert. Nahezu in jeder Grundoperation der Feststoffverfahrenstechnik wird das Produktverhalten entscheidend von der Partikelgröße geprägt. Als typisches Beispiel für derartige produktionstechnische Eigenschaften wird im Experiment 4 das Durchströmungsverhalten von Wasser in Schüttungen gezeigt.

Bei Experiment 4a läuft die Flüssigkeit durch die von der Schwerkraft aufgeprägte Druckdifferenz schnell ab. Der Flüssigkeitsspiegel tritt nahezu ungehindert durch die Schicht hindurch. Dabei sinkt der Flüssigkeitsspiegel nicht gleichmäßig ab, sondern es werden ganze Bereiche innerhalb der Schüttung schlagartig entwässert. Der von außen sichtbare kontinuierliche Fluß setzt sich aus einer Vielzahl solcher instationärer Entwässerungen im Innern der Schüttung zusammen.

Bei Experiment 4b genügt eine geringfügig feinere Partikelgröße, um die Durchströmbarkeit drastisch zu reduzie-

ren. Dem Praktiker ist dies geläufig, benötigt er doch oft Stunden, um einen Filterkuchen aus feinkörnigen Produkten zu waschen. Der Flüssigkeitsspiegel bleibt beim Erreichen der Schichtoberfläche im Gegensatz zu Experiment 4a an der Oberfläche stehen.

Diese Vorgänge lassen sich mit einfachen Beziehungen beschreiben [6-8]:

Durchströmungsgeschwindigkeit (Darcy, 1856):

$$v_a = \frac{B_0}{\eta} \frac{\Delta p}{y} \quad (5)$$

Durchlässigkeit (Carman-Konzeny, 1956):

$$B_0 = \frac{1}{k} \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2} x^2 \quad (6)$$

Die Durchströmungsgeschwindigkeit hängt von den äußeren Parametern Δp und der Schichtdicke y sowie der Durchlässigkeit B_0 und der Viskosität ab. Die Durchlässigkeit B_0 ist ein die Schüttung kennzeichnender Produktparameter. Darin geht die Partikelgröße quadratisch ein, d.h. geringe Verschiebungen einer Korngrößenverteilung ins Grobe erleichtern die Filtrierbarkeit, wie das Experiment zeigte. Das Entwässerungsverhalten wird vom Kapillardruck p_k bestimmt [9].

Kapillardruck:

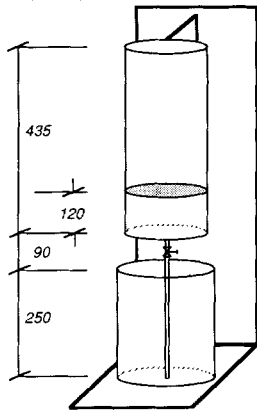
$$p_k = b \gamma \cos \delta_{\text{eff}} \frac{1-\varepsilon}{\varepsilon} \frac{1}{x} \quad (7)$$

p_k nimmt umgekehrt proportional der Teilchengröße zu. Bei den feinen Partikeln war der Kapillardruck bereits größer als der Sog der Flüssigkeit, so daß der Flüssigkeitsspiegel an den feinen Poren der Oberfläche hängen blieb. Bei etwa 3- μm -Partikeln, $\varepsilon = 0,6$, Wasser bei Raumtemperatur als Flüssigkeit sowie vollständiger Benetzung ($\delta_{\text{eff}} = 0$) beträgt der Kapillardruck 1 bar, eine Entwässerung durch noch so gutes Vakuum ist nicht mehr möglich.

Die Größe B_0 ist leicht zu messen. Sie ist wichtig bei der Auswahl und Auslegung von Filtern [27] (Abb. 8). Im

Experiment 4: Durchströmbarkeit

Apparatur (2-fach)



Haltevorrichtung
Plexiglas = 16 mm

Auslaufzylinder
Plexiglas = 4 mm
 $\varnothing = 150$ mm

Siebboden
Metall
Maschenweite 80 μm

Ablaufhahn
NW 8

Schlauch
 $\varnothing = 10$ mm

Auffangbehälter
Plexiglas = 3 mm
 $\varnothing = 200$ mm

Versuchsmaterialien

Trinkwasser
Tinte blau
A: Glaskugeln $x_{50} = 500 \mu\text{m}$ Dragonit 25 31/8 ¹⁾ 400-520 μm
B: Glaskugeln $x_{50} = 100 \mu\text{m}$ Dragonit 25 31/13 ¹⁾ 90-130 μm

Versuchsvorbereitung

Füllen des Auslaufzylinders mit Trinkwasser von unten. Es darf sich kein Luftpolster unter dem Siebboden befinden. Einbringen der Glaskugelschüttung $h = 2$ cm. Die Glaskugelschicht gegebenenfalls eibnenen.

Versuchsdurchführung

Einfärben der überstehenden Flüssigkeit.
Versuch a: Öffnen des Ablaufhahns bei Apparatur mit Produkt A.
Versuch b: Öffnen des Ablaufhahns bei Apparatur mit Produkt B.

Testergebnis „gleich gut“ = 100 %

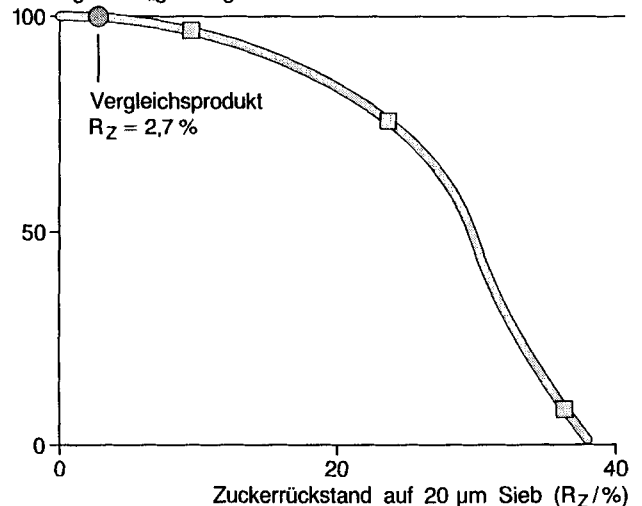


Abb. 7. Geschmacksbeurteilung von Schokolade.

¹⁾ Handelsname der Fa. Dragon-Werk Georg Wild GMBH & CO. KG Bayreuth

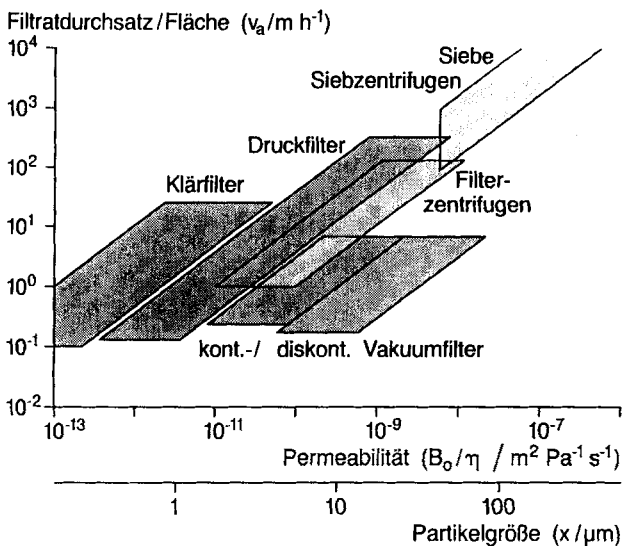


Abb. 8. Einsatzbereiche von Trennapparaten, nach Gösele [27].

Bereich grober Partikeln genügt eine Entwässerung durch Schwerkraft auf einem Sieb entsprechend dem vorhin gezeigten Versuch. Im Bereich feinerer Partikeln muß das treibende Druckgefälle durch Vakuum oder Fliehkraft erhöht werden. Bei sehr feinen Partikeln sind technisch sinnvolle Filtratdurchsätze nur durch Druckfiltration erzielbar. Der Filtrationsaufwand wird mit abnehmender Partikelgröße immer höher. Durch die Zunahme des Kapillardruckes wird auch die Restfeuchte des Filterkuchens immer größer. Beide Effekte beeinflussen daher negativ die Wirtschaftlichkeit eines Verfahrens.

In der Feststoffverfahrenstechnik ist es deshalb wichtig, die Partikelgrößen so einzustellen, daß einerseits gewünschte Qualitätsmerkmale erzielt werden und andererseits der Produktionsprozeß mit geringem Aufwand durchführbar ist. Von entscheidender Bedeutung sind dabei die Verfahrensschritte, bei denen der Feststoff erzeugt oder geändert wird [10].

Feststoffe entstehen beim Kristallisieren und Fällen, teilweise auch beim Reagieren oder Trocknen. Beim Agglomerieren und Zerkleinern werden Partikelgrößen durch mechanische Verfahren gezielt geändert. Diese Verfahrensschritte dürfen nicht isoliert betrachtet werden. Wichtig ist eine Optimierung des gesamten Verfahrens über die einzelnen Verfahrensschritte hinweg auf das gewünschte Verfahrensziel, feste Stoffe mit gewünschten Qualitäten zu erzeugen.

In diesem Abschnitt wurde gezeigt, in wie vielfältiger Weise die Größe fester Partikeln die Qualität von Produkten oder das Verhalten der Produkte im Produktionsprozeß beeinflusst. Geringe Änderungen der Partikelgröße können darüber entscheiden, ob ein Produkt Qualitätsansprüche erfüllt oder nicht oder ob ein Produkt innerhalb eines Produktionsprozesses sich als gutmütig oder schwierig erweist.

3 Haftkräfte und Haftmechanismen

Die bisher gezeigten Produkteigenschaften hängen direkt von der Partikelgröße ab. Viele Eigenschaften disperser Produkte werden von den Kräften zwischen den Partikeln geprägt, d.h. von Haftkräften, die ihrerseits wieder von der Partikelgröße abhängen. Dabei sind die im feinen Pulver-

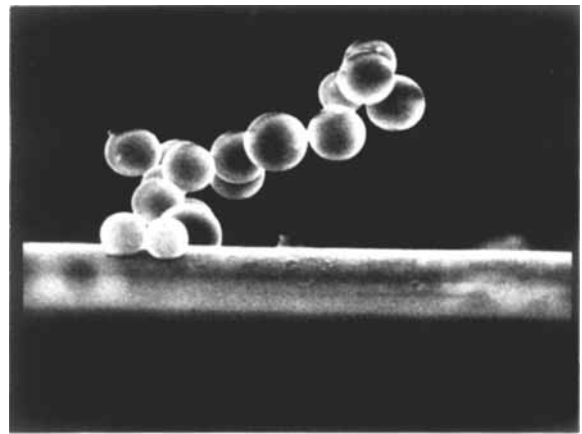


Abb. 9. EM-Aufnahme von Glaskugeln auf Glasfaser.

bereich wirkenden Kräfte nicht ohne weiteres mit denen unserer makroskopischen Erfahrungswelt vergleichbar. Nur so ist das Bild (Abb. 9) von 10-µm-Glaskugeln, die auf einer Glasfaser „aufgestäubt“ wurden [11], zu erklären. Das Gewicht ist im mikroskopischen Bereich gegenüber den Haftkräften meist vernachlässigbar.

