

# Experimentelle Untersuchungen sowie Beiträge zur Modellierung von Prozessen in Wirbelschichttrinnen am Beispiel der Sprühgranulation

Dissertation  
zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktoringenieur  
(Dr.-Ing.)

von: Dipl.-Ing. Michael Jacob  
geb. am: 29. Juli 1969  
in: Calbe/Saale

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

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Dr. h. c. Lothar Mörl  
Prof. Dr.-Ing. habil. Stefan Heinrich

eingereicht am: 31. März 2010

Promotionskolloquium am: 17. Juni 2010

## Zusammenfassung

Wirbelschichtapparate finden breite Anwendung zur Durchführung von Wärme- und Stoffübertragungsprozessen, wie zum Beispiel Kühlung, Trocknung, Agglomeration, Sprühgranulation und Coating.

Im Rahmen dieser Arbeit wird Schwerpunkt auf die systematische Untersuchung von Prozessen gelegt, bei denen Flüssigkeiten in Wirbelschichten eingesprüht werden und die in der Wirbelschicht befindlichen Partikeln einem Wachstumsprozess unterliegen.

Ausgehend von Experimenten zur Sprühgranulation bei chargenweiser und kontinuierlicher Prozessführung erfolgte eine systematische Untersuchung der Wachstumskinetik in Abhängigkeit von den verfahrens- und anlagentechnischen Parametern. Dazu kam die Methodik der künstlichen neuronalen Netze zum Einsatz. Es wurden für unterschiedliche Apparategrößen Prozessmodelle erstellt, die es ermöglichten Einflussanalysen durchzuführen und Unterschiede zwischen unterschiedlichen Apparatetypen und Betriebsweisen aufzuzeigen.

Zusätzlich dienten Experimente an einer Pilotanlage dazu, das dynamische Verhalten von kontinuierlichen Wirbelschichttrinnen zu analysieren. Hierbei wurden Verweilzeitspektren durch Tracer-Versuche an der kleintechnischen Anlage für unterschiedliche Betriebszustände ermittelt. Die hierfür entwickelte Vorgehensweise liefert aussagefähige Resultate und eignet sich auch für einfache und schnelle Analysen an industriellen Anlagen.

Ein weiterer Teil der Arbeit befasst sich mit der Untersuchung der Fluidisierung in Wirbelschichttrinnen durch numerische Simulation. Ausgehend von einer räumlichen Strömungsanalyse des Gesamtapparates konnte für den stationären kontinuierlichen Betrieb ein dreidimensionales vereinfachtes CFD-Modell auf Basis des Euler-Euler-Ansatzes schrittweise aufgebaut werden. Dann wurden Simulationen für zwei Strömungszustände durchgeführt und die Resultate mit experimentell ermittelten Daten sowie empirischen Berechnungen verglichen. Die Simulationen dienten dazu, generelle Aussagen zum dynamischen Verhalten von Wirbelschichttrinnen zu treffen. Dazu bestand der Schwerpunkt insbesondere in der Berechnung und Interpretation der zeitlichen Schwankungen der Strömungsgeschwindigkeiten der Partikelphase.

## Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand begleitend zu meiner Anstellung in der Abteilung Verfahrenstechnik des Geschäftsbereiches Anlagenbau der Glatt Ingenieurtechnik GmbH Weimar in enger Zusammenarbeit mit dem Institut für Apparate- und Umwelttechnik der Otto-von-Guericke Universität Magdeburg.

Bei Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Dr. h. c. Lothar Mörl möchte ich mich besonders für die Möglichkeit zur Bearbeitung des Themas bedanken. Insbesondere die fachlichen Anregungen sowie die stete Bereitschaft zu fachlichen Diskussionen unterstützten und motivierten mich immer wieder.

Ebenso danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Evangelos Tsotsas, Leiter des Lehrstuhls für Thermische Verfahrenstechnik der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, für seine bereitwillige Unterstützung.

Weiterhin bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Stefan Heinrich, Leiter des Instituts für Feststoffverfahrenstechnik und Partikeltechnologie an der TU Hamburg-Harburg für seine ständige Diskussions- und Hilfsbereitschaft.

Mein spezieller Dank gilt der Geschäftsleitung der Glatt Ingenieurtechnik GmbH Weimar unter der Leitung von Herrn Dipl.-Ing. Reinhard Böber für die allzeitige Förderung und Unterstützung während der Erstellung der vorliegenden Arbeit. Weiterhin standen mir meine Kollegen Herr Dipl.-Ing. Bernhard Wand und Herr Dr.-Ing. Karlheinz Rümpler immer ratgebend zur Seite.

Dem gesamten Team der Verfahrenstechnik sowie des Technikums der Glatt Ingenieurtechnik GmbH möchte ich für ihre Hilfsbereitschaft und Unterstützung bei der technischen Vorbereitung und Durchführung der Experimente danken.

Maßgeblichen Anteil am Gelingen dieser Arbeit haben die Herren Dipl.-Ing. Frank Pommerenke und Dipl.-Ing. Nico Kuske durch die Ausfertigung ihrer Studienarbeiten.

Ganz herzlich möchte ich mich bei meiner Frau Sophie und meinem Sohn Conrad sowie bei meinen Eltern für ihre Unterstützung, Motivation und Geduld bedanken. Ihnen widme ich diese Arbeit.

**Für meine Familie**

## Schriftliche Erklärung

Ich erkläre hiermit, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht.

Insbesondere habe ich nicht die Hilfe einer kommerziellen Promotionsberatung in Anspruch genommen. Dritte haben von mir weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form als Dissertation eingereicht und ist als Ganzes auch noch nicht veröffentlicht.

Weimar, 31. März 2010



# Inhaltsverzeichnis

<b>ZUSAMMENFASSUNG</b>	<b>A</b>
<b>VORWORT</b>	<b>B</b>
<b>SCHRIFTLICHE ERKLÄRUNG</b>	<b>D</b>
<b>INHALTSVERZEICHNIS</b>	<b>E</b>
<b>SYMBOLVERZEICHNIS</b>	<b>G</b>
<b>1 EINLEITUNG</b> .....	<b>1</b>
1.1 Ausgangspunkt.....	1
1.2 Zielstellung .....	4
1.3 Gegenwärtiger Erkenntnisstand .....	6
1.3.1 Wirbelschicht .....	6
1.3.2 Agglomeration und Granulation .....	8
1.3.3 Verweilzeitverhalten dynamischer Systeme .....	21
<b>2 KÜNSTLICHE NEURONALE NETZE ZUR PROZESSANALYSE BEI SPRÜHGRANULATIONSPROZESSEN</b> .....	<b>26</b>
2.1 Wechselbeziehungen zwischen Produkteigenschaften, Prozessparametern und Apparatechnik .....	26
2.2 Beschreibung von dynamischen Änderungen der Partikelgrößenverteilung .....	29
2.3 Erstellung des Prozessmodells zur Analyse des Sprühgranulationsprozesses .....	33
2.3.1 Grundlagen künstlicher neuronaler Netzwerke.....	33
2.3.2 Definition von Einflussgrößen als Eingangparameter des künstlichen neuronalen Netzes .....	42
2.3.3 Definition der Produkteigenschaften als Ausgangsparameter des künstlichen neuronalen Netzes.....	47
2.3.4 Datenvorverarbeitung .....	48
2.3.5 Training der künstlichen neuronalen Netzwerkes .....	53
2.4 Experimentelle Untersuchungen .....	54
2.4.1 Stoffsystem, Kennzeichnung der Versuche und Partikelgrößenmessung .....	54
2.4.2 Erläuterung der verwendeten Versuchsanlagen im Labor- und Pilotmaßstab.....	58
2.4.3 Versuchsdurchführung .....	62
2.4.4 Versuchsauswertung und Einflussanalyse unter Nutzung des Prozessmodells.....	65
<b>3 EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN ZUM VERWEILZEIT- VERHALTEN KONTINUIERLICHER WIRBELSCHICHTTRINNEN</b> .....	<b>79</b>
3.1 Vorbetrachtungen.....	79
3.2 Experimentelle Untersuchungen an der Pilotanlage „GF 20“ .....	79
3.3 Auswertung der Verweilzeitexperimente.....	83
<b>4 CFD-MODELLIERUNG VON WIRBELSCHICHTTRINNEN BEI KONTINUIERLICHER BETRIEBSWEISE</b> .....	<b>92</b>
4.1 Ausgangspunkt und Methodenauswahl.....	92
4.2 Aufbau des Simulationsmodells.....	93
4.2.1 Prinzipielle Vorgehensweise zur CFD-Simulation .....	94

4.2.2	Apparategeometrie und Vernetzung .....	95
4.2.3	Bilanzierung.....	98
4.2.4	Modellierung des Mehrphasensystems „Wirbelschicht“ .....	98
4.2.5	Rand- und Übergangsbedingungen .....	99
4.2.6	Numerische Lösung .....	103
4.3	Ergebnisse der CFD-Simulation der räumlichen Luftverteilung im vollständigen Geometriemodell zur Überprüfung der Apparategestaltung .....	104
4.4	Ergebnisse der CFD-Simulation zum Fluidisationsverhalten rinnenförmiger Wirbelschichtapparate.....	108
4.4.1	Fluidisierung bei geringer Prozessluftmenge .....	109
4.4.2	Fluidisierung bei höherer Prozessluftmenge .....	117
4.5	Analyse des dynamischen Verhaltens .....	124
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....</b>	<b>126</b>
<b>6</b>	<b>QUELLENVERZEICHNIS .....</b>	<b>132</b>
<b>7</b>	<b>ANHANG.....</b>	<b>142</b>
7.1	Berechnungsgrundlagen für Wirbelschichtparameter .....	142
7.2	Apparate- und Anlagentechnik .....	144
7.2.1	Hauptmaße des Pilot-Wirbelschichtapparates „GF 20“ .....	144
7.2.2	Fließbild der Labor-Wirbelschichtanlage „AGT 150“ .....	145
7.2.3	Fließbild der Pilot-Wirbelschichtanlage „GF 20“ .....	146
7.3	Tabelle der Experimente .....	147
7.4	Prozessparameter der Versuche zur Sprühgranulation.....	148
7.4.1	AGT 150 bei chargenweiser Prozessführung .....	148
7.4.2	AGT 150 bei kontinuierlicher Prozessführung .....	150
7.4.3	GF 20 bei kontinuierlicher Prozessführung .....	152
7.5	Prozessparameter einzelner Versuchsphasen zur Sprühgranulation .....	155
7.5.1	AGT 150 bei chargenweiser Prozessführung .....	155
7.5.2	AGT 150 bei kontinuierlicher Prozessführung .....	162
7.5.3	GF 20 bei kontinuierlicher Prozessführung .....	172
7.6	Korngrößenverteilung während der Versuche .....	183
7.6.1	AGT 150 bei chargenweiser Prozessführung.....	183
7.6.2	AGT 150 bei kontinuierlicher Prozessführung .....	185
7.6.3	GF 20 bei kontinuierlicher Prozessführung .....	187
7.7	Ergebnisdarstellungen der einzelnen CFD-Simulationen .....	190
7.7.1	Fluidisierung bei geringer Luftmenge – Simulation „A“ .....	190
7.7.2	Fluidisierung bei erhöhter Luftmenge – Simulation „B“ .....	198
	<b>LEBENS LAUF .....</b>	<b>206</b>

## Symbolverzeichnis

### Lateinische Buchstaben

$a$		Aktivierung
$A$	$m^2$	Fläche
$B$	$1/s$	Entstehungsrate
$c$	$kg/m^3$	Konzentration
$C_2$	$1/m$	Druckverlustkoeffizient
$d$	$m$	Durchmesser
$D$	$1/s$	Schwundrate
	$m^2/s$	Dispersionskoeffizient
$\bar{D}$	$m^2/s$	Diffusionskoeffizient
$e$		Partikelstoßkoeffizient
$E$	$1/s$	Verweilzeitverteilungsdichte
	–	dimensionslose Verweilzeitverteilungsdichte
		Eingangssignal
$\Delta f$	$m$	Flüssigkeitsfilmdicke
$F$	–	Übergangsfunktion
	–	dimensionslose Übergangsfunktion
	–	kumulativer Massenanteil
$G$	$1/s$	Wachstumsrate
$\Delta h$	$m$	Dicke
$H$	$m$	Höhe
$I$	–	Imperfektion
$k$	$m^2/s^2$	kinetische Turbulenzenergie
$l$	$m$	Partikeldurchmesser
$L$		Eigenschaftskordinate,
	$m$	Länge (Größe)
$\Delta L$	$m$	Größenintervall
$m$	$kg$	Masse
$\tilde{m}$	$kg$	reduzierte Masse
$\dot{m}$	$kg/s$	Massenstrom
$\dot{m}_{AF}$	$kg/(m^2 s)$	Massenstrom
$M$	$kg$	Gesamtmasse
		Moment
$n$		Anzahldichte
	–	Menge
$net$		Nettoinput
$\dot{n}$	$1/s$	Mengenstrom
$N$		Anzahlfunktion
	–	Anzahl
$o$		Ausgangssignal
$\Delta p$	$Pa$	Differenzdruck
$P$	$Pa$	(System-) Druck



$q$		Skalierungsfaktor
$q_3$	1/mm	Volumendichteverteilung
$Q_3$	–	Volumensummenverteilung
$r$	m	Radius
$\tilde{r}$	m	reduzierter Radius
$s_R$	m	Oberflächenrauigkeit
$t$	s	Zeit
$\Delta t$	s	Zeitintervall
$\bar{t}$	s	mittlere hydraulische Verweilzeit
$u$	m/s	Geschwindigkeit
	$m^3$	Partikelvolumen
		Verarbeitungseinheit
$u_d$	1/s	Wachstumsrate
$u_0$	m/s	Relative Kollisionsgeschwindigkeit
$U$	m	Umfang
$v$	$m^3$	Partikelvolumen
	m/s	Geschwindigkeit
$V$	$m^3$	Volumen
$\dot{V}$	$m^3/s$	Volumenstrom
$w$	m/s	Geschwindigkeit
		Agglomerationswahrscheinlichkeit
		Gewicht, Gewichtung
$x$	m	Raumkoordinate
	–	Massenanteil
$y$	m	Raumkoordinate
	–	Volumenanteil (einer Phase)
$z$	m	Raumkoordinate

### Griechische Buchstaben

$\alpha$	–	Volumenanteil
	–	Anpassparameter
$\beta$	1/s	Agglomerationsrate
	–	Partikelbeladung
	–	Anpassparameter
$\gamma$	–	Materialdichteverhältnis
$\delta$	–	dimensionsloser Blasenabstand
	–	Anpassparameter
$\varepsilon$	–	relatives Lückenvolumen der Wirbelschicht, Porosität
	–	Anpassparameter
$\vartheta$	°C	Temperatur
$\mu$	Pa s	dynamische Viskosität
$\nu$	$m^2/s$	kinematische Viskosität
$\rho$	$kg/m^3$	Dichte
$\tau$	s	Verweilzeit
$\Theta$	–	dimensionslose bzw. relative Verweilzeit
$\Psi$		allgemeine Bilanzgröße

**Indizes**

<i>AP</i>	<i>Austragspunkt</i>
<i>b</i>	<i>Blase</i>
<i>br</i>	<i>Bruch</i>
<i>coa</i>	<i>Koaleszenz</i>
<i>ein</i>	<i>eintretend</i>
<i>F</i>	<i>Feststoff</i>
<i>G</i>	<i>Gas</i>
<i>hydr</i>	<i>hydraulisch</i>
<i>i</i>	<i>Index (Laufvariable)</i>
<i>j</i>	<i>Index (Laufvariable)</i>
<i>kNN</i>	<i>künstliches neuronales Netz</i>
<i>L</i>	<i>Luft</i>
<i>max</i>	<i>Maximum</i>
<i>mf</i>	<i>Minimalfluidisation</i>
<i>nuc</i>	<i>Keim, Kern</i>
<i>P</i>	<i>Partikel</i>
<i>V</i>	<i>viskose</i>
<i>WP</i>	<i>Wirbelpunkt</i>
<i>WS</i>	<i>Wirbelschicht</i>
<i>Zu</i>	<i>Zuführung</i>

**Dimensionslose Kennzahlen**

<i>Ar</i>	<i>Archimedes-Zahl</i>
<i>Bo</i>	<i>Bodenstein-Zahl</i>
<i>Re</i>	<i>Reynolds-Zahl</i>
<i>St</i>	<i>Stokes-Zahl</i>

**Abkürzungen**

<i>CFD</i>	<i>Computational Fluid Dynamics</i>
<i>kNN</i>	<i>künstliches neuronales Netz</i>
<i>Mona</i>	<i>Mononatriumphosphat-2-hydrat</i>
<i>Trina</i>	<i>Trinatriumphosphat-12-hydrat</i>

# 1 Einleitung

## 1.1 Ausgangspunkt

Wirbelschichtapparate finden in vielen Bereichen der Wirtschaft breite Anwendung. Das Einsatzfeld umfasst dabei sowohl Wärme- und Stoffübertragungsprozesse, wie beispielsweise Kühlung, Trocknung und Kalzinierung, als auch komplexe Mehrphasenprozesse wie Agglomeration, Sprühgranulation und Coating. Im Rahmen dieser Arbeit wird Schwerpunkt auf Prozesse gelegt, bei denen Flüssigkeiten in Wirbelschichten eingesprüht werden und die sich in der Wirbelschicht befindlichen Partikeln einem Wachstumsprozess unterliegen.

In der Literatur lässt sich eine Vielzahl von Veröffentlichungen finden, die sich mit allgemein gültigen Übersichten und Zusammenfassungen zu Anwendungen der Wirbelschichttechnik zur Granulation und Agglomeration befassen. Beispiele dafür sind [62] und [127]. Einen weiteren praxisorientierten Einblick speziell in die Grundlagen der Wirbelschichtsprühgranulation bietet [126].

In den vergangenen Jahrzehnten wurden auch im industriellen Maßstab eine Vielzahl von Wirbelschichtagglomerations- und -granulationsprozessen etabliert.

Dabei wurden zunächst hauptsächlich Apparatebauweisen verwendet, die sich durch einen kreisförmigen Aufbau des Anströmbodens charakterisieren lassen. Derartige Bauformen wurden und werden sehr häufig eingesetzt, wenn ein Chargenbetrieb erforderlich ist oder wenn die bei einer durchgehend kontinuierlichen Prozessführung herzustellenden Produktmengen im kleinen oder unteren Leistungsbereich (etwa kleiner 5 t/h) liegen.

Für alle Apparateprinzipien haben sich in der Praxis zwei grundlegende Ausführungen von Sprühsystemen durchgesetzt. Zum einen handelt es sich beim sogenannten „Top-Spray“-Verfahren um eine Eindüsung der Flüssigkeit von oben nach unten entgegen der Strömungsrichtung der Prozessluft (Abbildung 1-1).

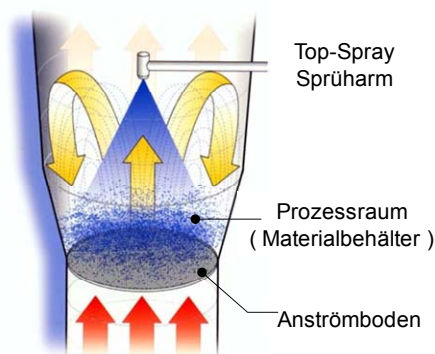


Abbildung 1-1: Grundprinzip eines Top-Spray-Wirbelschichtprozesses im Chargenbetrieb (Glatt GmbH, Binzen)

Demgegenüber wird beim „Bottom-Spray“-Verfahren in Strömungsrichtung der Luft nach oben gesprüht. Eine Sonderform des „Bottom-Spray“ stellt das „Wurster“-Verfahren dar, bei dem ein Steigrohr im Bereich oberhalb der Düse eingesetzt wird (Abbildung 1-2). Im Zusammenspiel mit einer speziellen Gestaltung des segmentierten Anströmbodens wird hier im Vergleich zur konventionellen Bauform nach Abbildung 1-1 eine gleichmäßigere Partikelzirkulation durch die Sprühzone bewirkt, die sich als sehr vorteilhaft für Coatinganwendungen erweist.

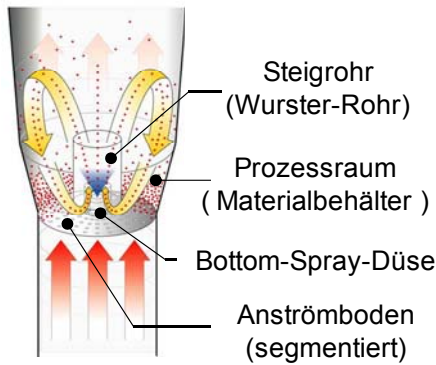


Abbildung 1-2: Grundprinzip eines Bottom-Spray-Wirbelschichtprozesses nach dem Wurster-Verfahren im Chargenbetrieb (Glatt GmbH, Binzen)

Für die kontinuierliche Betriebsweise wurde eine spezielle Ausführung entwickelt, die durch einen zentralen klassierenden Austrag charakterisiert ist (Abbildung 1-3). Durch die Gegenstromsichtung im sogenannten Austragsrohr wird verhindert, dass zu feines Produkt aus dem Prozessraum ausgetragen wird.

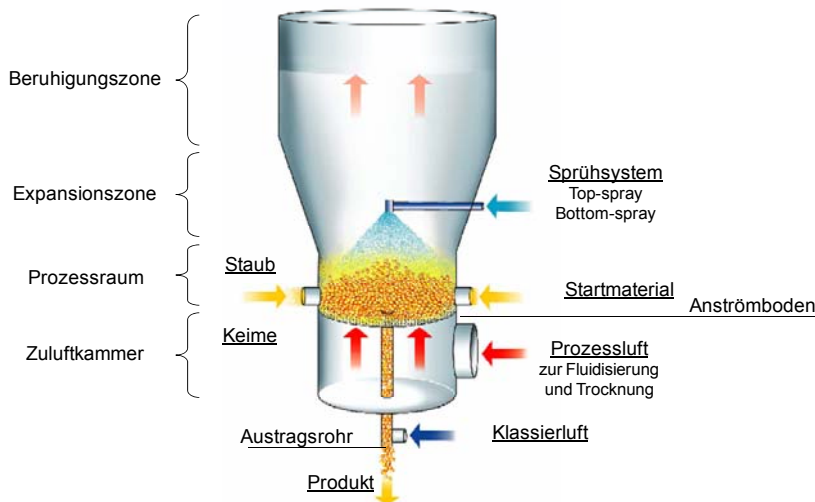


Abbildung 1-3: Grundprinzip eines kontinuierlichen Wirbelschichtapparates nach dem AGT-Prinzip (Glatt Ingenieurtechnik GmbH, Weimar)

Im höheren Leistungsbereich (z.B. 0,5 t/h bis 70 t/h und in einigen Fällen darüber hinausgehend) werden zunehmend sogenannte Wirbelschichttrinnen (oft auch als Fließbetten bezeichnet) eingesetzt, die eine vorzugsweise rechteckige Gestaltung des Anströmbodens besitzen. Durch diese Bauform sind größere Anströmbodenflächen technisch realisierbar, da beispielsweise komplexe konstruktive Aufgabenstellungen, wie z.B. thermische Ausdehnung oder mechanische Wechselbeanspruchung des Anströmbodens, leichter gelöst werden können. Weiterhin bietet diese Bauform zusätzliche Möglichkeiten bei der Prozessgestaltung, wie beispielsweise einen mehrzonigen Aufbau mit unterschiedlichen Prozessstufen und/oder Prozessparametern in einem Apparat (Abbildung 1-4). Auch die Integration von Entstaubungsanlagen in den Apparat hinein ist leicht möglich, wodurch sich sehr kompakte Ausführungen realisieren lassen. Insbesondere für Agglomerations- und Sprühgranulationsprozesse sind Innenfilter vorteilhaft, da die aus dem Filter direkt in den Prozessraum zurückgeblasenen Stäube entweder weiter agglomeriert werden oder als Granulationskeime wirken.