Welcher Natur sind diese Haftkräfte, die in der Feststoffverfahrenstechnik eine ähnliche Rolle spielen wie die chemischen Bindungskräfte in der Chemie?

Man unterscheidet Materialbrücken, die durch Sinterung, chemische Reaktion in den Berührungspunkten, erhärtete Bindemittel oder Kristallisation gelöster Stoffe zwischen den Partikeln entstanden sind (Feststoffbrücken) und flüssige bzw. hochviskose Bindemittel, die aufgrund von Kapillarkräften eine Flüssigkeitsbrücke bilden [12]. Bei den Kräften ohne Materialbrücken ist die van-der-Waals-Kraft die wesentliche Bindungskraft, während die elektrostatische Kraft bei gleichem Material meist gleichartige Anlagerung von Ionen und damit Abstoßung unter den Partikeln bewirkt. Formscluß kann ebenfalls als ein Haftmechanismus in Frage kommen, z.B. bei faserigen Systemen wie Papier.

Von Ausnahmen abgesehen, ist es bis heute nicht möglich, die Haftkräfte zwischen realen Partikeln aufgrund ihrer unregelmäßigen Form und den immer vorhandenen Oberflächenrauigkeiten mit ausreichender Genauigkeit zu berechnen [13]. Haftkräfte werden deshalb mit Modellrechnungen an glatten, meist starren idealisierten Kugeln ermittelt. Obwohl die absoluten Größen der so ermittelten Haftkräfte zur Bestimmung realer Haftbedingungen nur selten geeignet sind, geben die Modelle wichtige Hinweise auf die Einflußgrößen.

Eine ständig wirkende Haftkraft ist die van-der-Waals-Kraft. Der Name *van der Waals* ist aus der Schul- oder Studienzeit durch die sog. van-der-Waals-Gleichung von Gasen bekannt.

Die Gleichung $(p + \alpha/v^2)(v - \beta) = RT$ beinhaltet zwei Korrekturterme gegenüber der idealen Gasgleichung. Der Term β berücksichtigt das endliche Volumen der Moleküle. Die Konstante α beschreibt eine intermolekulare Anziehungskraft aufgrund fluktuierender Dipole. Diese Kraft ist eine universell wirkende Kraft und ist nicht mit chemischen Bindungen identisch. Die van-der-Waals-Kraft wirkt nicht nur in Gasen, sondern auch zwischen Festkörpern, z.B. zwischen den Graphitschichten des Kohlenstoffs.

Es gibt zwei prinzipiell unterschiedliche Ansätze, die van-der-Waals-Anziehungskraft zu bestimmen. Die „mikroskopische Theorie“ berechnet die Anziehungs-

energien aus der Summation der Wechselwirkungsenergie zweier Atome [14]. Dabei wird vorausgesetzt, daß die Atomwechselwirkungen addierbar sind und sich gegenseitig nicht beeinflussen.

Eine andere, physikalisch befriedigendere Theorie [15] nimmt als Grundlage der wechselwirkenden Partner die optischen und elektrischen Eigenschaften und berechnet daraus die van-der-Waals-Kräfte.

Beide Theorien liefern für die Haftkraft F zwischen zwei ideal kugelförmigen Partikeln [16]:

$$F = \frac{\hbar \bar{\omega}}{32 \pi a^2} x \quad (8)$$

Mit üblichen Stoffwerten folgt der in Abb. 10 gezeigte Zusammenhang zwischen Haftkraft und Partikelgröße [12].

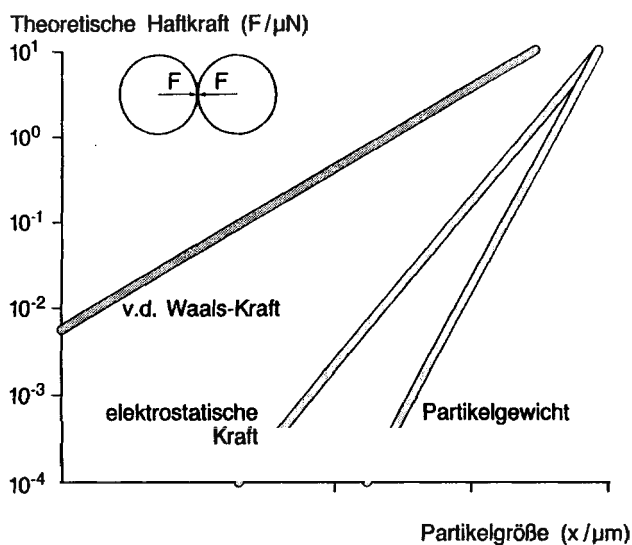


Abb. 10. Theoretische Haftkräfte und Partikelgewicht, nach Rumpf [12].

Im Bereich feiner Teilchen ist die Gewichtskraft eines Teilchens um mehrere Zehnerpotenzen kleiner im Vergleich zu den allgegenwärtigen Haftkräften, so daß zur Trennung zusätzliche Kräfte aufgebracht werden müssen. Experiment 5a veranschaulicht diese theoretische Aussage.

Das Phänomen der elektrostatischen Aufladung, die speziell bei elektrisch nicht leitfähigen Partikeln oft zu unerwünschten Haftkräften führt, ist aus der Erfahrung gut bekannt. Beim Kontakt oder bei der Reibung von Partikeln unterschiedlicher Materialien treten Elektronen von einem Material in das andere über. Da sich die Partner dadurch gegenpolig aufladen, ziehen sie sich auch gegenseitig an. Die Größe der elektrostatischen Haftkräfte ist bei sehr feinen Partikeln im Vergleich zu den van-der-Waals-Kräften um eine Größenordnung kleiner und deshalb meist zu vernachlässigen. Die Bedeutung der elektrostatischen Kräfte liegt nicht in ihrer Größe, sondern in der Tatsache begründet, daß sie viel weitreichender wirken als van-der-Waals-Kräfte und somit Bewegungsbahnen suspendierter Teilchen beeinflussen können. Ein klassisches Beispiel ist der Elektroabscheider. Neuere Entwicklungen nutzen die elektrischen Kräfte zum Sortieren von Mineralien.

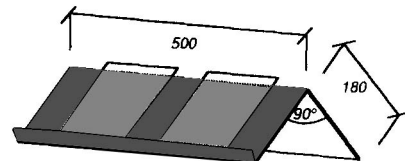
Experiment 5: Grundversuche zur Haftkraft

Benötigte Ausrüstung

- 2 Pinsel
- 1 Spritzflasche
- 1 Auffangwanne $l = 250$ $b = 100$ $h = 200$ mm

Gestell aus schwarzem Kunststoff 5mm dick

2 Glasplatte 200x200x5 mm



Versuchsmaterialien

- A: Gold Puder Weizenmehl Typ 405 ¹⁾
- B: Gold Puder Hartweizengrieß ¹⁾ 400 - 700 μm
- Wasser - Ethanol Gemisch 1:1

Versuchsvorbereitung

- Spritzflasche mit Ethanol - Wasser Gemisch füllen.
- Glasplatten auf Kunststoffgestell ablegen

Versuchsdurchführung

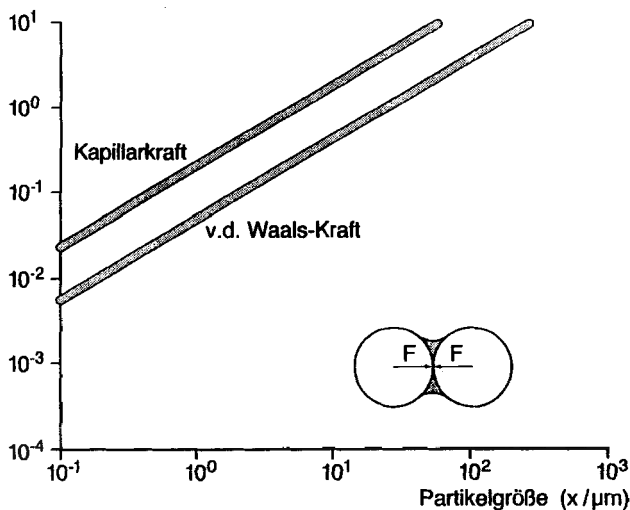
- Versuch a: Versuchssubstanz A,B mit Pinsel auf Glasplatten streuen.
- Versuch b: Glasplatte mit Produkt A über Auffangwanne mit Spritzflasche abwaschen.
- Versuch c: Trockene Glasplatte mit Spritzflasche befeuchten und Versuchsgut B aufstreuen.

¹⁾ Handelsname der Fa. Pfälzische Mühlenwerke GmbH & Co. OKG Mannheim

Die Kurven in Abb. 10 stellen theoretische Kräfte dar. In der Praxis werden im Bereich grober Teilchen die Abstände zwischen den Partikeln infolge von Oberflächenrauigkeiten größer und die Haftkräfte dadurch limitiert.

Flüssigkeit verändert das System in zweierlei Weise: Zum einen werden durch Flüssigkeitsmenisken „äußere“ Kräfte zusätzlich erzeugt, zum anderen wird aber auch die van-der-Waals-Wechselwirkung durch die Anwesenheit von Flüssigkeit anstelle von Luft direkt beeinflusst.

Befindet sich an den Kontaktstellen eine Flüssigkeit, dann wirken Kapillarkräfte aufgrund von Oberflächenspannungen. Zwischen zwei Partikeln entsteht eine Flüssigkeitsbrücke, die zu einer Haftung zwischen den Partikeln [17] führt: Es ergeben sich Haftkräfte (Abb. 11), die noch bis zu dem Faktor 5 größer als van-der-Waals-Kräfte sein können.



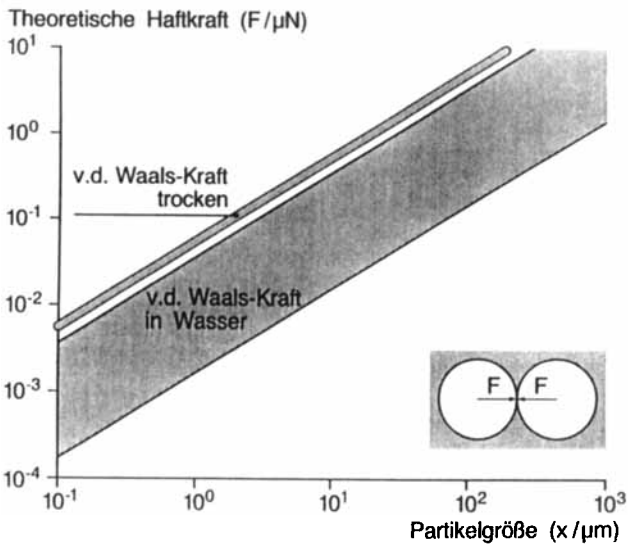


Abb. 12. Van-der-Waals-Kraft in gasförmiger Atmosphäre und in wässriger Umgebung.



Abb. 13. Wäscherinnen am Nil (Ägyptische Wandmalerei, ca. 2000 v. Chr.).