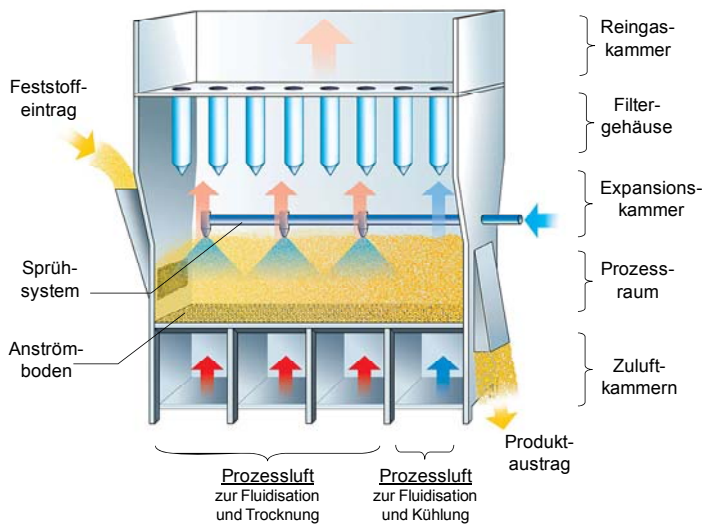


Abbildung 1-4 : Prinzipskizze einer Wirbelschichttrinne zur Durchführung von Granulations-, Agglomerations- oder Coatingprozessen (Glatt Ingenieurtechnik GmbH, Weimar)

In der Literatur sind bis zum heutigen Zeitpunkt eine Vielzahl von Granulations- und Agglomerationsprozessen, die auf der Wirbelschichttechnologie beruhen, sowohl experimentell als auch theoretisch ausführlich untersucht worden.

Diese Arbeiten beinhalten auf der einen Seite die strömungsmechanischen Aspekte der Wirbelschichttechnik sowie auf der anderen Seite Ausführungen über die Durchführung von partikeltechnologischen Prozessen unter Nutzung der Wirbelschicht.

Die experimentellen Untersuchungen zur Strömungsmechanik liefern beispielsweise grundlegende Aussagen zu den Einflussfaktoren auf das Fluidisierungsverhalten, dem Existenzbereich von Wirbelschichten für konkrete Stoffsysteme, dessen dynamischem Verhalten sowie zu den Mischeigenschaften.

Eine große Zahl von Publikationen befasst sich demgegenüber mit der anwendungstechnischen Seite von Wirbelschichtprozessen zur Kornvergrößerung. Hier wird schwerpunktmäßig auf die einzelnen Komponenten der Partikelbildung, wie Agglomeration, Beschichtung, Abrieb oder Bruch eingegangen. Insbesondere wird der Einfluss einzelner (makroskopischer) Prozessparameter auf die jeweils untersuchten Stoffsysteme analysiert.

Für Unternehmen, die sich mit der Konzeption, Fertigung und Inbetriebsetzung von Wirbelschichtprozessen befassen, besteht grundlegend die Aufgabe, für die jeweils vorliegende Aufgabenstellung prozesstechnisches und stoffspezifisches Wissen aufzubauen. Das Problem liegt darin begründet, dass derartige Prozesse sehr stoffspezifisch ablaufen und speziell die apparatetechnische Umsetzung sehr komplex ist und die Apparategröße eine wesentliche Rolle spielt.

Bedingt durch diese Randbedingungen basieren industrielle Anwendungen derartiger Prozesse in der Regel auf experimentellen Untersuchungen an Apparaturen und Anlagen in unterschiedlichem Größenmaßstab. Hierbei werden Aussagen zu den konkreten Stoffeigenschaften der eingesetzten Rohstoffe sowie zu den erzielten Produkteigenschaften herausgearbeitet. Weiterhin werden die verfahrenstechnischen Hauptprozessgrößen und dabei die Einflussfaktoren auf die Produkteigenschaften sowie die Verfahrensstabilität ermittelt.

Die dafür zur Verfügung stehende Zeit ist üblicherweise sehr eingeschränkt, so dass nicht alle Aspekte ausreichend detailliert, systematisch untersucht und wissenschaftlich analysiert werden können.

Basierend auf den experimentell gewonnenen Daten werden anschließend Anlagen- und Apparatekonzepte für die Umsetzung der Verfahren im Produktionsmaßstab erstellt und Berechnungen zur Maßstabsübertragung (scale-up) von der Versuchs- zur Industrieanlage durchgeführt. Dabei kommen in der Praxis üblicherweise Erfahrungswerte zum Einsatz, die das spezielle Wissen der einzelnen Apparateanbieter bilden und in der Regel unternehmensintern behandelt werden.

Modellbasierte Dimensionierungen von Apparaten oder gar komplexen Anlagen sind eher selten anzutreffen, da entweder der zeitliche Aufwand als zu hoch eingeschätzt wird oder die spezifische Modellierung zu komplex ist. Weiterhin sind die in der Literatur veröffentlichten Berechnungsmodelle oft auf eine bestimmte Apparate- oder Anlagenkonzeption zugeschnitten, nur für ideale Prozessabläufe zutreffend und somit nicht allgemein anwendbar.

Als ein weiteres Hindernis für die Anwendung von Prozessmodellen ist die nicht ausreichende Berücksichtigung des dynamischen Verhaltens realer Apparate zu betrachten. Darüber hinaus sind zur Modellierung oft verschiedene Parameter, Faktoren und granulationskinetische Daten erforderlich, die zuvor experimentell ermittelt werden müssen. Diese Werte sind in den meisten Fällen auch von der Apparategröße abhängig und stehen deshalb für den Produktionsmaßstab in dessen Konzeptphase nicht uneingeschränkt zur Verfügung.

## 1.2 Zielstellung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit bestand in der Entwicklung einer geeigneten Methode, um die Wachstumskinetik realer Stoffsysteme systematisch analysieren zu können.

Im Gegensatz zu den bekannten Ansätzen zur Modellierung von Agglomerations- und Granulationsprozessen wird hier nun davon ausgegangen, dass kein ideales Wachstumsverhalten vorliegt, sich also Agglomeration, Granulation, Bruch usw. überlagern. Auf die einzelnen Definitionen und Mechanismen wird in Abschnitt 1.3.2 näher eingegangen.

Die neuartige Analyseverfahren basiert auf der Auswertung von praktischen Experimenten an Wirbelschichtanlagen. Unter der Randbedingung, dass in möglichst kurzer Zeit ein Maximum an Erkenntnissen und Informationen aus den zu untersuchten Prozessen herauszuarbeiten waren, war eine effektive Aufbereitung der Versuchsdaten erforderlich.

Im Rahmen dieser Arbeit lag der Schwerpunkt in der Untersuchung von dynamischen Änderungen der Partikelgrößenverteilungen in der Wirbelschicht in Abhängigkeit von den dort jeweils herrschenden Prozessbedingungen. Zusätzlich dazu war noch der Einfluss von unterschiedlichen Apparatebauformen sowie deren Fahrweisen zu analysieren.

Somit sollte es möglich werden, durch eine derartige Prozessanalyse Rückschlüsse für eine möglichst optimale Verfahrensentwicklung und Prozessführung zu ziehen. Speziell die Ermittlung von Haupteinflussgrößen auf die Partikelbildung liefert dabei

wertvolle Informationen, die beispielsweise für die Entwicklung von effektiven Regelungskonzepten benötigt werden.

Perspektivisch sollte es darüber hinaus möglich sein, ein hinsichtlich seiner Komplexität beliebig erweiterbares Prozessmodell aufzubauen.

Ein weiteres Ziel bei der Behandlung der Aufgabenstellung bestand darin, das Strömungsverhalten von Wirbelschichttrinnen bei kontinuierlicher Prozessführung zu analysieren.

Da für eine kontinuierliche Prozessführung das dynamische Verhalten des jeweiligen Apparates von besonderer Bedeutung ist, waren zunächst experimentelle Untersuchungen an einer kleintechnischen Pilotanlage durchzuführen. Für unterschiedliche Prozesszustände wurden die Verweilzeitverteilungen ermittelt. Die für diese Messungen erforderliche Methodik musste entwickelt und auf seine Anwendbarkeit hin untersucht werden. Dabei lag der Schwerpunkt auf einer möglichst einfachen Durchführbarkeit sowie auf der Anwendbarkeit der Methode auch bei Anlagen in der industriellen Praxis, wo etablierte Messverfahren nicht immer angewendet werden können.

Das hydrodynamische Verhalten eines Wirbelschichtapparates hat unmittelbaren Einfluss auf dessen dynamisches Verhalten. Somit ist eine Apparateoptimierung möglich, wenn ausreichende Kenntnisse zum Strömungsverhalten innerhalb des Prozessraumes vorliegen.

Um die dazu erforderlichen Informationen bereitzustellen, waren CFD-Simulationen (CFD: Computational Fluid Dynamics) zur Analyse und Charakterisierung derartiger Wirbeltrinnen aufzubauen. Es galt, das CFD-Modell exemplarisch für eine Anlage im Pilotmaßstab aufzubauen und mit experimentell gewonnenen Daten zu vergleichen.

Die praktische industrielle Anwendung des zu erarbeitenden Modells sollte einerseits die Maßstabsübertragung vom Pilotmaßstab bis hin zur großtechnischen Ausführung sein. Andererseits kann durch die Simulation auch eine Optimierung der Apparategestaltung unterstützt werden. Hier liegt der Schwerpunkt insbesondere in der geometrischen Gestaltung des Prozessraumes. Ausgehend von einer Simulation der Luftströmungsverhältnisse innerhalb der gesamten Apparategeometrie, war zu betrachten, wie weit eine Vereinfachung der CFD-Geometrie für die eigentliche Modellierung der Wirbelschicht möglich ist. Diese Vereinfachung ist erforderlich, um zunächst die Rechenzeit möglichst gering zu halten und zum anderen auch die Modellierung von großtechnischen Anlagen bei vertretbarem Aufwand zu ermöglichen.

Die dazu verwendeten Simulationen werden schrittweise aufgebaut und mit mehreren Beispielrechnungen untersetzt. Die Berechnungsergebnisse waren abschließend mit vorhandenen experimentellen Daten zu vergleichen.

Bei der Bearbeitung der einzelnen Themen war spezielles Augenmerk darauf zu legen, auf die Entwicklung von speziellen Analysen-, Berechnungs- oder Simulationsprogrammen zu verzichten und kommerziell verfügbare Systeme zu nutzen, deren Einsetzbarkeit zu prüfen und bei Bedarf miteinander zu verknüpfen.

Die Aussagekraft sowie die Anwendbarkeit derartiger Softwarepakete bei der Lösung industrieller Aufgabenstellung waren abschließend zu diskutieren.

## 1.3 Gegenwärtiger Erkenntnisstand

### 1.3.1 Wirbelschicht

In den vergangenen Jahrzehnten wurden verschiedenste Ansätze zur Modellierung von Wirbelschichten von einer großen Zahl von Autoren veröffentlicht. Hierbei wurden unterschiedliche Wege begangen. Die verwendeten Ansätze schließen rein datenbasierte Modelle bis hin zur komplexen physikalisch-thermodynamischen Modellierungen ein.

Sind die Stoff- und Wärmeübergangsprozesse schwerpunktmäßig zu analysieren, werden überwiegend Berechnungsansätze verwendet, die Wirbelschichten in mehrere Phasen untergliedern (Abbildung 1-5). Diese Phasen werden vorrangig vom Prozessgas als Blasenphase und von den in einem weiteren Teil des Gasstromes suspendierten Partikeln, auch als Suspensionsphase bezeichnet, gebildet. Zwischen den einzelnen Phasen finden Austauschprozesse statt.

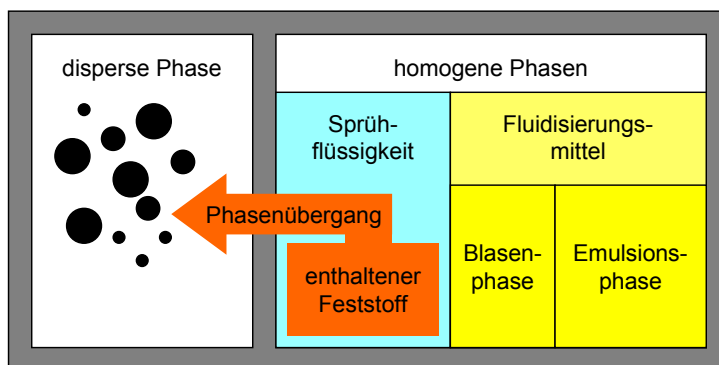


Abbildung 1-5 : Phaseneinteilung bei Sprühgranulationsprozessen in blasenbildenden Wirbelschichten (stark vereinfacht)

Derartige Modellvorstellungen werden beispielsweise sehr ausführlich in [17] sowie in [22] und [80] erläutert.

Wirbelschichtbasierte Trocknungsprozesse sowie deren theoretische Grundlagen bilden ein wesentliches Standbein der wissenschaftlichen Arbeiten an vielen Institutionen. So wurden ausgehend von bekannten Ansätzen neuartige Modelle für die Trocknung entwickelt. So wird beispielsweise in [35] gezeigt, dass sich reale Trocknungskurven durch die Berücksichtigung der Rückvermischung des Fluidisierungsmittels (des Gases) in der Suspensionsphase wesentlich besser abbilden lassen. Die Anwendbarkeit des neu entwickelten Modells für die dynamische Modellierung der kontinuierlichen Wirbelschichttrocknung wurde von *Burgschweiger et al.* in [22] belegt. Um die hierbei erforderlichen Trocknungskurven zu ermitteln, werden entweder Experimente an Wirbelschichtapparaten durchgeführt oder auch die Trocknungskinetik einzelner Partikel untersucht. So wird beispielsweise in [37] ein akustischer Levitator beschrieben, der zur Ermittlung der Trocknungskinetik einzelner Teilchen genutzt werden kann und methodische Vorteile aufweist.

In der Literatur werden darüber hinausgehend Ansätze zur Modellierung von Stoff- und Wärmeübertragungsprozessen für spezielle Anwendungen bzw. Ausführungen von Wirbelschichtapparaten behandelt. Exemplarisch sei hier der spezielle Fall der Wirbelschichttrocknung unter Verwendung von überhitztem Dampf genannt, der in [39], [42], [48] und [49] untersucht wird. Weiterhin bildet die Integration von Einrichtungen zur Wärmeübertragung in Wirbelschichten einen Forschungsschwerpunkt. An



dieser Stelle wird unter anderem auf die Resultate der Arbeitsgruppe um *Tsotsas* verwiesen ([36], [38]).

Einen sehr umfassenden Beitrag zur Strömungsmechanik blasenbildender Wirbelschichten liefert [58]. Hier ist auch eine sehr ausführliche Auflistung von Berechnungsmodellen enthalten.

Für die Berechnung von flüssigkeitsbedüsten Wirbelschichten verwendet *Heinrich et al.* ([43], [44], [45] und [53]) eine alternative Herangehensweise. Hier wird die Wirbelschicht nicht explizit in eine Suspensions- und Blasenphase gegliedert, sondern der Blasenanteil wird bei der Berechnung der (über das Wirbelschichtvolumen gemittelten) Kenngrößen für den Stoff- und Wärmeaustausch sowie dem Dispersionskoeffizienten berücksichtigt.

Eine analoge Vorgehensweise bei der Modellierung der reinen Wirbelschichttrocknung wird unter anderem in [55] dargestellt. Auch hier findet keine explizite Unterteilung der Wirbelschicht in Suspensions- und Blasenphase statt.

Weiterhin lässt sich in der Literatur eine große Anzahl von Veröffentlichungen finden, die sich mit der Analyse und Modellierung der Strömungsstruktur, basierend auf diesem Grundansatz, in verschiedenen Apparatetypen befassen. Beispielsweise seien hier [15], [83] und [133] genannt.

In den letzten Jahrzehnten ermöglichte die rasante Entwicklung der Computertechnik die Entwicklung von immer komplexeren Strömungsmodellen. Einen Schwerpunkt stellten dabei Arbeiten zur numerischen Strömungsmechanik von Mehrphasensystemen dar. Unter den Begriff einer Phase fallen im thermodynamischen Sinn die Aggregatzustände fest, flüssig und gasförmig, die in Ein- oder Mehrkomponentensystemen gemeinsam auftreten können [96]. Im Rahmen dieser Arbeit werden Mehrphasensysteme betrachtet, bei denen ein oder mehrere disperse Feststoffe (feste Phasen) in einer kontinuierlichen Gasphase suspendiert sind. Die einzelnen Phasen sind durch Phasengrenzflächen getrennt, an denen je nach Anwendung beispielsweise Wärme- und Stoffübergangsprozesse stattfinden können.

Bei der numerischen Behandlung von strömungsmechanischen Systemen werden im Wesentlichen zwei grundlegende Darstellungen bzw. Betrachtungsweisen unterschieden ([33], [96], [108]).

Diese sind:

- |                                                     |                                                                                                                                                                                                               |
|-----------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Euler-Darstellung<br>„Kontinuumsbetrachtung“        | <ul style="list-style-type: none"> <li>- makroskopische Eigenschaften werden mit kontinuierlichen Funktionen abgebildet</li> <li>- Bilanzierung in einem ortsfesten Koordinatensystem</li> </ul>              |
| Lagrange-Darstellung<br>„Einzelteilchenbetrachtung“ | <ul style="list-style-type: none"> <li>- Beschreibung der Partikelbahnen im Apparat unter Verwendung eines ortsfesten Koordinatensystems</li> <li>- die Bilanzierung erfolgt am einzelnen Partikel</li> </ul> |

Die numerische Berechnung von Mehrphasenströmungen basiert auf den folgenden beiden Herangehensweisen (z.B. [31], [96]):

- „Euler-Lagrange“
- die fluide Phase wird als Kontinuum betrachtet und die zeitgemittelte Navier-Stokes-Gleichungen gelöst
  - die disperse Phase wird als (größere) Anzahl von einzelnen Partikel (oder auch Tropfen), die sich durch das Strömungsfeld bewegen, betrachtet
  - die disperse Phase kann mit dem umgebenden Kontinuum in Massen-, Energie- und Impulsaustausch treten
- „Euler-Euler“
- die einzelnen Phasen werden mathematisch als sich gegenseitig durchdringende Kontinua betrachtet
  - die einzelnen Phasen werden mit Hilfe von Volumenanteilen abgebildet, die kontinuierliche Funktionen von Raum und Zeit sind
  - die Erhaltungsgleichungen werden derart abgeleitet, dass sie gleiche Strukturen für alle Phasen haben
  - diese Gleichungen werden durch Zustandsbeziehungen abgeschlossen, die empirisch gewonnen bzw. aus der kinetischen Theorie abgeleitet wurden

Insbesondere bei der Auswahl einer geeigneten Methode bzw. Herangehensweise zur Berechnung von Gas-Feststoff-Wirbelschichten sind die jeweiligen Vor- und Nachteile zu berücksichtigen.

Einen sehr komplexen Überblick über die hydrodynamische Modellierung von Wirbelschichten im Allgemeinen und speziell der Wirbelschichtsprühgranulation beinhaltet [33].

Probleme bei der Maßstabsvergrößerung von Wirbelschichtapparaten wurden in [58], [59] und [131] diskutiert.

Speziell in [58] wurden Messungen zur Strömungsmechanik an Apparaten mit sowohl rundem als auch rechteckigem Querschnitt und jeweils unterschiedlichen Abmessungen durchgeführt. Zusätzlich sind Messungen an Versuchsanlagen mit unterschiedlichen Typen von Anströmböden (poröse Platte, Düsenboden) ausgeführt worden. Sämtliche Messungen wurden mit verschiedenen Berechnungsmodellen zur Beschreibung der Strömungsmechanik verglichen.

### 1.3.2 Agglomeration und Granulation

Den Begriffen Agglomeration (agglomerare / lat. = zusammenballen) und Granulation (granulum, granula / lat. = das, die Körnchen) werden in den verschiedenen anwendungstechnischen Fachgebieten und Industriezweigen unterschiedliche Prozesse zugeordnet. Der Grund dafür liegt in unterschiedlichen Definitionen. Unter anderem

wurde in [104] eine fachübergreifende Systematisierung von Agglomerationsprozessen mit dem Ziel klarer begrifflicher und inhaltlicher Definitionen vorgestellt.

Zur Illustration des doch sehr unterschiedlichen Sprachgebrauches werden zunächst einige in der anwendungstechnischen Praxis weit verbreitete Definitionen zusammengetragen:

#### Begriff „Granulation“

- [1] Granulation ist die Bildung von Agglomeraten durch das Zusammenkleben von kleineren Partikeln unter Verwendung eines Bindemittels und einer Agitationsmethode.
- [128] Als Granulation wird die Überführung von Pulverteilchen in Granulatkörner bezeichnet. Das Granulat Korn stellt ein „zusammengekittetes“ asymmetrisches Aggregat aus Pulverpartikeln (ganzen Kristallen, Kristallbruchstücken) dar. Die Granulatoberfläche ist in der Regel uneben und gezackt aufgerauht, das Granulat Korn oft mehr oder weniger porös. Es wird zwischen Aufbau- und Abbaugranulation unterschieden. Bei der Aufbaugranulation entstehen aus Pulverteilchen nach Zugabe einer Granulierflüssigkeit durch Anlagerung von Nachbarpartikeln oder durch Partikel Aufbau direkt Granulat Körner. Im Falle einer Abbaugranulation entsteht nach einer Aggregation des Pulvers mittels Flüssigkeit oder Pressdruck durch Zerteilung der Masse die Granulat Körner. Der Autor gibt auch eine tabellarische Einteilung der Granulate gemäß diesen Definitionen an.
- [134] Eine Granulation kann sowohl durch Zusammenlagern von feinen Partikeln (z.B. durch Agglomeration) als auch durch Zerkleinerung (z.B. Mahlung) größerer Stücke zu kleinen Körnern erfolgen.

#### Begriff „Agglomeration“

- [112] Agglomeration erfolgt durch das Zusammenheften von Partikeln durch die Ausbildung von Flüssigkeits- und Feststoffbrücken. Es werden Partikeln gebildet, die mindestens doppelt so groß wie die Primärpartikeln sind.
- [134] Bei der Agglomeration (auch Kornvergrößerung genannt) werden immer Einzelpartikel zu einem neuen größeren Feststoffverband, dem Agglomerat zusammengefügt.

Es ist unbedingt notwendig, bei der weiteren Bearbeitung des Themas von eindeutigen Definitionen auszugehen. Daher werden im Rahmen der vorliegenden Arbeit die folgenden Definitionen verwendet:

Agglomeration Als Agglomeration wird das Partikelwachstum durch das Zusammenfügen von Partikeln geringerer Größe zu einem größeren Teilchen bezeichnet.

Granulation bzw. Sprühgranulation Unter den Begriff der Granulation fallen solche Prozesse, bei denen unter Zuführung von feststoffhaltigen Flüssigkeiten Partikel durch einen Beschichtungsprozess aufgebaut werden.

In der Abbildung 1-6 werden diese Definition durch Prinzipskizzen grafisch unteretzt.

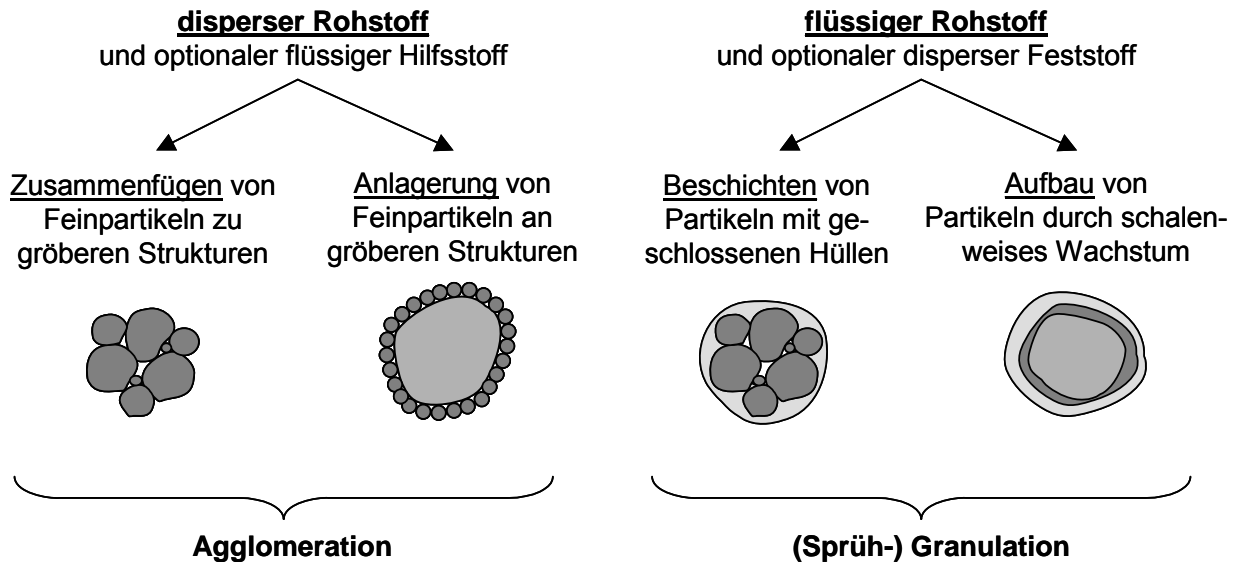


Abbildung 1-6 : Grundprozesse Agglomeration und Granulation

In den vergangenen Jahrzehnten wurde weitreichende Anstrengungen unternommen, um Mechanismen von Korngrößenänderungen bzw. Methoden zur Produktgestaltung in der Partikeltechnik zu untersuchen, zusammenzufassen und zu systematisieren (z.B. [64], [130]).