Die eigentliche van-der-Waals-Wechselwirkung verringert sich dagegen in Anwesenheit von Wasser bis zum Faktor 100 (Abb. 12), mit Hilfsmitteln sogar bis zum Faktor 5000, eine Tatsache, die seit Jahrtausenden zum Reinigen von Wäsche genutzt wird (Abb. 13). Experiment 5b zeigt die Reduzierung der Haftkraft im wässrigen System und Experiment 5c die Wirkung der Kapillarkraft.

Die verschiedenen Haftkräfte unterscheiden sich nicht nur in der Größe, sondern auch im Abstandsverhalten (Abb. 14). Van-der-Waals-Kräfte fallen sehr rasch ab. Elektrostatische Kräfte sind so weitreichend, daß in dieser Darstellung der Einfluß des Abstandes nicht sichtbar wird. Kapillarkräfte liegen dazwischen, sie behalten lange ihre Kraftwirkung bei, ehe die Haftung stark abfällt und schließlich verschwindet, wenn die Flüssigkeitsbrücke reißt. Die theoretische Haftkraft wächst proportional dem Durchmesser des kugelförmigen Partikels. Große Teilchen haben jedoch keine ideal kugelförmige Oberfläche, sondern natürliche Rauigkeiten oder unregelmäßige Formen. Abb. 15 zeigt den Einfluß der Rauigkeit an einem einfachen Modell. Die abfallenden Kurven resultieren aus der abstandsvergrößernden Wirkung der Rauigkeitserhebung zwischen Wand und großer Kugel. Die aufsteigende Kurve spiegelt die Haftkraft der Rauigkeit selbst wider.

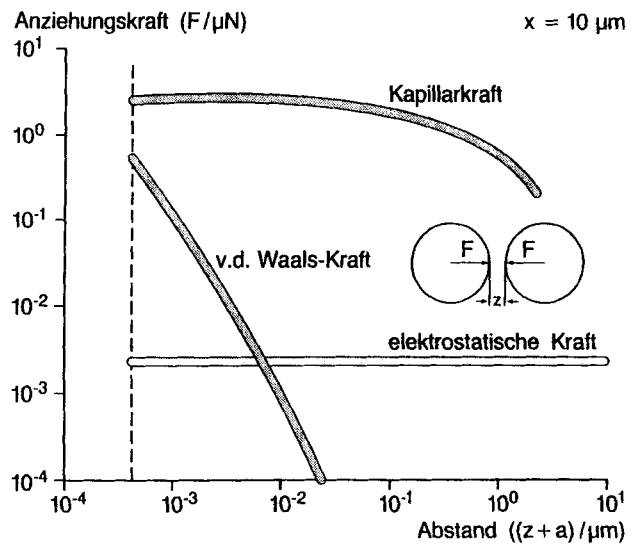


Abb. 14. Abhängigkeit der Anziehungskraft zweier Kugeln vom Abstand.

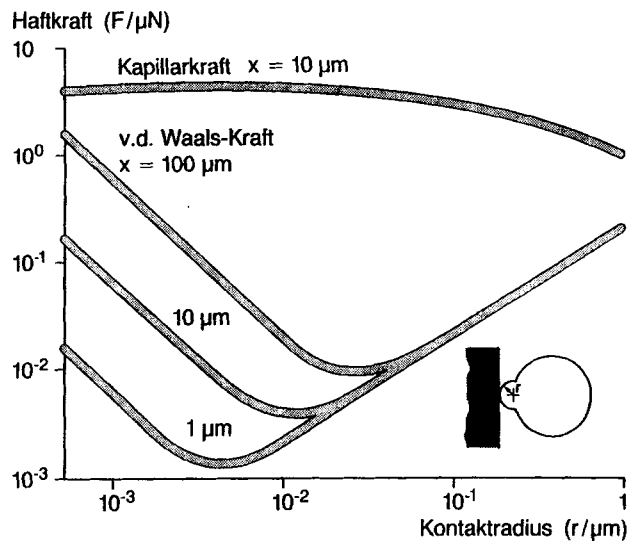


Abb. 15. Haftkraft und Rauigkeit, nach Rumpf [12].

Man erkennt, daß Rauigkeiten im Bereich von etwa $0,01$ bei $0,05 \mu\text{m}$ zu einem Minimum der Haftkraft führen. Elektrostatische Kräfte und Kapillarkräfte lassen sich durch Rauigkeiten dagegen kaum ändern.

4 Haftkraft und Beweglichkeit

Viele Phänomene der Feststoffverfahrenstechnik lassen sich auf den Einfluß der Haftkräfte zurückführen und daher auch über Haftkräfte beeinflussen. In Prozessen, wo die Partikeln sich bewegen und dabei miteinander in Kontakt treten, läßt sich ihr Einfluß sichtbar machen. Die Schüttgutdichte stellt das Ergebnis eines Füllprozesses dar, bei dem die Partikelbewegung durch die Schwerkraft bestimmt wird (Experiment 6). Das Schüttgutvolumen bleibt im Grobbereich, d.h. bis hinunter zu etwa $100 \mu\text{m}$, konstant. Die Partikelgröße hat keinen Einfluß. Die Partikeln rutschen beim Einfüllen immer in die von der Schüttung vorgegebenen Vertiefungen, d.h. in die durch die Gewichtskraft bestimmte, energetisch optimale Lage.

Experiment 6: Schüttgutedichte

Benötigte Ausrüstung

9 Mischzylinder 500 ml DIN 12685

Versuchsmaterialien

Silica - Perlen W ¹⁾	$x_{50} = 4000 \mu\text{m}$
Silica - Perlen WF ¹⁾	$x_{50} = 1500 \mu\text{m}$
Kieselgel 60 ²⁾	$x_{50} = 100 \mu\text{m}$
Silica - Pulver DM 12 ¹⁾	$x_{50} = 12 \mu\text{m}$
Silica - Pulver DM 5 ¹⁾	$x_{50} = 5 \mu\text{m}$
Sipernat D17 ³⁾	$x_{50} = 0,028 \mu\text{m}$
Sipernat 22S ³⁾	$x_{50} = 0,018 \mu\text{m}$
Aerosil R 972 ³⁾	$x_{50} = 0,016 \mu\text{m}$
Aerosil 200 ³⁾	$x_{50} = 0,012 \mu\text{m}$

Versuchsvorbereitung

23 g Versuchsmaterial in Mischzylinder füllen.

- 1) Handelsname der BASF AG Ludwigshafen
- 2) Handelsname der Fa. Machery Nagel Düren
- 3) Handelsname der Fa. Degussa Frankfurt

Das Verhältnis aus Hohlraumvolumen zu Partikelvolumen bleibt bei Änderung der Partikelgröße aus Ähnlichkeitsgründen gleich. Im Feinbereich unterbinden Haftkräfte die freie Beweglichkeit, die Partikeln werden festgehalten und können nicht mehr die optimale Gewichtslage einnehmen. Das Schüttgutvolumen nimmt daher zu, je größer die Haftkräfte im Vergleich zum Partikelgewicht werden.

Wenn diese Überlegung stimmt, so müßte sich bei einer Feingutschüttung, bei der die Haftkräfte zwischen den Partikeln reduziert sind, das Schüttgutvolumen verkleinern lassen. Wie könnte man die Haftkraft reduzieren? In Abb. 12 wurde gezeigt, daß die Haftkräfte in Flüssigkeit wesentlich geringer sind im Vergleich zu Haftkräften im trockenen Zustand. In einer Flüssigkeit müßte demnach feines Pulver eine höhere Schüttgutedichte haben als im trockenen Zustand. In Experiment 7 ist dies mit Stahlkugeln durchgeführt.

Man sieht, daß das Schüttgutvolumen des 1 μm großen Feingutes auf den Wert gesunken ist, den eine Grobfraktion einnimmt. Die Annahme, daß Haftkräfte das Schüttgutvolumen im Feinbereich vergrößern, kann somit als bestätigt angesehen werden. In Abb. 16 ist die Porosität über der Partikelgröße aufgetragen. Man erkennt sehr gut den Bereich konstanter Porosität, die für fast alle Produkte

Experiment 7: Schüttgutedichte in Flüssigkeit

Benötigte Ausrüstung

3 Mischzylinder 500 ml DIN 12685

Versuchsmaterialien

Stahlkugeln ¹⁾	$x_{50} = 3000 \mu\text{m}$
Carbonyleisenpulver HQ ²⁾	$x_{50} = 1,5 \mu\text{m}$
Heptan ³⁾	
Span 80 ³⁾	

Versuchsvorbereitung

480 g Versuchsmaterial abwiegen. 1 Mischzylinder mit Stahlkugeln, 2 Mischzylinder mit Carbonyleisenpulver füllen. 300 ml Heptan + 3 ml Span 80 mischen und in einen mit Carbonyleisenpulver gefüllten Mischzylinder geben. Mit Rührstab gut mischen und sedimentieren lassen.

- 1) Handelsprodukt der Fa. Schulte Wermelskirchen
- 2) Handelsname der BASF AG Ludwigshafen
- 3) Handelsname der Fa. Atlas Chemie Essen

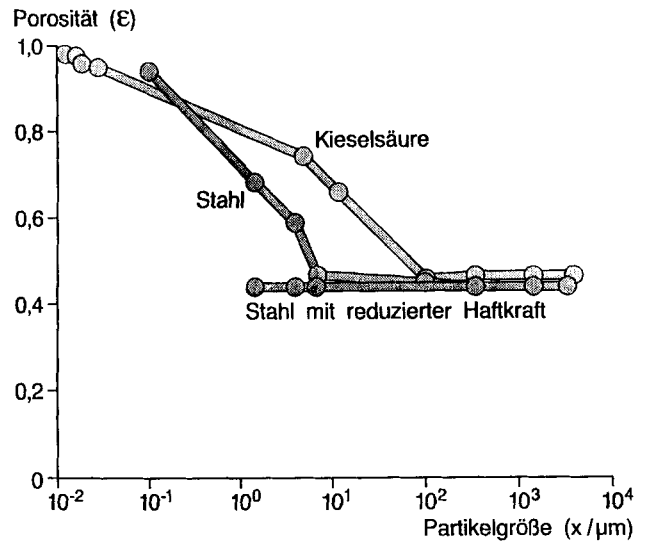


Abb. 16. Porosität von Schüttgütern.

bei etwa 0,43 liegt, und die Zunahme der Porosität mit abnehmender Partikelgröße im Feinbereich. Die Kurve für Stahl biegt bei kleineren Partikelgrößen ab, da die Schwerkraft feinere Stahlpartikeln aufgrund des höheren spezifischen Gewichtes noch bewegen kann. Immigiert man das Stahlpulver in Flüssigkeit, so reduziert sich die Porosität auf den Wert von grobem Produkt. Diese Reduzierung der Porosität ist natürlich nicht bis in den Bereich beliebig feiner Partikeln durchführbar. Auch hier werden ab einer bestimmten Partikelgröße Haftkräfte dominieren, d. h. die Suspension wird ausflocken, und es können dann analog dem Verhalten trockener Güter sehr große Porositäten auftreten.