Zur Analyse und zur Dimensionierung von Wirbelschichtprozessen und –apparaten besteht die Aufgabe, Modelle zur Simulation von Partikelbildungsprozessen aufzustellen. Eine allgemeine Übersicht über derartige Partikelbildungsmodelle liefert [16], ohne sich auf die Wirbelschichtprozesse zu beschränken. Einen weiteren interessanten Ansatz zur Beschreibung der Granulationskinetik, der auf experimentellen Daten beruht, beschreiben *Heim et al.* [41].

Zur systematischen Untersuchung von Partikelvergrößerungsprozessen (Agglomeration und Granulation) erweist es sich als hilfreich, einerseits die Vorgängen zwischen einzelnen Teilchen (mikroskopische Sicht) und andererseits Prozesse in den dazu verwendeten Apparaten separat zu betrachten (makroskopische Sicht). Leider ist eine derartige Trennung nicht immer klar definiert möglich, da auch der Prozessapparat beispielsweise durch seine strömungsmechanische Gestaltung Einfluss auf die Vorgänge zwischen einzelnen Partikeln haben kann.

In [64] wurden technologische Prozessvarianten und Apparateprinzipien, die unter anderem in der Lebensmittelindustrie und der pharmazeutischen Industrie angewendet werden, systematisiert.

Dabei erfolgte die Systematisierung gemäß Abbildung 1-7 hinsichtlich des Flüssigkeit-Feststoff-Kontaktes. Damit lassen sich die in der Praxis üblichen Prozessvarianten mit deren branchentypischen und gebräuchlichen Terminologie einordnen.

Demgegenüber stellt Abbildung 1-8 die für diesen Technologiezweig verbreiteten Prozessvarianten mit deren Anwendungsfeldern zusammen und ordnet mögliche technisch zur Verfügung stehende Apparatetypen zu.

Diese Systematisierung erhebt keinen Anspruch auf Vollständigkeit, da sie speziell für eine Gruppe von Anwendungen erstellt wurde.

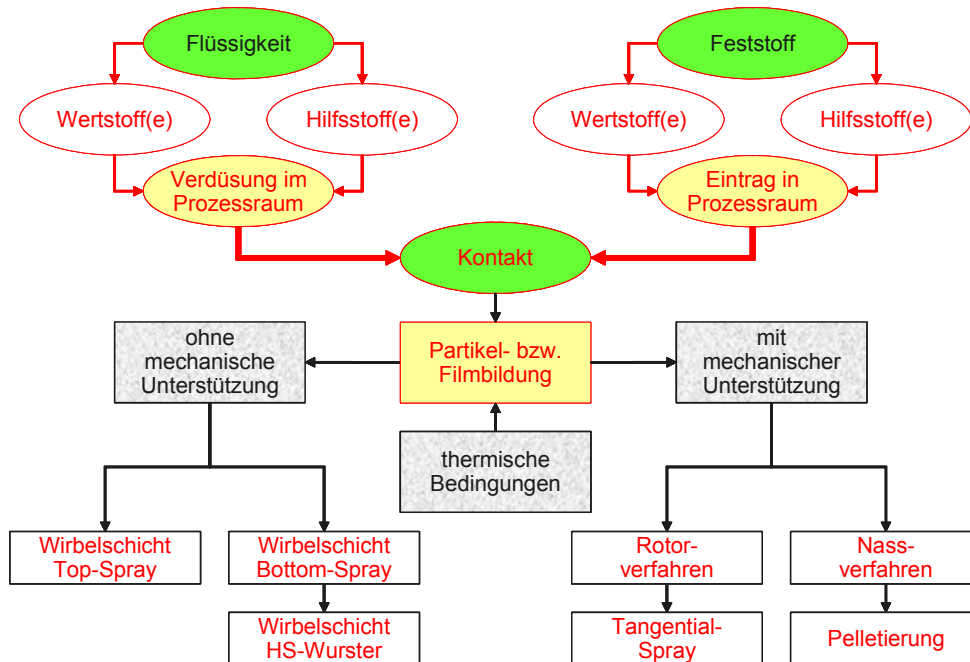


Abbildung 1-7 : Funktionsmechanismen zur Partikelbildung [64]

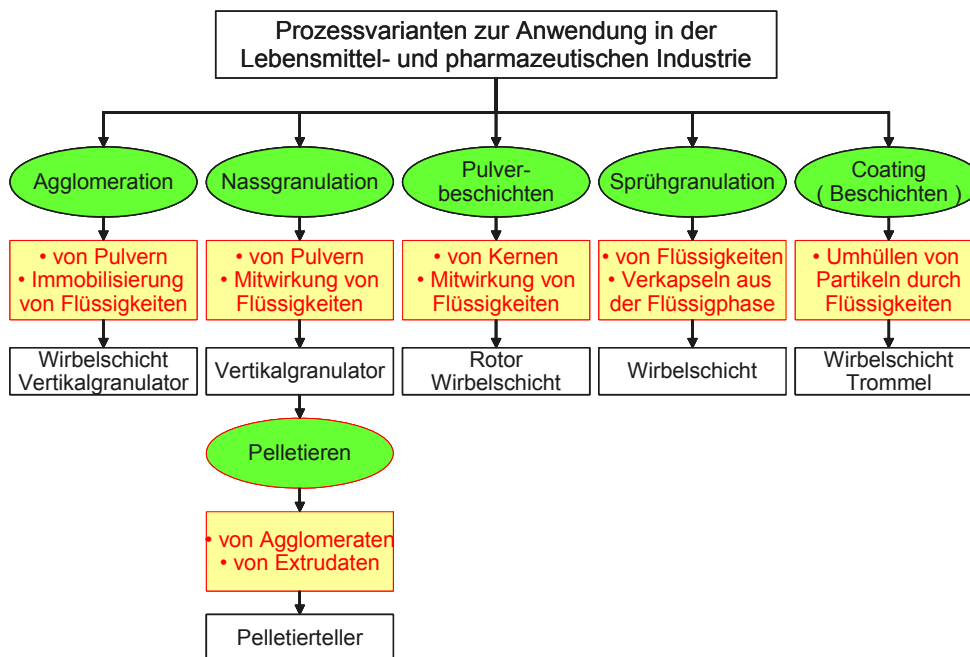


Abbildung 1-8 : Prozessvarianten [64]

Prinzipiell können jedoch typische Anwendungsfälle der Wirbelschichttechnik im Vergleich zu alternativen Technologien aus den Darstellungen entnommen werden. Für weitere Informationen wird auf [62], [127] verwiesen.

Hinsichtlich der mikroskopischen Sicht wurde in den vergangenen Jahren eine Vielzahl von Untersuchungsergebnissen veröffentlicht. Eine Reihe von Autoren betrachteten Vorgänge zwischen Flüssigkeitstropfen und einzelnen (z.T. sich in der Schwebefindlichen) Partikeln, um beispielsweise das Benetzungsverhalten sowie das Haftvermögen eingedüster Flüssigkeiten an Partikeln zu untersuchen.

Andere Veröffentlichungen beinhalten Untersuchungsergebnisse zu Kornvergrößerungsprozessen durch das Zusammenfügen kleinerer Teilchen zu größeren (z.B. [1], [114], [120], [129]) sowie durch Granulations- und Coatingprozesse (z.B. [1], [70]).

In einer Vielzahl von Artikeln beschäftigen sich die Autoren mit den Bildungsmechanismen von Agglomeraten, den Einfluss von Prozessparametern auf die Geschwindigkeit des Partikelwachstums sowie auf die Partikelmorphologie. Hierbei werden in der Regel Bindungskräfte zwischen einzelnen Partikeln mit trennenden Kräften aus dem Prozess verglichen ([28], [29], [40]).

Unter anderem werden Agglomerationsprozesse ebenfalls untersucht, um unerwünschte Kornvergrößerungen verhindern zu können. Beispiele dafür sind [12] und [93].

*Ennis et al.* ([28]) untersuchen die Bildung von Agglomeraten infolge von Flüssigkeitsbrücken. Abriebeffekte, die zur Zerstörung von Agglomeraten führen können, werden dabei nicht berücksichtigt. Es wird davon ausgegangen, dass zwei Teilchen miteinander koaleszieren, wenn ihre relative kinetische Energie während der Kollision nicht ausreicht, um die Festigkeit der Flüssigkeitsbrücke zu überwinden. Ausgehend vom Kräftegleichgewicht an einem Teilchen wurde eine kritische viskose Stokes-Zahl abgeleitet.

$$St_V^* = \left(1 + \frac{1}{e}\right) \ln\left(\frac{\Delta f}{s_R}\right)$$

Formel 1-1

Teilchen, die mit Stokes-Zahlen geringer als der kritischen kollidieren, müssen koaleszieren.

$$St_V < St_V^*$$

Formel 1-2

Für Teilchen unterschiedlicher Masse und Größe kann die viskose Stokes-Zahl wie

Formel 1-3

folgt berechnet werden:  $St_V = \frac{\tilde{m} \cdot u_0}{12\pi \cdot \mu \cdot \tilde{r}^2}$

mit: 
$$\tilde{r} = \frac{r_1 \cdot r_2}{r_1 + r_2}$$

Formel 1-4

$$\tilde{m} = \frac{m_1 \cdot m_2}{m_1 + m_2}$$

Formel 1-5

Für die Anwendung auf Wirbelschichtverfahren wird angegeben:

$$St_V = \frac{8 \cdot \rho \cdot u_0 \cdot r}{9 \cdot \mu} \quad \text{Formel 1-6}$$

wobei die relative Kollisionsgeschwindigkeit aus

$$u_0 = \frac{12 \cdot u_b \cdot r}{d_b} \quad \text{(Maximalwert)} \quad \text{Formel 1-7}$$

$$u_0 = \frac{12 \cdot u_b \cdot r}{d_b \cdot \delta^2} \quad \text{(Mittelwert)} \quad \text{Formel 1-8}$$

bestimmt wird ([28]).

Die Kollisionsgeschwindigkeit stellt somit eine wesentliche Einflussgröße auf die Agglomeratbildung dar. Weiterhin werden kornvergrößernde Verfahren hinsichtlich der Bewegungsintensität des Pulver-Binder-Gemisches untergliedert (z.B. [121]). So werden die verschiedenen Apparate mit rotierenden Misch- oder Knetwerkzeugen als sehr intensiv eingestuft. Wirbelschichtapparate dagegen werden üblicherweise als hinsichtlich des Partikel-Partikel-Kontaktes als gering intensiv eingestuft. Die Art- und Weise des Kontaktes spielt bei der Analyse der Wachstumsrate von Agglomerationsprozessen eine wichtige Rolle. Dies wird durch die nachfolgend dargestellte Modellvorstellung des Partikelwachstums begründet.

Die (in der Regel viskose) Binderflüssigkeit wird in die disperse Phase eingebracht. Je nach Eigenschaften der Flüssigkeit und des Feststoffes wird die Teilchenoberfläche mehr oder weniger benetzt und es bildet sich ein Flüssigkeitsfilm. Entsprechend des Verfahrens wird der disperse Feststoff durchmischt und die Teilchen kollidieren miteinander. Dadurch wird einerseits die Binderflüssigkeit auf eine größere Partikeloberfläche verteilt, andererseits kommen auch bereits benetzte Teilchen miteinander in Kontakt. Entsprechend den Benetzungseigenschaften stellt sich ein Wachstumsprozess ein, der zu unterschiedlichen Anteilen durch Agglomeration oder durch Sprühgranulation dominiert wird.

Aus makroskopischer Sicht werden die zur Kornvergrößerung verwendeten Apparate als Gesamtheit betrachtet. Die Untersuchungen befassen sich in der Regel mit den Vorgängen im Prozessraum, d.h. mit dem eigentlichen Bereich der durch die Prozessluftmenge expandierten Wirbelschicht.

Ein einfaches Agglomerations-Modell wurde von *Sommer* ([122]) beschrieben. Dort wurde der Ansatz verfolgt, dass in Falle nicht stark befeuchteter Partikelsysteme bevorzugt feine Teilchen durch Koaleszenz miteinander agglomerieren. Sind bereits gröbere Teilchen enthalten, erfolgt das Agglomeratwachstum hauptsächlich durch das Anlagern feinerer Teilchen auf der Oberfläche größerer Teilchen. Der gesamte Agglomerationsprozess wurde partikelgrößenabhängig in zwei Bereiche unterteilt (Abbildung 1-9). Im ersten als Aggregationsbereich bezeichneten Abschnitt wird davon ausgegangen, dass alle Partikeln innerhalb dieses Partikelgrößenbereiches durch Koaleszenz miteinander agglomerieren können und sich diese Teilchen an größeren Teilchen durch Anlagerung vereinigen können. Im zweiten Bereich, der als Snowballing-Bereich bezeichnet wurde, gibt es innerhalb der Teilchen dieses Partikelgrößenbereiches keine Agglomerationsvorgänge durch Koaleszenz, sondern ausschließlich nur mit feineren Partikeln aus dem Aggregationsbereich. Im Praxisfall

lässt sich eine Grenzkorngröße zur Definition der beiden Bereiche nicht eindeutig festlegen, da es immer einen Übergangsbereich zwischen den beiden idealisierten Wachstumsmechanismen gibt.

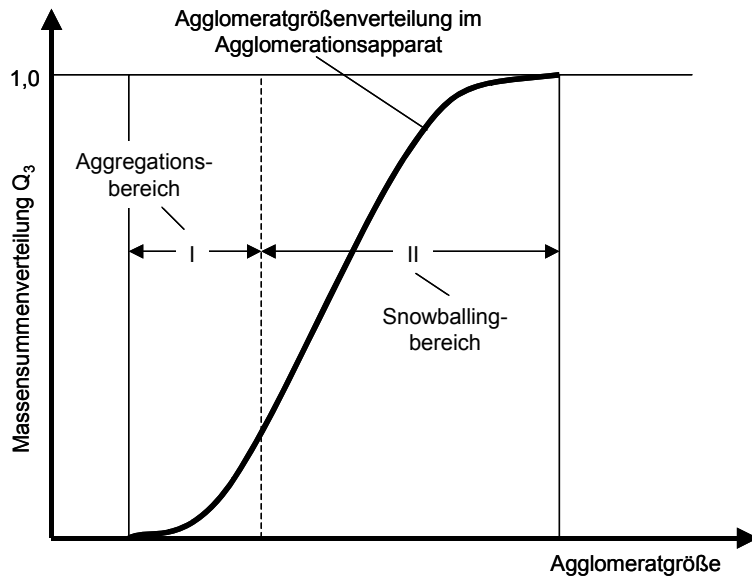


Abbildung 1-9 : Aufteilung der Agglomeratgrößenverteilung nach [122]

Basierend auf den Definitionen gemäß [122] :

- Der Aggregationsbereich wird als eine Kornklasse definiert. Die mittlere Masse eines einzelnen Teilchens ist  $m_{e1}$ .
- Die Klassenbreiten im Snowballing-Bereich betragen die mittlere Einzelkornmasse des Aggregationsbereiches.

Damit lässt sich ein allgemeines Fließschema des Agglomerationsprozesses darstellen (Abbildung 1-10). Die Koeffizienten  $w_j$  stellen „Agglomerationswahrscheinlichkeiten“ dar, die als experimentell bestimmbare Anpassungsparameter dienen. Von Sommer wird  $w \sim d^2$  als ein Ausgangspunkt für Simulationen vorgeschlagen.

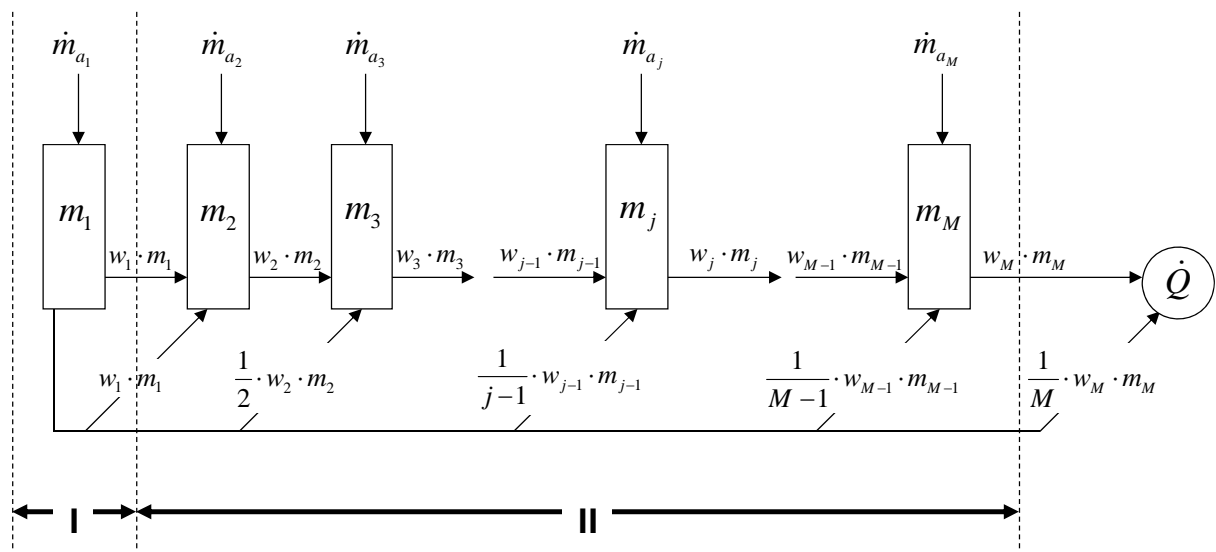


Abbildung 1-10 : Fließmengenschema eines Agglomerationsprozesses nach Sommer [122]

Damit lässt sich für jede Kornklasse eine Mengenstrombilanz aufstellen, was zu einem Gleichungssystem aus M gekoppelten Differentialgleichungen führt. Nach Wahl



der geeigneten Randbedingungen kann für unterschiedliche Agglomerationsapparate die zeitliche Veränderung der Partikelgrößenverteilung berechnet werden.

$$\dot{m}_1 = -w_1 \cdot m_1 - \sum_j \frac{1}{j} w_j \dot{m}_j + \dot{m}_{a1} \quad \text{Formel 1-9}$$

$$\dot{m}_2 = (1+1) \cdot w_1 \cdot m_1 - w_2 \cdot m_2 + \dot{m}_{a2} \quad \text{Formel 1-10}$$

$$\dot{m}_3 = \left(1 + \frac{1}{2}\right) \cdot w_2 \cdot m_2 - w_3 \cdot m_3 + \dot{m}_{a3} \quad \text{Formel 1-11}$$

$$\dot{m}_j = \left(1 + \frac{1}{j-1}\right) \cdot w_{j-1} \cdot m_{j-1} - w_j \cdot m_j + \dot{m}_{aj} \quad \text{Formel 1-12}$$

$$\dot{m}_M = \left(1 + \frac{1}{M-1}\right) \cdot w_{M-1} \cdot m_{M-1} - w_M \cdot m_M + \dot{m}_{aM} \quad \text{Formel 1-13}$$

$$\dot{Q} = \left(1 + \frac{1}{M}\right) \cdot w_M \cdot m_M \quad \text{Formel 1-14}$$

Die Agglomerationswahrscheinlichkeiten können dadurch ermittelt werden, dass ein kontinuierlicher Agglomerationsversuch bis zur Einstellung eines stationären Zustandes durchgeführt wird. Bei bekannten Massenverteilungen im stationären Zustand kann das Gleichungssystem nach den Agglomerationswahrscheinlichkeiten  $w_j$  aufgelöst werden.

Dieses Agglomerationsmodell erlaubt es, die Änderungen der Korngrößenverteilung in Abhängigkeit von extern zugeführten Partikelströmen abzuschätzen. Es ist jedoch sehr stark an die zuvor dargestellten Annahmen gebunden. Diese stellen eine große Vereinfachung dar. Weiterhin sind ausschließlich reine Agglomerationsvorgänge beschreibbar. Weitere in der Regel parallel auftretende Prozesse wie zum Beispiel Abrieb oder Bruch fließen nicht direkt in die Modellierung ein und lassen sich nur durch die Anpassung der Agglomerationswahrscheinlichkeiten an Versuchsdaten berücksichtigen.

Die Abbildung komplexerer Prozesse kann durch die in den vergangenen Jahrzehnten zunehmend an Bedeutung gewinnenden Populationsbilanzierung erfolgen.

Für den allgemeinen Fall können Partikelkollektive durch Verteilungsfunktionen im Phasenraum beschrieben werden.

$$f = f(x, y, z, L_1, L_2, \dots, L_n) \quad \text{Formel 1-15}$$

Dabei steht  $f$  für die Anzahldichteverteilung im Phasenraum, gebildet durch die Ortskoordinaten  $x, y, z$  und die Eigenschaftskordinaten  $L_i$  der Verteilungsfunktion ([16]). Die Ortskoordinaten  $x, y, z$  werden als externe Koordinaten bezeichnet und kennzeichnen die Lage der Teilchen im Raum. Demgegenüber beziehen sich die Eigenschaftskordinaten als sogenannte interne Koordinaten auf Eigenschaften der Teilchen, beispielsweise der Partikelgröße ([130]). Die Anzahl der Eigenschaftskordinaten bestimmt die Dimensionalität des Phasenraumes und auch den Berechnungsaufwand.

In der Regel wird davon ausgegangen, dass das betrachtete Kontrollvolumen ideal vermischt ist und somit keine Abhängigkeiten der Eigenschaften von den externen Koordinaten  $x, y, z$  vorliegen. Somit erfolgt die Populationsbilanzierung ausschließlich für die internen Koordinaten. Die grundlegende Definition der Anzahlfunktion lautet:

$$N = \int_L^{L+\Delta L} n(L) dL$$

Formel 1-16

wobei  $N$  für die Anzahl der Teilchen im Kontrollvolumen innerhalb des Größenintervalls  $\Delta L$  steht. Die Anzahldichte wird in diesem Zusammenhang mit  $n$  bezeichnet.

Im Allgemeinen ist davon auszugehen, dass die diskrete Phase in einer Partikelgrößenverteilung vorliegt.

Populationsdynamische Betrachtungen und Modellvorstellungen haben ihren Ausgangspunkt in den Arbeiten von *Sastry* und *Fuerstenau* auf dem Gebiet der Kristallisationstechnik.

Die grundlegenden Einzelmechanismen, die für populationsdynamische Analysen berücksichtigt werden, sind nachfolgend kurz erläutert, da diese im weiteren Verlauf dieser Arbeit zur anschaulicheren Beschreibung von Vorgängen herangezogen werden.

#### Bildung von Kernen (engl.: *nucleation*):

Kerne formen sich durch das Zusammenfügen von Primärteilchen zu einem einzelnen größeren Teilchen.

#### Koaleszenz (engl.: *coalescence*):

Durch Zusammenfügen von mindestens zwei Teilchen bildet sich ein größeres Teilchen.

#### Anlagerung (engl.: *layering*):

Infolge des Anlagerns kleinerer Teilchen an ein größeres Teilchen setzt ein Wachstumsprozess ein.

#### Bruch (engl.: *breakage*):

Zerfall eines Teilchens in mindestens zwei Bruchstücke.

#### Abrieb (engl.: *attrition*):

Kleine Primärpartikel lösen sich von der Oberfläche größerer Teilchen.

#### Zerfall (engl.: *shatter*):

Aus einem Teilchen werden durch Zerstörung Primärteilchen gebildet.