Nicht nur bei kleinen Bewegungen, wie sie beim Aufschütten eines Haufwerkes auftreten, sondern auch überall dort, wo größere Beweglichkeiten der Partikeln im Prozeß möglich sind, haben Haftkräfte einen starken Einfluß auf das Produktverhalten. Große Beweglichkeiten liegen bei Partikeln im fluiden Zustand vor. Geldart [18] hat aufgrund seiner Erfahrung mit vielen Produkten eine Klassifizierung vorgenommen (Abb. 17). Sehr feine Produkte wirbeln nicht, es bilden sich Kanäle, durch die das Wirbelgas

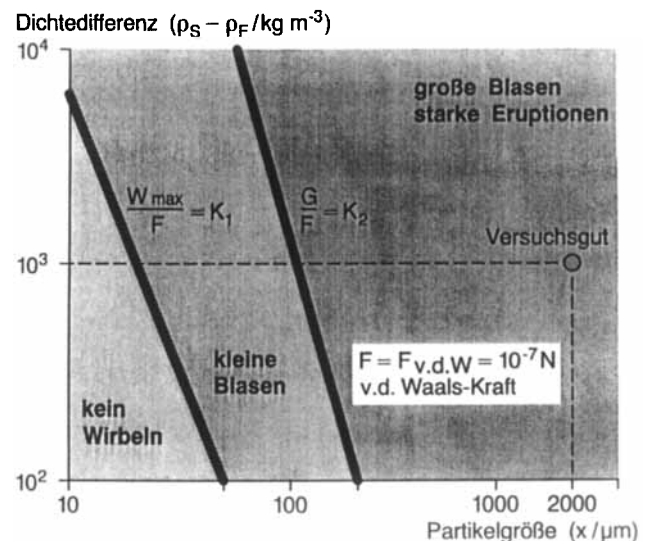


Abb. 17. Wirbelverhalten und van-der-Waals-Haftkraft, nach Molerus [19].

entweicht. Grobe Produkte bilden Wirbelschichten mit großen Blasen und starken Eruptionen. Zwischen diesen beiden Bereichen existiert ein Strömungszustand, bei dem sich kleine Blasen bilden und die Obergrenze der Schicht relativ scharf ausgeprägt ist.

Molerus [19] hat theoretisch nachgewiesen, daß die Bereichsgrenzen mit einem konstanten Verhältnis Strömungskraft/Haftkraft bzw. Gewicht/Haftkraft beschrieben werden können. Dabei nahm er für die Haftkraft F den theoretischen Wert von 10^{-7} N an, der sich unter Berücksichtigung üblicher Rauigkeiten technischer Oberflächen aus der van-der-Waals-Theorie ergibt. Ein Versuchsgut mit 2 mm Partikelgröße liegt in dieser Darstellung im Bereich eines Wirbelbettes mit großen Blasen und starken Eruptionen. Experiment 8a gibt einen Eindruck dieses Zustandes.

Ändert sich die Haftkraft, so verschieben sich in dem Diagramm die Trennlinien zwischen den einzelnen Bereichen. Den größten Effekt erhält man, wenn man als Haftkraft die Kapillarkraft einsetzt. Da hierbei die Rauigkeiten keine Rolle mehr spielen, kann die Kapillarkraft proportional der Partikelgröße entsprechend dem Kugel/Kugel-Modell eingesetzt werden. Abb. 18 zeigt, daß

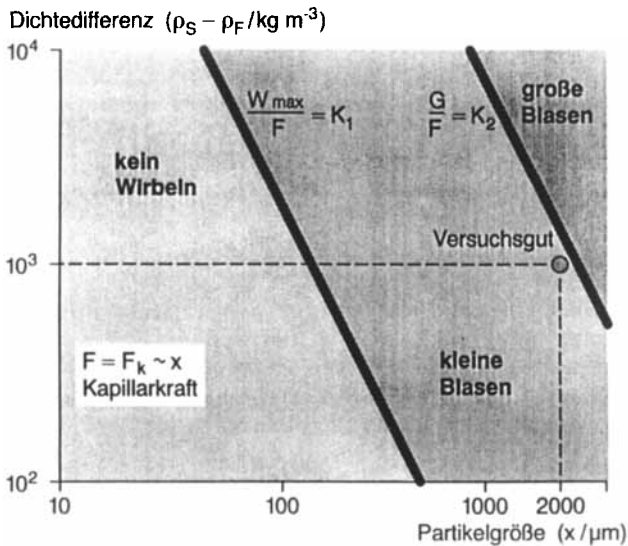


Abb. 18. Wirbelverhalten und Kapillarkraft.

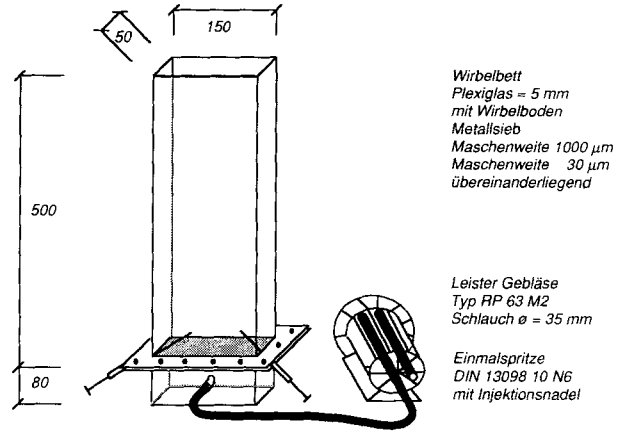
sich die Grenzen der einzelnen Bereiche beachtlich verschoben haben. Der Bereich, in dem sich kein Wirbelzustand einstellen läßt, ist erheblich größer. Das Versuchsgut ist aus dem Bereich großer Blasen in den Bereich kleiner Blasen gewandert. Diese theoretischen Überlegungen lassen sich experimentell bestätigen (Experiment 8b).

Dieser Effekt muß bei der Auslegung von Wirbelschicht-trocknern oder Reaktoren beachtet werden, bei denen Komponenten in flüssiger Form zudosiert werden. Steigert man bei Wirbelschichten mit Kunststoffen als Wirbelgut die Temperatur der Schicht in die Nähe der Erweichungstemperatur (einem Bereich, in dem die Haftkräfte sehr schnell zu steigen beginnen), ändert sich wie im Experiment schlagartig der Wirbelzustand. Übersieht man in derartigen Fällen den Einfluß der Haftkraft, so kann dies bis zum Versagen des geplanten Wirbelschichtprozesses führen.

Beim Vermischen von rieselfähigen Feststoffen treten Haftkräfte wegen der Rieselfähigkeit nicht offensichtlich als Einflußgrößen in Erscheinung. Dennoch können auch

Experiment 8: Wirbelverhalten

Apparatur



Wirbelbett
Plexiglas = 5 mm
mit Wirbelboden
Metallsieb
Maschenweite 1000 µm
Maschenweite 30 µm
übereinanderliegend

Leister Gebläse
Typ RP 63 M2
Schlauch $\phi = 35$ mm

Einmalspritze
DIN 13098 10 NG
mit Injektionsnadel

Versuchsmaterialien

Kunststoffgranulat 20052 ¹⁾ gefärbt Zylinderrörmig $l = 3$ mm, $\phi = 2$ mm
Trinkwasser

Versuchsvorbereitung

1,45l Kunststoffgranulat in Wirbelbett einfüllen
Einmalspritzen mit 4,2ml Trinkwasser füllen.

Versuchsdurchführung

Versuch a: Gebläse einschalten
Versuch b: Gebläse einschalten und Flüssigkeit gleichmäßig zudosieren.

¹⁾ Handelsname der BASF AG Ludwigshafen

geringe Haftkräfte das Bewegungsverhalten der Schüttgüter und auch den Mischvorgang wesentlich beeinflussen. Als besonders verblüffend zeigt sich ein Mischexperiment (Experiment 9) von zwei unterschiedlich großen Glaskugelfrakturen in einer einfachen rotierenden Trommel. Die entstehenden axial abwechselnden Streifen zeigen, daß sich das Produkt nicht wie erwartet mischt, sondern entmischt.

Die Erklärung liegt in den unterschiedlichen Haft- und Reibungskräften zwischen gleich großen und verschiedenen großen Kugeln. Für den stochastischen Mischprozeß kann eine den Fick'schen Gleichungen analoge Ableitung angegeben werden [20]:

$$\frac{\dot{m}}{A_e} = - \frac{\partial (D^* c)}{\partial z} \quad (9)$$

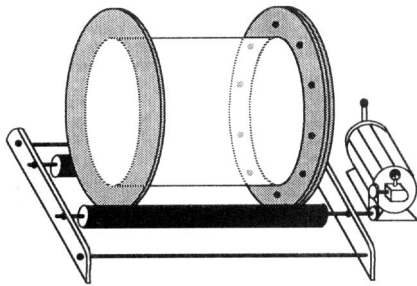
\dot{m}/A_e ist der durch eine axiale Fläche sich bewegende Massenstrom. D^* ist ein die Beweglichkeit kennzeichnender, immer positiver Dispersionskoeffizient. Ist D^* von der Konzentration unabhängig, dann ist D^* mit dem Fick'schen Diffusionskoeffizienten identisch, und Gl. (9) geht in die Fick'sche Diffusionsgleichung über:

$$\frac{\dot{m}}{A_e} = - D \frac{\partial c}{\partial z} \quad (10)$$

Diese Prozeßgleichung beschreibt immer einen Materialfluß in Richtung des Konzentrationsgefälles und führt daher zum Konzentrationsausgleich, also zur Vermi-

Experiment 9: Mischen unterschiedlich großer Partikeln

Apparatur



Plexiglastrommel
 Flanschstärke = 10 mm
 Laufbahn \varnothing = 300 mm
 Trommel \varnothing = 200 mm
 Trommellänge = 300 mm
 Wandstärke = 4 mm

Kugelmühlenträger mit
 Motor und Getriebe

Versuchsmaterialien

Glaskugeln 2 Farben, ¹⁾ Farbe A = 3mm \varnothing , Farbe B = 1,5mm \varnothing
 Antistatikum 743 konz. ²⁾
 Ethanol

Versuchsvorbereitung

Antistatikmittel mit Ethanol Verh. 3:97 verdünnen
 Mischtrommel innen mit verdünntem Antistatikmittel ausreiben.
 Mischtrommel mit je 3 kg Versuchsgut A und B füllen.
 Trommelinhalt von Hand mischen.

Versuchsdurchführung

Trommel auf Rollenbock legen, Antriebsmotor einschalten und mit ca. 300 1/min drehen lassen. Effekt stellt sich nach ca. 2-3 min ein.