Bei der Bilanzierung eines Kontrollvolumens wird die zeitliche Änderung der Partikelanzahldichte betrachtet. Entsprechend der zuvor erläuterten Einzelmechanismen kann sich die Anzahl von Teilchen einer Größe ändern, indem Individuen hinzukommen oder das Größenintervall verlassen. Diese Vorgänge werden durch entsprechende Quell- und Senkenterme (engl.: *birth and death*) mathematisch beschrieben. Es erwies sich insbesondere bei Prozessen unter Beteiligung von Koaleszenz als vorteilhaft, als Größenkoordinate das Partikelvolumen anstelle des Partikeldurchmessers zu verwenden ([130]).

Die zeitliche Veränderung der Verteilungsfunktion lässt sich wie folgt darstellen ([16]).

$$\frac{\partial n}{\partial t} + \nabla Vn + D - B = 0 \quad \text{Formel 1-17}$$

Dabei stellt  $n$  die Anzahl der Teilchen (beispielsweise einer bestimmten Größe) je Volumenelement des Bilanzraumes und der zweite Term die stetige Konvektion mit der Geschwindigkeit  $V$  entlang der Raumkoordinaten dar. Um unstetige Änderungen abzubilden, werden Quellen und Senken eingeführt. Unter Vernachlässigung der externen Koordinaten gilt unter Verwendung des Partikelvolumens als Eigenschaftskordinate:

$$\frac{\partial n(u)}{\partial t} = B(u) - D(u) \quad \text{Formel 1-18}$$

Für die einzelnen Partikelbildungsmechanismen, bei denen sich mehrere Teilchen vereinigen oder bei denen sich ein Teilchen in mehrere zerteilt, wurden eine Reihe von Berechnungsvorschriften für  $B(u)$  und  $D(u)$  veröffentlicht (z.B. [130]).

Koaleszenz (engl.: *coalescence*):

$$B_{coa}(u) = \frac{1}{2} \int_0^u \beta(v, u-v) n(v) n(u-v) dv \quad \text{Formel 1-19}$$

$$D_{coa}(u) = n(u) \int_0^\infty \beta(v, u) n(v) dv \quad \text{Formel 1-20}$$

Bruch (engl.: *breakage*):

$$B_{br}(u) = \int_u^\infty b(v, u) S_{br}(v) n(v) dv \quad \text{Formel 1-21}$$

$$D_{br}(u) = S_{br}(u) n(u) \quad \text{Formel 1-22}$$

Anlagerungsprozesse (engl.: *layering*) werden durch eine Wachstumsrate  $G$  abgebildet. Die Verwendung des Partikeldurchmessers als interne Koordinate ist speziell bei Verfahren dem Volumen vorzuziehen, bei denen Material aus einer kontinuierlichen Phase aufgetragen wird.

$$\frac{\partial n}{\partial t} = - \frac{\partial Gn}{\partial l} \quad \text{Formel 1-23}$$

Im Fall, wenn sich Primärteilchen in disperser Form anlagern, kann dieser Mechanismus als Sonderfall der Koaleszenz betrachtet werden.

Entsprechend des  $\Delta L$ -Gesetzes von *McCabe*, dass die Wachstumsrate unabhängig von der Korngröße postuliert, ist die folgende Vereinfachung möglich ([61]).

$$\frac{\partial n}{\partial t} = -G \frac{\partial n}{\partial l} \quad \text{Formel 1-24}$$

Zur Beschreibung der Bildung von Kernen (*engl.: nucleation*) wird ebenfalls wieder auf die Korngröße als interne Koordinate zurückgegriffen.

$$B_{nuc} = B_0 \delta(l - l_0) \quad ([130]) \quad \text{Formel 1-25}$$

$$B_{nuc} = B_0 \delta(l) \quad ([61]) \quad \text{Formel 1-26}$$

Die Form der Verteilungsfunktion ist in der Regel unbekannt, was die Lösung der Populationsbilanz erschwert. Analytische Lösungen liegen nur für wenige spezielle Anwendungsfälle vor [61].

Als ein praktisch anwendbares Lösungsverfahren hat sich die Klassenmethode bewährt, die auch als Sektionalmethode oder Diskretisierungsmethode bezeichnet wird (z.B. [16], [130]). Dabei wird die Eigenschaftskordinate in diskrete Klassen aufgeteilt.

Ausgehend von den Arbeiten von *Batterham et al.*, der den Partikelgrößenbereich unter Verwendung des Partikelvolumens als geometrische Reihe gemäß

$$\frac{v_{i+1}}{v_i} = 2 \quad \text{Formel 1-27}$$

diskretisierte, verwendet *Litster et al.* ([84]) und *Cryer* ([25]) eine weiterentwickelte Vorschrift zur Bildung der Größenklassen gemäß

$$\frac{V_{i+1}}{V_i} = 2^{1/q} \quad \text{Formel 1-28}$$

Die Herleitung und Anwendung von diskretisierten Populationsbilanzen wurde beispielsweise von *Hounslow et al.* ([61]) detailliert dargestellt. Es erfolgt auch ein Vergleich der Ergebnisse numerischer Berechnungen mit exakten analytischen Lösungen für spezielle Sonderfälle.

Die erweiterte Populationsbilanz für reine Aggregation lautet in diskreter Form nach *Litster et al.* ([84]):

$$\begin{aligned} \left( \frac{dN_i}{dt} \right)_{agg} &= \sum_{j=1}^{i-S(q)-1} \beta_{i-1,j} N_{i-1} N_j \frac{2^{(j-i+1)/q}}{2^{1/q} - 1} \\ &+ \sum_{k=2}^q \sum_{j=i-S(q-k+2)-k+1}^{i-S(q-k+1)-k} \beta_{i-k,j} N_{i-k} N_j \frac{2^{(j-i+1)/q} - 1 + 2^{-(k-1)/q}}{2^{1/q} - 1} \\ &+ \frac{1}{2} \beta_{i-q,i-k} N_{i-q}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
& + \sum_{k=2}^q \sum_{j=i-S(q-k+2)-k+2}^{i-S(q-k+1)-k+1} \beta_{i-k+1,j} N_{i-k+1} N_j \frac{-2^{(j-i)/q} + 2^{1/q} - 2^{-(k-1)/q}}{2^{1/q} - 1} \\
& - \sum_{j=1}^{i-S(q)} \beta_{i,j} N_i N_j \frac{2^{(j-i)/q}}{2^{1/q} - 1} - \sum_{j=i-S(q)+1}^{\infty} \beta_{i,j} N_i N_j
\end{aligned} \tag{Formel 1-29}$$

$$\text{mit: } S(q) = \sum_{p=1}^q p \tag{Formel 1-30}$$

Für  $q=1$  vereinfacht sich diese Gleichung zur Beschreibung der reinen Aggregation zur Gleichung nach *Hounslow* ([61]).

In der Literatur werden weiterhin für spezielle Vereinfachungen noch Vereinfachungen oder Modifikationen der Populationsbilanz nach *Litster* und *Hounslow* angegeben, wie z.B.:

- nach *Hounslow* mit  $N_i$  als der Anzahl der Teilchen pro Volumeneinheit im Volumenintervall  $i$  ([84]):

$$\left( \frac{dN_i}{dt} \right)_{agg} = \sum_{j=1}^{i-2} 2^{j-i} \beta_{i-1,j} N_{i-1} N_j + \frac{1}{2} \beta_{i-1,i-1} N_{i-1}^2 - N_i \sum_{j=1}^{i-1} 2^{j-i-1} \beta_{i,j} N_j - N_i \sum_{j=i}^{\infty} \beta_{i,j} N_j \tag{Formel 1-31}$$

- nach *Batterham* mit  $N_i$  als der Anzahl der Teilchen im Volumenintervall  $i$  ([130]):

$$\left( \frac{dN_i}{dt} \right)_{agg} = \frac{1}{N_{tot}} \left( N_{i-1} \sum_{j=1}^{i-2} 2^{j+i-1} \beta_{i-1,j} N_j + \frac{1}{2} \beta_{i-1,i-1} N_{i-1}^2 - N_i \sum_{j=1}^{i-1} 2^{j-1} \beta_{i,j} N_j - N_i \sum_{j=i}^{\infty} \beta_{i,j} N_j \right) \tag{Formel 1-32}$$

Alternativ zur Diskretisierungsmethode wird von *Nicmanis et al.* [95] eine Finite-Elemente-Methode zur Lösung von Populationsbilanzen vorgestellt und mit den Resultaten der Diskretisierungsmethode verglichen. Es lassen sich damit für stationäre Prozesse genauere Ergebnisse bei vergleichsweise geringerem rechentechnischen Aufwand erzielen.

Die Bilanzierung kann sowohl für die Vorgänge in einen Apparat als auch für komplette Anlagen oder Anlagenteile aufgestellt werden. Damit können unterschiedliche Informationen je nach Hintergrund der Untersuchungen gewonnen werden. In Abbildung 1-11 wurde dargestellt, wie beispielsweise die Grenzen zur Bilanzierung des Apparates selbst (gekennzeichnet in der Abbildung 1-11 durch die Bilanzgrenze „1“) und für den Gesamtprozess (gekennzeichnet durch die Bilanzgrenze „2“) erfolgen kann. In der Darstellung wurden die zur Fluidisierung und Trocknung benötigten homogenen Ströme nicht dargestellt.

Die zuvor erläuterten Bilanzgleichungen beziehen sich ausschließlich auf die Bilanzgrenze „1“, das Granulatorvolumen. Dieses wird im Allgemeinen als konstant betrachtet. Innerhalb der Grenze ändert sich die Partikelgrößenverteilung entsprechend den vorhandenen Prozessbedingungen und entsprechend den über die Grenze zu- und abgeführten Partikelströmen.

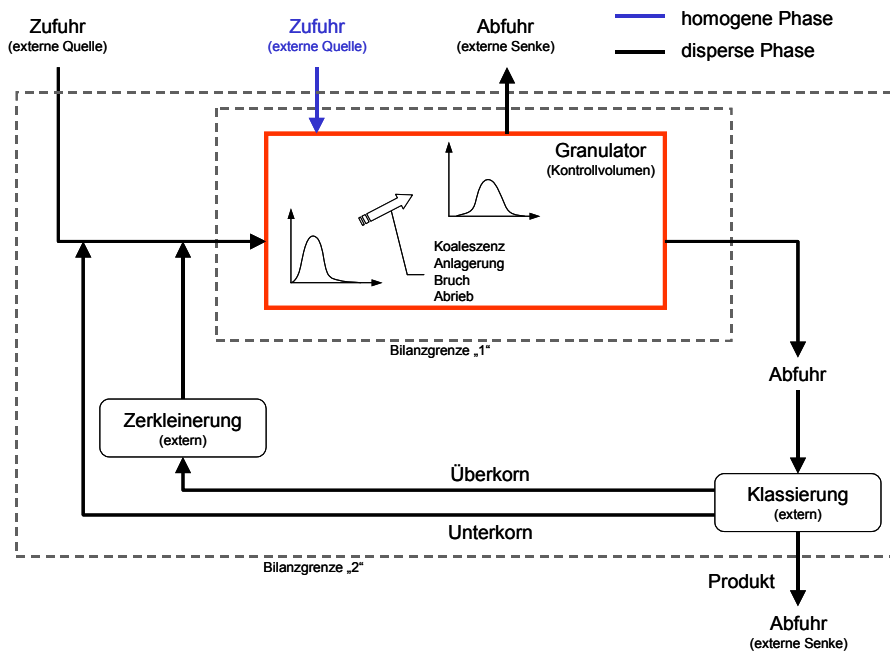


Abbildung 1-11 : Bilanzschema

Im Gegensatz dazu werden bei der Bilanzierung der Gesamtanlage die Wechselbeziehungen und Abhängigkeiten zwischen einzelnen Prozessstufen, wie beispielsweise Klassierung (z.B. durch Siebung, Sichtung) oder Zerkleinerung (z.B. durch Mahlung, Brechung) und dem eigentlichen Granulationsapparat betrachtet.

Nach [121] wird die Populationsbilanzierung in diesem Zusammenhang hauptsächlich genutzt zur:

- Analyse von Daten, um Einflussfaktoren für die Granulation zu bestimmen,
- Auslegung von Granulationsprozessen, d.h. die mittlere Partikelgröße und die Korngrößenverteilung der Partikeln vorherzusagen,
- Sensitivitätsanalyse, d.h. zur quantitativen Analyse des Einflusses von verschiedenen Prozessbedingungen und Parametern zugeführter Ströme auf die Produktqualität und
- Kreislaufsimulation, Optimierung und Prozessregelung.