- 1) Handelsprodukte der Fa. Wort Glastechnik und -kugeln GmbH Worms
- 2) Handelsname der BASF AG Ludwigshafen
- 3) Handelsprodukt der Fa. Kurt Migge Laborbedarf GmbH Heidelberg

schung. Im angegebenen Experiment ist jedoch D^* konzentrationsabhängig, und man kann entwickeln:

$$\frac{\dot{m}}{A_c} = - \left(D^* + c \frac{\partial D^*}{\partial c} \right) \frac{\partial c}{\partial z} \quad (11)$$

Die kleinen Kugeln haben in den Räumen zwischen den großen Kugeln eine andere Beweglichkeit als in der Umgebung mit ihresgleichen, d.h. der Transportkoeffizient D^* ist von der Konzentration c abhängig. Im stationären Zustand muß $\dot{m} = 0$ gelten. Dies ist auch bei $\partial c / \partial z \neq 0$ dann der Fall, wenn $D^* = -c \, dD^*/dc$ ist, d.h. ein der unterschiedlichen Beweglichkeit D^* entsprechender Konzentrationsgradient entgegensteht.

Auch bei diesem Versuch läßt sich das Verhalten des Systems verändern, wenn die korngößenabhängige Beweglichkeit durch höhere Kräfte zwischen den Partikeln reduziert wird. Die Entmischung stellt sich dann nicht mehr ein. Man kann dies wieder durch Zugabe von Wasser demonstrieren.

Faßt man das Ergebnis dieser Experimente zusammen, so erkennt man, daß überall dort, wo feine Partikeln sich bewegen und einander berühren, das Verhältnis von Haftkraft zu Trennkraft für das Verhalten des Systems der entscheidende Parameter ist.

5 Haftkraft, Festigkeit und Redispergierbarkeit

Die Haftkraft ist nicht nur dann von Bedeutung, wenn die Partikeln gegeneinander beweglich sind, sondern auch überall dort, wo die Partikeln miteinander dauernd in Kontakt stehen, sei es in losem Kontakt wie in einer

Schüttung oder festerem Kontakt wie in einem Pellet oder einer Tablette. Bei den ersten drei Themen dieses Abschnittes, Bunkerfluß, Tablettierung und feuchtes Haufwerk, stehen Haftkraft und Festigkeit im Vordergrund.

Da viele feste Produkte beim Anwender wieder in den dispersen Zustand überführt werden müssen – eine Tablette muß im Magen zerfallen – wird danach das Redispergierverhalten agglomerierter Produkte behandelt. Zum Schluß wird am Beispiel des Instantisierprozesses gezeigt, wie die erarbeiteten Grundlagenergebnisse umgesetzt werden können, um Produkte mit gewünschten Eigenschaften, in diesem Falle Festigkeit und Redispergierbarkeit, gezielt einzustellen.

Mittels statistisch geometrischer Grundlagen hat Rumpf [12] folgende Gleichung für die Zugfestigkeit von Kugelpackungen abgeleitet.

$$\sigma_z = \frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon} \frac{F}{x^2} \quad (12)$$

Die Zugfestigkeit ist direkt proportional der Haftkraft F und umgekehrt proportional dem Quadrat der Partikelgröße x . Die Porosität variiert mit Ausnahme des Feinstkornbereiches nur wenig. Den größten Einfluß auf die Zugfestigkeit von Schüttgütern üben Haftkraft und Partikelgröße aus. Die Gleichung konnte experimentell für Feuchtagglomerate mit Kraftübertragung durch Flüssigkeitsbrücken bestätigt werden [17]. Dieser prinzipielle Zusammenhang wurde von Molerus [22] auch für die Druckfestigkeit von Schüttgütern erhalten.

$$f_c = \frac{2 \sin \varphi_c}{1 - \sin \varphi_c} \frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon} \frac{F}{x^2} \quad (13)$$

Die Gleichung unterscheidet sich von der Zugfestigkeitgleichung durch einen Faktor, der sich aus dem inneren Reibungswinkel des Produktes ermitteln läßt. In diesem Faktor sind daher eine Reihe von Einflußgrößen, unter anderem auch die Haftkraft, implizit enthalten. Der Faktor liefert Werte von etwa 2 bis 10, d.h. die Druckfestigkeit einer Schüttung ist stets höher als deren Zugfestigkeit. In Experiment 10a fließt das Produkt aus einem Bunker nicht aus. Jenike [23] hat gezeigt, daß für freien Fluß im Auslauf eines Silos ein Mindestdurchmesser D_{\min} erforderlich ist, der direkt proportional einer kritischen Druckfestigkeit $f_{c, \text{krit}}$ ist.

$$D_{\min} = \frac{f_{c, \text{krit}} H(\Theta)}{g \rho_{\text{Sch}}} \quad (14)$$

Setzt man in diese Formel die Druckfestigkeit nach Molerus ein, so ergibt sich, daß der Mindestauslaufdurchmesser von der Haftkraft und dem Partikeldurchmesser abhängt.

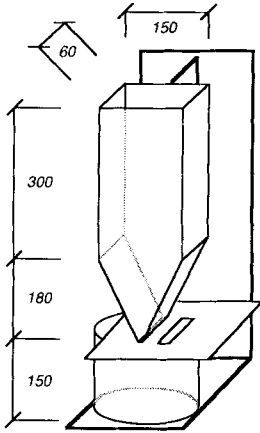
$$D_{\min} = f(\varepsilon, \varphi_c, \rho_{\text{Sch}}, \Theta) \frac{F}{x^2} \quad (15)$$

Gl. (11) zeigt, daß man das Auslaufverhalten von Produkt aus einem Silo durch Änderung der Partikelgröße oder durch Reduzierung der Haftkraft verbessern kann.

Haftkräfte lassen sich durch den Einsatz oberflächenaktiver Substanzen verringern, d.h. durch die Beeinflussung der Lifshitz-van-der-Waals-Konstanten, oder durch Vergrößerung des Abstandes zwischen den Partikeln. Wie bereits gezeigt (Abb. 15), durchläuft die Haftkraftkurve ein Minimum, wenn Rauigkeiten als „Abstandshalter“

Experiment 10: Bunkerauslauf

Apparatur (2-fach)



Haltevorrichtung
Plexiglas = 16 mm

Auslaufbunker
Plexiglas = 5 mm
Rückwand rot
Auslauföffnung = 4x60 mm

Absperrschieber 240x240x3 mm
mit Öffnung 70x25 mm

Auffangbehälter
Plexiglas = 3 mm
 $\varnothing = 200$ mm

Versuchsmaterialien

A: Calcilit 100 A ¹⁾
B: Sipernat D17 ²⁾

Versuchsvorbereitung

Versuch a: Füllen des Auslaufbunkers mit 3500 g Produkt A. Produkt durch Klopfen mit den Händen einrütteln.

Versuch b: Füllen des Auslaufbunkers mit Mischgut aus Produkt A + 0,5 % Produkt B. Bunker wegen Fluidisierung ca. 1 Std. stehen lassen.

Versuchsdurchführung

Öffnen des Bunkerauslaufs durch Schieben des Absperrschiebers.

¹⁾ Handelsname der Fa. Alpha Calcit Füllstoff GmbH KG Köln
²⁾ Handelsname der Fa. Degussa Frankfurt

eine Größe von etwa 0,01 bis 0,05 μm haben. Derartige Abstandhalter kann man in Form von feinteiliger Kieselsäure, bekannt unter dem Namen Aerosil, mit einer mittleren Partikelgröße von 0,03 μm durch Mischen an die Oberfläche des Produktes anlagern.

Dabei genügt i. a. eine vergleichsweise geringe Menge. Wie Experiment 10b zeigt, fließt das vorher nichtfließende Produkt problemlos aus dem Bunker aus. Dieses Beispiel verdeutlicht, daß in vielen Fällen die Problemlösung nicht allein im apparativen Bereich gesucht werden darf, sondern auch alle Möglichkeiten der Beeinflussung der Produkteigenschaften ausgenutzt werden müssen.

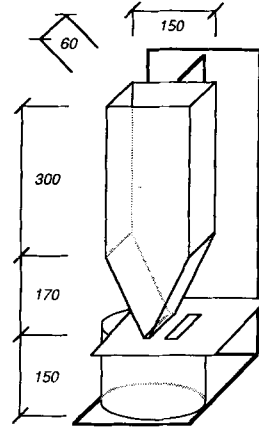
Brückenbildungen in Silos werden sehr schnell erkannt, da sie oft zur Abstellung ganzer Produktionslinien zwingen. Viele Probleme im Bereich der Siliertechnik lassen sich mit dem Fließzustand des Produktes im Innern erklären. Im Experiment 11a fließt der Bunkerinhalt wie bei einer Pfropfenströmung abwärts, ein Zustand, der in vielen Fällen angestrebt werden muß. Man bezeichnet diese Fließform als Massenfluß. Experiment 11b zeigt ein völlig anderes Verhalten. Das Produkt fließt in einer Kernzone, der Rest ruht. Dieses ruhende Produkt kann lange un bemerkt im Silo verweilen, verhärten und dann zu Auslaufschwierigkeiten führen.

Für die Strömungsform entscheidend sind die Reibverhältnisse zwischen Produkt und Wand. Sie lassen sich über den Neigungswinkel oder Materialkombinationen beeinflussen. Hierbei spielen letztendlich die Wechselwirkungskräfte des heterogenen Systems Partikel – Wand die ausschlaggebende Rolle.

Die Haftkraft in einer Schüttung ist nicht, wie bisher stillschweigend unterstellt, eine von allen äußeren Bedin-

Experiment 11: Kern-/ Massenfluß

Apparatur (2-fach)



Haltevorrichtung
Plexiglas = 16 mm

Auslaufbunker
Plexiglas = 5 mm
Rückwand rot
Auslauföffnung 12x60 mm

Absperrschieber 240x240x3 mm
mit Öffnung 70x25 mm

Auffangbehälter
Plexiglas = 3 mm
 $\varnothing = 200$ mm

Versuchsmaterialien

A: Calcilit 0,1 - 0,5 mm ¹⁾
B: Glaskugeln blau 1,5 mm \varnothing ²⁾

Versuchsvorbereitung

Versuch a: Füllen des Auslaufbunkers mit 2800 g Produkt A. Produkt durch Klopfen mit den Händen einrütteln. Ausschütten von 500 g Produkt B. Dazugeben von weiteren 1200 g Produkt A.

Versuch b: Bunkerseitenwände mit Ritzelgummi (Steghöhe = 2 mm, Stegbreite = 1 mm, Stegabstand = 2 mm) an Seitenwände mit Uhu Alleskleber festkleben. Desweiteren gleiche Vorgehensweise wie bei Versuchsvorbereitung A.

Versuchsdurchführung

Öffnen des Bunkerauslaufs durch Schieben des Absperrschiebers.

¹⁾ Handelsname der Fa. Alpha Calcit Füllstoff GmbH KG Köln
²⁾ Handelsname der Fa. Worf Glas Technik und -kugeln GmbH Worms

gungen unabhängige Größe. Sie läßt sich durch äußere Kräfte, z. B. den Druck der Schüttung, erhöhen. Abb. 19 zeigt die Abhängigkeit der Haftkraft von der Anpreßkraft [24]. Zunächst wird durch Umlagerung die Kontaktstellenzahl erhöht, dann werden durch den äußeren Druck Mikrorauigkeiten inelastisch verformt. Dadurch werden größere Kontaktflächen und geringere Abstände erzeugt, die van-der-Waals-Wechselwirkung nimmt erheblich zu. Im Bereich der Siliertechnik ist dieser Effekt unerwünscht,

Haftkraft ($F/\mu\text{N}$)

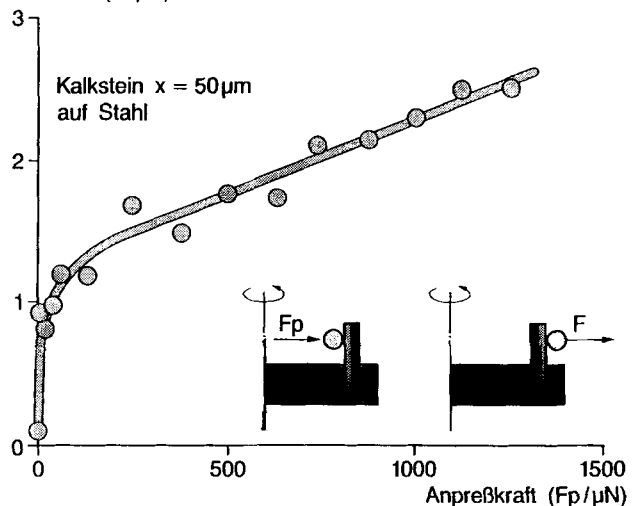


Abb. 19. Haftkraftverstärkung durch Anpressung, nach Schütz und Schubert [24].

da er die Brückenbildung fördert. Bei der Tablettierung dagegen wird dieser Effekt durch sehr hohe Preßkräfte verstärkt und ausgenutzt, um gewünschte Festigkeiten einer Tablette zu erzielen. Eine Vorstellung der plastischen Deformation gibt Abb. 20, die die Bruchfläche eines Preßlings aus Kupfer-Kugeln zeigt.



Abb. 20. Plastische Deformationen in einem Cu-Preßling.

Eine andere Möglichkeit der Kornvergrößerung besteht in der Anwendung von Kapillarkräften anstelle der van-der-Waals-Kräfte. Dafür gibt es zwei Gründe: Zum einen kann ein Schüttgut unter der Wirkung von Kapillarkräften deformiert oder verdichtet werden, ohne daß die Kraftwirkung nachläßt und zum anderen bleiben oft nach dem Wegtrocknen der Flüssigkeit gelöste Bestandteile als haftkraftverstärkende Feststoffbrücken an den Kontaktstellen.

Abb. 21 zeigt die Zugfestigkeit einer feuchten Schüttung in Abhängigkeit des Flüssigkeitssättigungsgrades [9]. Man kann drei Bereiche unterscheiden [17]: Im Bereich $S < 0,3$ erhöht sich die Haftkraft F bei Flüssigkeitszugabe durch die

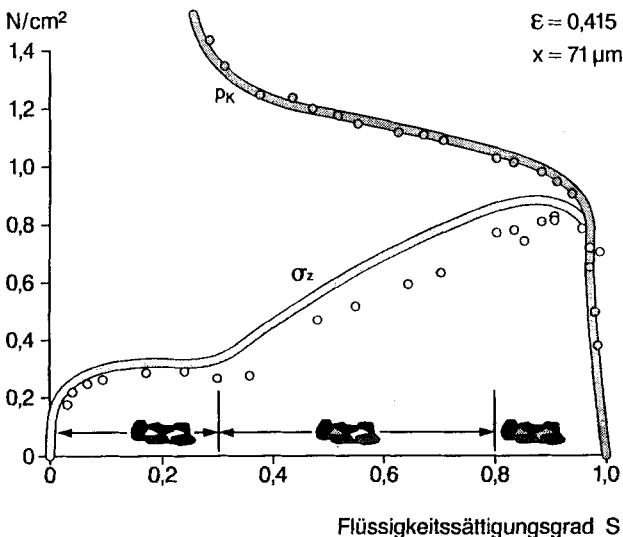


Abb. 21. Kapillardruck und Zugfestigkeit feuchter Schüttgüter.

Ausbildung von Kapillarmenisk an den Kontaktstellen. Wie bereits erwähnt, läßt sich der Verlauf der Festigkeit in diesem Bereich sehr gut mit dem Festigkeitsmodell nach Gl. (8) beschreiben. Den Effekt der Festigkeitserhöhung nutzen nicht nur die Verfahrens-Ingenieure, sondern alljährlich Tausende von Urlaubern (Abb. 22).



Abb. 22. Festigkeitserhöhung durch Kapillarkräfte.

Im Kapillarbereich $S > 0,8$ wirken äußere Kapillarkräfte wie eine Haut, die das Haufwerk umspannt. Die Festigkeit läßt sich aus der Kapillardruckkurve direkt errechnen. Im Übergangsbereich $0,3 < S < 0,8$ überlagern sich die Kräfte durch Kapillarbrücken und Kapillardruck. Dieser Bereich ist das klassische Gebiet der Naßagglomerationsverfahren. Hier sind Partikelbeweglichkeit und Bindungskräfte hinreichend hoch, um aus feinen Pulvern feste Agglomerate mit neuen Produkteigenschaften zu bilden. In der Festigkeitskurve ist die Porosität als Parameter konstant. Bewegt man ein Schüttgut, so kann man es

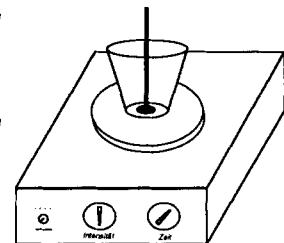
Experiment 12: Festigkeit feuchter Schüttgüter

Apparatur

Plastikbecher $h = 95 \text{ mm}$
 $\varnothing = 50 - 70 \text{ mm}$

Rührstab $\varnothing = 5 \text{ mm}$
 $l = 160 \text{ mm}$
 mit Lochplatte $\varnothing = 32 \text{ mm}$
 $8 \text{ Loch } \varnothing = 5 \text{ mm}$

Vibrationsgerät
 Fetsch Vibro



Versuchsmaterialien

Glaskugeln Dragonit 25 31/20 ¹⁾ $< 60 \mu\text{m}$
 Trinkwasser

Versuchsvorbereitung

Plastikbecher mit Rührstab zu 80 % mit Glaskugeln füllen. Wasser bis zum Sättigungsgrad dazugeben. Becher auf Vibrationsgerät stellen. Eventuell überstehendes Wasser abgießen.

Versuchsdurchführung

Intensität am Vibrationsgerät auf 50 % stellen und einschalten. Mit Rührstab bei langsamer Bewegung rühren. Becher hochheben und Rührstab nach oben ziehen. Becher loslassen und nur am Rührstab festhalten.

¹⁾ Handelsname der Fa. Dragon-Werk Georg Wild GmbH & Co. KG Bayreuth

verdichten oder expandieren. Solange das Gut mit Wasser gesättigt ist, hat es praktisch keine Festigkeit. Dehnt es sich durch Bewegung aber soweit aus, daß der Flüssigkeitsspiegel unter die Oberfläche sinkt, so wird $S < 1$, und die Kapillarkräfte zeigen Wirkung. Die mechanischen Eigenschaften ändern sich drastisch (Experiment 12).

Der umgekehrte Effekt, daß durch Verringerung der Porosität $S > 1$ wird, kann bei mechanisch bewegten feuchten Schüttungen eintreten und führt von einem scheinbar festen System zu einer Suspension. Bei der Naßagglomeration ist dies ein unerwünschter – aber dennoch gelegentlich auftretender – Effekt, bei der Handhabung von Filterkuchen dagegen kann eine „Verflüssigung“ des Systems Transportprobleme lösen.

Bei der Befeuchtung oder Redispergierung von Schüttgütern muß Flüssigkeit in das Porensystem des trockenen Aufwerkes eindringen. In Experiment 13 wird gezeigt, daß ein und dieselbe Chemikalie sich völlig unterschiedlich verhalten kann. Zur Erklärung werden die bei der Entwässerung beschriebenen physikalischen Vorgänge herangezogen, da die Befeuchtung nur den umgekehrten Vorgang darstellt (Abb. 23). Die Kapillarkraft zieht die Flüssigkeit in das Schüttgut, die Durchlässigkeit regelt die Strömungsgeschwindigkeit. Ersetzt man daher in der Darcy-Gleichung (Gl. (5)) das treibende Druckgefälle Δp durch die Kapillarkraft p_K , so erhält man folgende Gleichung für die Geschwindigkeit der Benetzung [25]:

$$v_a = \varepsilon \frac{dy}{dt} = \frac{B_0 p_K}{\eta y} \quad (16)$$

Dabei ist zu beachten, daß die Geschwindigkeit v_a als Leerrohrgeschwindigkeit definiert ist, die reale Geschwin-

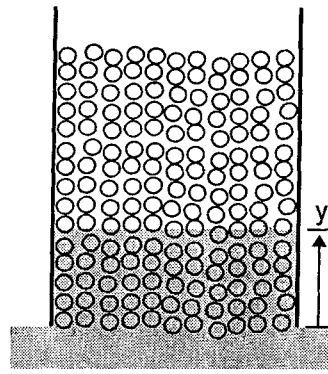


Abb. 23. Befeuchtung eines Schüttgutes.

digkeit dy/dt sich daher infolge der Versperrung des Strömungsquerschnittes durch den Feststoff erhöht. Diese Gleichung läßt sich nach der Befeuchtungszeit auflösen und integrieren.

$$y \, dy = \frac{B_0 p_K}{\varepsilon \eta} dt, \quad t = \frac{\varepsilon \eta}{2 B_0 p_K} y^2 \quad (17)$$

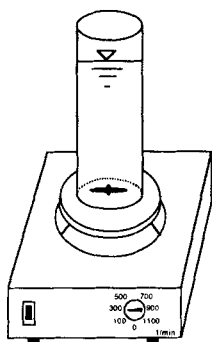
Man erkennt, daß die Befeuchtungszeit von der Schichthöhe y und von Stoffgrößen abhängt. Die Eindringtiefe geht quadratisch ein, der Stoffeinfluß wird durch die Zähigkeit der Flüssigkeit, die Porosität sowie dem Produkt aus Durchlässigkeit und Kapillardruck beschrieben.

In Abb. 24 ist diese Gleichung mit realistischen Annahmen ausgewertet. Wenn Befeuchtungszeiten im Sekundenbereich bei Schichthöhen von 10 mm erreicht werden sollen, müssen die Partikeln grob sein. Grobe Partikeln lösen sich jedoch schlecht. Feine Partikeln im Größenbereich von etwa 10 bis 30 μm lösen sich wesentlich schneller. Sie sind oft aus Qualitätsgründen, z.B. Geschmack oder Schwebefähigkeit in der Suspension, erforderlich. Es stellt sich daher die Frage, wie man die Forderung nach groben, schnell sich befeuchtenden Partikeln und feinen, schnell sich lösenden Partikeln miteinander vereinbaren kann.

Die Problemlösung heißt Instantisieren. Werden die erforderlichen feinen Partikeln zu Agglomeraten von 1 mm Größe zusammengelagert, d.h. zu einer Größe, die etwa 1 mm Schichthöhe in dieser Darstellung entspricht, so

Experiment 13: Benetzungsgeschwindigkeit

Apparatur (2-fach)



Becherglas (2l) DIN 12331
Wägelöffel

Magnetrührstäbchen
 $l = 45 \text{ mm}$
 $\sigma = 9 \text{ mm}$

Magnetrührertrieb
IKA MAG - REO

Versuchsmaterialien

A: BAS br. gelb P - 3 CN ¹⁾ 100 - 600 μm
B: BAS br. gelb P - 3 CN gemahlen < 50 μm
Trinkwasser

Versuchsvorbereitung

Becherglas mit Trinkwasser füllen, Magnetrührstäbchen eingeben und auf Magnetrührertrieb stellen. Drehzahl auf 150 1/min einstellen.

Versuchsdurchführung

Magnetrührertrieb einschalten.
Versuch a: 1g Versuchsgut A mit Wägelöffel auf Wasseroberfläche geben.
Versuch b: 1g Versuchsgut B mit Wägelöffel auf Wasseroberfläche geben.

1) Handelsname der BASF AG Ludwigshafen

Befeuchtungszeit (t/s)

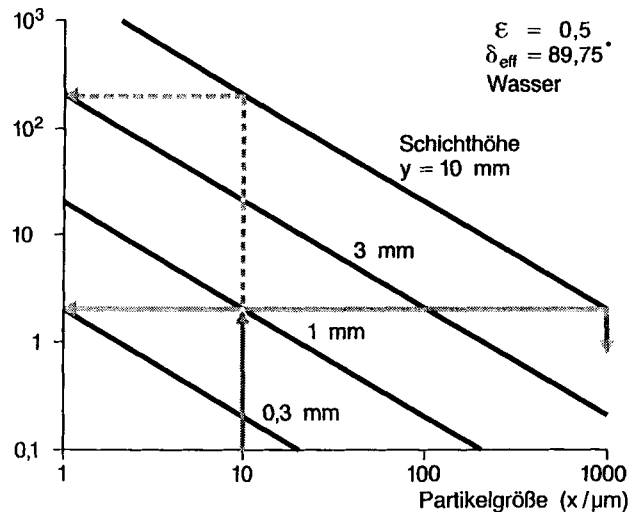


Abb. 24. Durchfeuchtungszeit eines Schüttgutes.

werden in etwas mehr als 1 s diese Agglomerate durchfeuchtet. Gleichzeitig wird auch eine Schüttung von 10 mm dieser Agglomerate durchfeuchtet. Die Zeit für die Durchfeuchtung der gesamten Schüttung ist wesentlich kürzer als bei einer 10 mm-Schicht aus Feingut.

Schubert [26] hat gezeigt, daß mit diesen Überlegungen optimale Agglomeratgrößen direkt berechnet werden können. Abb. 25 verdeutlicht den Agglomerationseffekt. Ist die Agglomeratgröße zu klein, so dringt die Flüssigkeit nicht schnell genug in die Schüttung ein. Ist das Agglomerat zu groß, so ist zwar die Schüttung schnell benetzt, die Agglomerate sind im Kern jedoch noch trocken. Im Idealfall sind sowohl die Agglomerate als auch die Schüttung völlig durchfeuchtet.

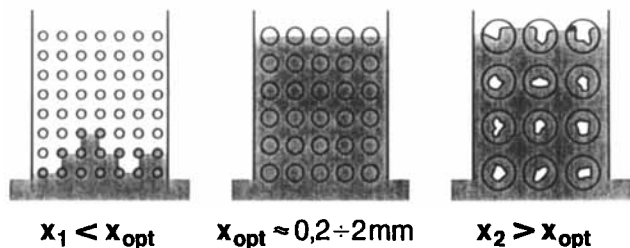


Abb. 25. Optimale Agglomeratgröße von Instantprodukten.

Diese Erkenntnis gilt es nun verfahrenstechnisch umzusetzen. Dies wird an einem Beispiel aus der Lebensmittelverfahrenstechnik, der Herstellung von Instantkakao aus einem Gemisch von Zucker und Kakaopulver gezeigt. Die Primärpartikelgröße des Kakaopulvers liegt im Bereich von 5 bis 10 μm , die des Zuckers bei 15 bis 40 μm . Damit ist die Forderung einer guten Schwebefähigkeit der unlöslichen Kakaopartikeln und eines guten Geschmacks erfüllbar. Im ersten Schritt wird eine Feuchttagglomeration durchgeführt (Experiment 14a). Das Produkt wird mecha-

Experiment 14: Instantisierung

Benötigte Ausrüstung

- 1 Kristallierschale DIN 12337 $\phi = 190 \text{ mm}$ $h = 90 \text{ mm}$
- 1 Sprühflasche mit Feinzerstäuber
- 1 Siebsatz bestehend aus Boden und 200, 800 μm Sieben DIN 4188
- 3 Bechergläser (2l) DIN 12331
- 3 Siedestäbe
- 3 Kaffeelöffel
- 1 Eßlöffel

Versuchsmaterialien

- Puderzucker ¹⁾
 Bendsdorf - Kakao Premium - Qualität ²⁾
 Trinkwasser

Versuchsvorbereitung

Mischen von Puderzucker und Kakao im Verh. 80 : 20. Entstehende Agglomerate durch Reiben über Sieb von 250 μm aufteilen.

Versuchsdurchführung

- Versuch a: 2 Eßlöffel Mischgut in Kristallierschale durch Aufdüsen von Wasser unter Bewegung der Schale granulieren.
 Versuch b: Aussieben der Nutzfraktion 200 - 800 μm mit Handsiebung.
 Versuch c: Einschütten von je 1 Kaffeelöffel ungranuliertem Mischgut, der hergestellten Nutzfraktion und der getrockneten Vergleichsprobe in die Bechergläser. Mit Siedestab rühren.

Versuch vorab durchführen und gewonnenes Produkt (Nutzfraktion) im Trockenschrank bei 60 °C über Nacht trocknen.

- 1) Handelsname der Süddeutschen Zucker AG Mannheim
- 2) Handelsname der Union Deutsche Lebensmittelwerke GmbH Hamburg

nisch bewegt und auf die Oberfläche der Schüttung Wasser fein verdüst. Dort, wo Wassertropfchen auftreffen, lagern sich die Teilchen durch Kapillarbrückenkräfte aneinander und bilden Agglomerate. Bei diesem Prozeß muß darauf geachtet werden, daß die Flüssigkeit nicht zu grob zerstäubt wird, da dadurch große Klumpen im Produkt entstehen. Dasselbe Problem entsteht in der Praxis, wenn Wände oder Werkzeuge im Mischer naßgesprüht werden. Ziel muß sein, gerade soviel Flüssigkeit anzubieten, daß sich nur Kapillarbrücken ausbilden können.

In der Praxis wird anschließend das Produkt getrocknet. Dabei kristallisiert aus den Kapillarbrücken der gelöste Zucker als Feststoffbrücke aus und gibt dem Trockenagglomerat eine ausreichende Festigkeit. Die erhaltenen Agglomerate liegen nicht alle im gewünschten optimalen Korngrößenbereich. Deswegen muß die Nutzfraktion ausge-siebt werden (Experiment 14b).

Im realen Prozeß über das Überkorn gemahlen und mit dem Feinkorn zur weiteren Agglomeration rezirkuliert. Die Nutzfraktion ist das verkaufsfähige Produkt. Das einzige Problem, das der Verfahrens-Ingenieur noch hat, besteht darin, die anschließenden Lager-, Dosier- und Abpackvorgänge möglichst schonend durchzuführen, damit nicht die erzeugten Instantagglomerate wieder zerstört werden.

Abb. 26 zeigt rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Ausgangssubstanz und der Agglomerate. Aus einer ungeordneten Mischung von Zucker- und Kakao-Partikeln, in der sich nur die größeren Zuckerpartikel herausheben, sind die gewünschten Agglomerate entstanden. Man erkennt die großen Kapillaren zwischen Agglomeraten, man sieht aber auch, daß das Agglomerat selbst von einer Vielzahl unterschiedlich großer Porensysteme durchzogen ist, welche das Eindringen von Flüssigkeit erleichtern.

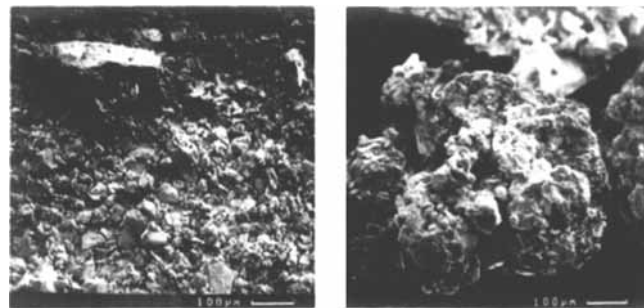


Abb. 26. EM-Aufnahme der Ausgangssubstanz und des Agglomerates (Kakao und Zucker).

Das letzte Experiment soll den praktischen Beweis für die Instanteigenschaften der Agglomerate liefern. Die Probe ist allerdings nicht getrocknet. Um zu zeigen, daß bei dieser Betrachtung der Einfluß der Restfeuchte gering ist, wird das im Experiment hergestellte Produkt zusammen mit einer unter gleichen Bedingungen hergestellten, aber im Trockenschrank bei 80 °C getrockneten Probe im Experiment 14c redispersiert.

Dieses Experiment hat den Unterschied in der Produkteigenschaft Benetzungs- bzw. Auflösungsverhalten deutlich gezeigt. Die Entwicklung in der Lebensmittelverfahrenstechnik zu instantisierten Produkten ist aufgrund deren Vorteile bereits weit fortgeschritten, wie vielen Verbrauchern bekannt ist. In anderen Bereichen gewinnt diese Produkteigenschaft zunehmend an Bedeutung.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Für die Feststoffverfahrenstechnik sind Produkteigenschaften von besonderer Bedeutung. Mit den Experimenten wurde gezeigt, welchen Einfluß der physikalische Zustand des Produktes sowohl auf die Qualität eines Endproduktes als auch auf das Verhalten des Produktes im Produktionsprozeß haben kann. Zahlreiche Phänomene lassen sich auf wenige physikalische Grundlagen zurückführen. Dabei ist allen Produkteigenschaften gemeinsam, daß sie vom dispersen Zustand des Feststoffes abhängen. In vielen Fällen kommt der Haftkraft eine zentrale Bedeutung zu. Die Betrachtung der grundlegenden Zusammenhänge zwischen Produkteigenschaften und dispersem Zustand führt nicht nur zum besseren Verständnis des Produktverhaltens in einer Grundoperation, sondern ermöglicht es erst, Gesamtverfahren sinnvoll zu gestalten.

Grundoperationen lassen sich nur dann mit Mengen- und Energiebilanzen zu einem Ganzen zusammenfügen, wenn folgende zentrale Voraussetzung erfüllt ist: Relevante Eigenschaftsänderungen in einer Grundoperation müssen vollständig beschrieben sein, d.h. vernachlässigte Eigenschaftsänderungen dürfen keine Auswirkung auf die Funktionsweise nachfolgender Stufen oder auf das Endprodukt haben.

Genau diese Voraussetzung trifft für Feststoffverfahren nicht zu. Der disperse Zustand ist im thermodynamischen Sinne keine Zustandsgröße; er ist vom gewählten Verfahrensweg oder sogar von Apparaten abhängig. Die Änderung des dispersen Zustandes in der einzelnen Grundoperation ist oft nicht beschreibbar oder sie wird, wie z.B. in der Förderung, als vernachlässigbar angenommen. Um hier weiter voranzukommen, muß die Änderung des Produktzustandes entlang des Verfahrensweges stärker in den

Mittelpunkt der Betrachtung gerückt werden [10]. Abb. 27 zeigt eine typische Verfahrenskette. Qualitätsmerkmale des Endproduktes werden häufig nicht im letzten Verfahrensschritt, sondern von allen vorangehenden Verfahrensschritten geprägt. Will man z.B. ein staubarmes Produkt in der skizzierten Verfahrenskette herstellen, so kann die Forderung lauten, die entsprechende Partikelgröße in der Kristallisation einzustellen und in den folgenden Grundoperationen nicht zu ändern. Wird diese Forderung in nur einer einzigen Grundoperation nicht erfüllt, so wird die geforderte Endproduktqualität nicht erreicht. Dies einfache Beispiel zeigt, daß zur Erreichung gewünschter Produkteigenschaften eine integrale Betrachtung der Produktzustände im gesamten Verfahren notwendig ist und die Kenntnis der Änderung der Partikelgröße durch die einzelnen Grundoperationen eine unabdingbare Voraussetzung für eine Prozeßsynthese darstellt. Abb. 28 zeigt an einem Praxisbeispiel, wie stark sich die Partikelgröße ungewollt im Verfahrensweg ändert.

Die Betrachtung des Produktzustands und seiner Änderung muß auf der Basis der klassischen verfahrenstechnischen Methode erfolgen, indem die zahlreichen Einzelphänomene wiederum auf wenige beschreibbare physikalische Zusammenhänge zurückgeführt werden. Diese formalisierte Beschreibung der einzelnen Grundoperationen muß zu einer übergreifenden Betrachtungsweise von Feststoffverfahren führen. Nur so kann man erwarten, daß die Auswahl und Auslegung von Gesamtverfahren im Hinblick auf Endprodukteigenschaften zielgerichtet erfolgen kann, daß der Produktzustand neben der Energie und dem Mengenstrom als dritte Integrationsgröße in einfacher Weise nutzbar wird.

Bei dieser Betrachtungsweise handelt es sich zunächst um ein Gedankengerüst, d.h. eine rein qualitative Beschreibung der Zusammenhänge. Die Bedeutung dieser Betrachtungsweise liegt jedoch heute bereits darin, daß das prinzipielle Verständnis des Produktverhaltens es bei aller Komplexität der Einzeloperationen ermöglicht, den Prozeß und die Produktzustände in ihm als Gesamtsystem zu betrachten und Verfahrenswege und Apparateparameter so auszuwählen, daß einerseits der Prozeß in sich optimal gestaltet ist und andererseits gewünschte Produkteigenschaften am Ende einer oft langen Verfahrenskette erzielt werden.

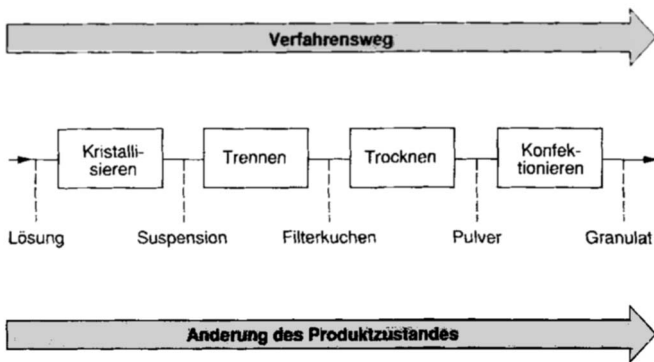


Abb. 27. Feststoffverfahrenskette.

Die Autoren danken Frau Dipl.-Ing. B. Fiedler für die Unterstützung bei der Vortragsvorbereitung und Herrn H. Schmallenberg für die Ausarbeitung der Experimente.

Eingegangen am 9. Januar 1991 [B 5615]

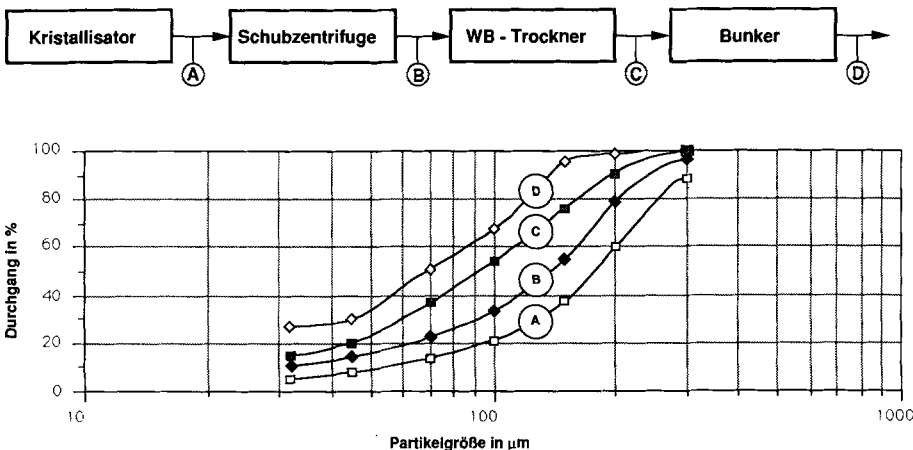


Abb. 28. Änderung der Partikelgröße in einem Verfahren.

Formelzeichen

a	[m]	Haftabstand
A	[N]	Auftrieb
A_c	[m ²]	Fläche
b	[-]	Konstante
B_0	[m ²]	Durchlässigkeit
c	[kg m ⁻³]	Konzentration
c_w (Re)	[-]	Widerstandsbeiwert
D^*	[m ² s ⁻¹]	Dispersionskoeffizient
D_{\min}	[m]	minimaler Auslaufdurchmesser
f_c	[N m ⁻²]	Druckfestigkeit
F	[N]	Haftkraft
G	[N]	Gewicht
$H(\Theta)$	[-]	Funktion von Θ
$h\bar{w}$	[N m]	Lifshitz-van-der-Waals-Konstante
\dot{m}	[kg s ⁻¹]	Massenstrom
Δp	[N m ⁻²]	Druckdifferenz
p_k	[N m ⁻²]	Kapillardruck
Re	[-]	Reynolds-Zahl (= $w_f x / \eta$)
t	[s]	Zeit
v_a	[ms ⁻¹]	Leerrohrgeschwindigkeit
w_f	[ms ⁻¹]	Sinkgeschwindigkeit
W	[N]	Widerstandskraft
x	[m]	Partikelgröße
y	[m]	Schichtdicke
z	[m]	Längenkoordinate
α	[N m ⁴ kg ⁻²]	van-der-Waals-Konstante
β	[m ³ kg ⁻¹]	van-der-Waals-Konstante
γ	[N m ⁻¹]	Oberflächenspannung
δ_{eff}	[°]	effektiver Randwinkel
ε	[-]	Porosität
η	[Ns m ⁻²]	dynamische Viskosität
Θ	[°]	Bunkerneigungswinkel
ρ_F	[kg m ⁻³]	Flüssigkeitsdichte
ρ_s	[kg m ⁻³]	Feststoffdichte
ρ_{Sch}	[kg m ⁻³]	Schüttgutdichte
σ_z	[Nm ⁻²]	Zugfestigkeit
φ_e	[-]	innerer Reibungswinkel
k	[-]	Konstante

Literatur

[1] *Bartknecht, W.*: Staub Reinhalt. Luft 48 (1988) Nr. 10, S. 359/368.

- [2] *Schlichting, H.*: Grenzschichttheorie, Verlag Braun, Karlsruhe 1954, 5. Aufl.
- [3] *Bürkholz, A.*: Staub Reinhalt. Luft 49 (1989) Nr. 12, S. 433/438.
- [4] *Hauser, P.; Herrmann, M.; Honigmann, B.*: Farbe Lack 76 (1970) S. 545/550.
- [5] *Sommer, K.*: Dissertation, Univ. Karlsruhe 1974.
- [6] *Darcy, H. P. G.*: Les Fontaines Publiques de la Ville de Dyon, Dalmont, Paris 1856.
- [7] *Carman, P. C.*: Flow of Gases through Porous Media, Butterworth, London 1956.
- [8] *Kozeny, J.*: S.-B. Akad. Wiss. Wien, math.-naturw. Kl., Abt. IIa 136 (1927) S. 271.
- [9] *Schubert, H.*: Kapillarität in porösen Feststoffsystemen, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York 1982.
- [10] *Borho, K.; Faulhaber, F. R.; Polke, R.; Thoma, P.*: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry Vol. B 2, S. 1-1/7, VCH, Weinheim 1988.
- [11] *Polke, R.*, in: Physics of Adhesion (*R. Polke, P. Hahn*, Hrsg.), Proceedings of the Conference on Physics of Adhesion, Univ. Karlsruhe 1969.
- [12] *Rumpf, H.*: Mechanische Verfahrenstechnik, Carl Hanser Verlag, München – Wien 1975.
- [13] *Schubert, H.*, in: Grundzüge der Verfahrenstechnik und Reaktionstechnik (*K. Dialer, U. Onken, K. Leschonski*, Hrsg.), Carl Hanser Verlag, München – Wien 1986.
- [14] *Hamaker, H. C.*: Physica 4 (1937) S. 1058/1072.
- [15] *Lifshitz, E. M.*: Soviet Phys. JETP 2 (1956) S. 73.
- [16] *Krupp, H.*: Adv. Colloid Interface Sci. 1 (1967) Nr. 2, S. 111/239.
- [17] *Schubert, H.*: Chem.-Ing.-Tech. 45 (1973) Nr. 6, S. 396/401.
- [18] *Geldart, D.*: Powder Technol. 7 (1973) S. 285/292.
- [19] *Molerus, O.*: Fluid-Feststoff-Strömungen, Springer-Verlag Berlin – Heidelberg – New York 1982.
- [20] *Sommer, K.*: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry Vol. B 2, S. 27–1/16, VCH, Weinheim 1988.
- [21] *Rumpf, H.*: Chem.-Ing.-Tech. 42 (1970) Nr. 8, S. 538/540.
- [22] *Molerus, O.*: Powder Technol. 33 (1982) S. 81/87.
- [23] *Jenike, A. W.*: Bull. Univ. Utah 53 (1964) Nr. 26, S. 1.
- [24] *Schütz, W.; Schubert, H.*: Chem.-Ing.-Tech. 48 (1976) Nr. 6, S. 567.
- [25] *Washburn, E.*: Phys. Rev. 17 (1921) S. 273/283.
- [26] *Schubert, H.*: Verfahrenstechnik (Mainz) 12 (1978) Nr. 5, S. 296/301.
- [27] *Gösele, W.*: Vortrag auf dem 5. Grazer Grundlagenseminar Verfahrenstechnik, 4.–8. 10. 1976, TU Graz.