Weiterhin wird die Populationsbilanzierung angewendet, um Wachstumsregime vorherzusagen ([28]). Dazu ist jedoch die Kenntnis der Wachstumsgesetzmäßigkeiten (z.B. der Koaleszenz- und Bruchfunktionen) erforderlich. Diese stehen in der Regel nicht vorab zur Verfügung, sondern müssen experimentell bzw. durch theoretische Betrachtungen zur Partikelmorphologie gewonnen werden.

Populationsdynamische Modellierungen wurden für Wirbelschichtanlagen unter anderem von [26], [45], [46], [47], [50], [98], [99] und [112] durchgeführt. Speziell die unmittelbare Kopplung von Agglomeration und Trocknung bietet umfassende Vorteile bei der systematischen Analyse derartiger Verfahren, wie z.B. in [51], [52], [101] und [103] gezeigt wird.

Für weitere Informationen zu den Grundlagen und den mathematischen Methoden wird an dieser Stelle auf [75], [76], [77], [78], [79], [100] und [102] verwiesen.

Einen interessanten neuartigen Ansatz zur Modellierung und Analyse von Agglomerationsprozessen zeigte *Terrazas-Velarde et al.* ([124]). Hier wird auf Basis eines stochastischen Modells das Wachstum von Agglomeraten untersucht. Der Beitrag zeigt die Verknüpfung von Partikelwachstum, Binderzugabe und Trocknung. Die Analyse des Einflusses von einzelnen Mikro-Mechanismen auf den Agglomerationsprozess wurde durch den diskreten Ansatz ermöglicht.

Weitere Anwendungen von Populationsbilanzen für alternative Technologien wurden ebenfalls von einer Vielzahl von Autoren veröffentlicht, beispielsweise für die Granulation in High-Shear-Mischern von *Wauters* ([113] und [130]).

### 1.3.3 Verweilzeitverhalten dynamischer Systeme

Bei der Betrachtung und Modellierung kontinuierlicher verfahrenstechnischer Operationen kommt dem Verweilzeitverhalten eine wesentliche Bedeutung zu.

Der Verweilzeitbegriff beruht auf der Vorstellung, dass Stoffteilchen, die zu einem bestimmten Zeitpunkt in ein Strömungssystem eingetreten sind, dort für eine gewisse Zeit verweilen und in Abhängigkeit vom herrschenden Strömungsregime wieder austreten. Nach [68] ist der Austrittszeitpunkt eine Zufallsgröße, die mit Hilfe der Verweilzeitverteilung beschrieben wird.

Verweilzeitverteilungen repräsentieren wesentliche Eigenschaften des Strömungssystems, wie z.B. Turbulenz, stagnierende Zonen, Toträume und Bypass. Ihre Analyse liefert Aussagen zum Strömungsregime und damit verbunden Aussagen der mit dem Strömungsprozess verknüpften Energie-, Impuls- und Stoffaustauschprozesse [68].

Zur Analyse des Verweilzeitverhaltens sind nach [68] zwei Grundfälle zu unterscheiden:

- das Verweilzeitverhalten in stationären Strömungsvorgängen und
- das Verweilzeitverhalten in instationären Strömungsvorgängen.

Stationäre Strömungssysteme werden mittels instationärer Methoden analysiert. Die Modellierung kann einerseits mit Hilfe der Theorie stochastischer Prozesse und andererseits auf Grundlage der Bilanzgleichung nach *Damköhler* erfolgen. Die differentielle Bilanzgleichung nach *Damköhler* lautet für den stationären eindimensionalen Fall:

$$\bar{D} \frac{d^2 c}{dx^2} - u \frac{dc}{dx} = 0$$

Formel 1-33

In der Praxis wird das Verweilzeitverhalten an Typmodelle, wie Zellen- und Diffusionsmodelle angepasst. Als experimentelle Methoden zur Untersuchung des Verweilzeitverhaltens haben sich aperiodische Testsignale (Dirac-Impuls, Sprungfunktion) praktisch durchgesetzt. Für die Analyse instationärer Strömungsvorgänge, bei denen zyklisch gesteuerte Prozessparameter vorliegen, sind derartige Methoden nicht geeignet. Hierfür wird die Analyse periodischer Testsignale als aufschlussreicher angesehen [68].

Die Verweilzeit von einzelnen Teilchen kann nicht vorausbestimmt werden. Sie schwankt immer um einen bestimmten Mittelwert. Dieser theoretische Mittelwert wird als mittlere hydraulische Verweilzeit bezeichnet.

$$\bar{t} = \frac{\dot{m}_{WS}}{\dot{m}_p} \quad \text{Formel 1-34}$$

Zur dimensionslosen Darstellung und damit zum leichteren Vergleich von Verteilungen unterschiedlicher Apparate wird die dimensionslose bzw. relative Verweilzeit definiert.

$$\Theta = \frac{t}{\bar{t}} \quad \text{Formel 1-35}$$

Das Verweilzeitverhalten von verfahrenstechnischen Apparaten wird im Allgemeinen analysiert, indem die Wahrscheinlichkeit, dass ein Teil der zur Zeit  $t=0$  in den Reaktor gelangten Menge  $n_0$  den Reaktor nach der Zeit  $t$  verlässt, betrachtet wird.

$$E(t) = \frac{\dot{n}}{n_0} = \frac{\dot{V} \cdot c(t)}{\int_0^{\infty} \dot{V} \cdot c(t) dt} \quad \begin{array}{l} \text{Verweilzeit-} \\ \text{Verteilungsdichte} \\ [1/s] \end{array} \quad \text{Formel 1-36}$$

$$E(\Theta) = \Theta \cdot E(t) = \frac{\dot{V} \cdot c(\Theta)}{\int_0^{\infty} \dot{V} \cdot c(\Theta) d\Theta} \quad \begin{array}{l} \text{dimensionslose} \\ \text{Verweilzeit-} \\ \text{Verteilungsdichte} \\ [-] \end{array} \quad \text{Formel 1-37}$$

Die Übergangsfunktion  $F(t)$  wird durch Normierung des Antwortsignals  $c(t)$  am Reaktorausgang berechnet. Diese Summenkurve entspricht der Verweilzeit-Verteilung und wird auch als Verweilzeit-Summenfunktion bezeichnet.

$$F(t) = \frac{c(t)}{c_0} \quad \text{Formel 1-38}$$

$$F(t) = \int_0^t E(t) dt \quad \text{Formel 1-39}$$

$$\bar{t} = \int_0^{\infty} (1 - F(t)) dt \quad \text{Formel 1-40}$$

Sehr häufig wird in der Praxis das Zellenmodell der Rührkesselkaskade genutzt. Durch die Variation der Anzahl an hintereinandergeschalteten ideal durchmischten Kesseln, kann ein sehr weites Spektrum von Verweilzeitverläufen abgebildet werden.

Für  $N$  gleich große aneinander gereihete ideal durchmischte Rührkessel erhält man die Verweilzeitverteilung gemäß folgender allgemeiner Gleichung



$$E(t) = \frac{1}{(N-1)!} \cdot \frac{N}{t} \cdot \left(N \frac{t}{\bar{t}}\right)^{N-1} \cdot e^{-N \frac{t}{\bar{t}}}$$

Formel 1-41

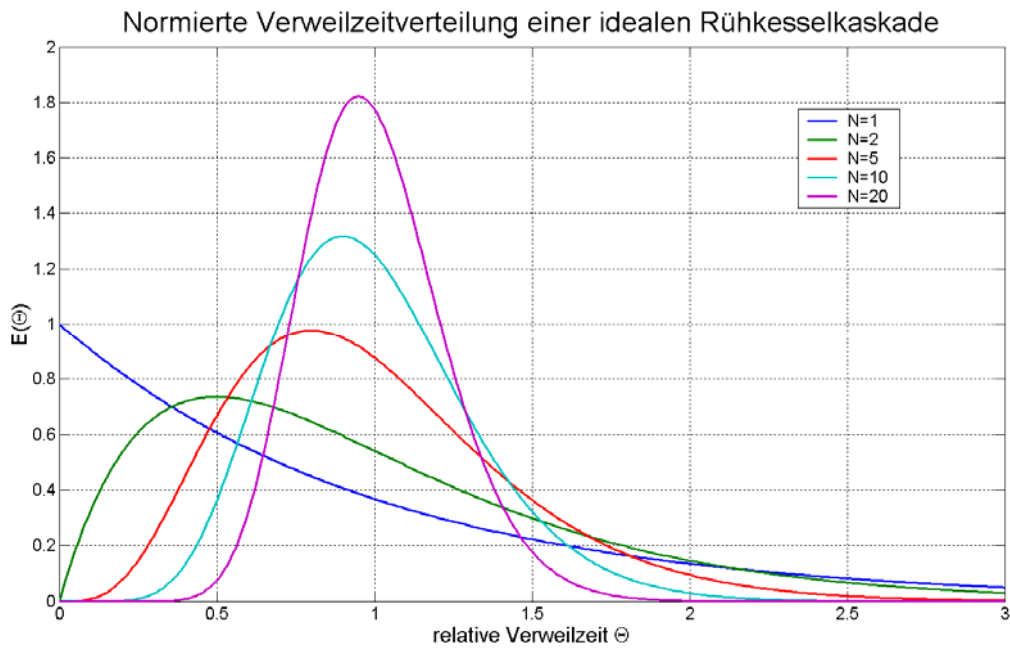


Abbildung 1-12 : Darstellung von Verweilzeitverteilungen idealer Rührkesselkaskaden durch die Häufigkeitsfunktion

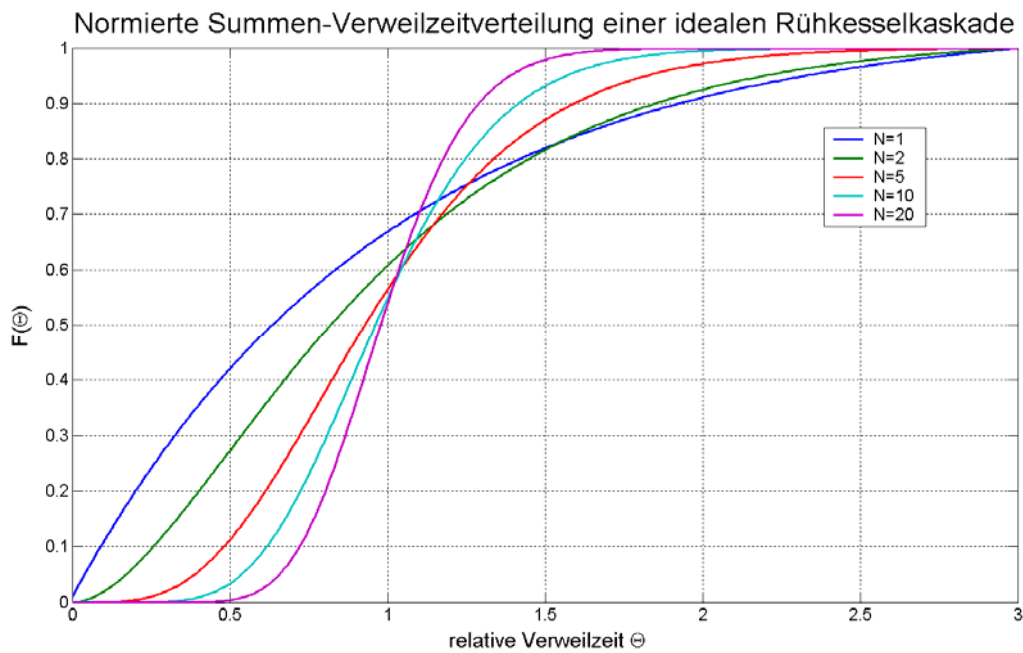


Abbildung 1-13 : Darstellung von Verweilzeitverteilungen idealer Rührkesselkaskaden durch Summenfunktion

In der Literatur lassen sich eine Vielzahl von Veröffentlichungen finden, die sich mit Vermischungsvorgängen in Wirbelschichtapparaten unterschiedlichster Bauform sowie deren Verweilzeitverhalten befassen (z.B. [21], [81], [97], [106], [116]).

Experimentelle Untersuchungen zur Materialbewegung in rinnenförmigen Wirbelschichtapparaten zur Granulation wurden beispielsweise von [97] durchgeführt. Hierzu wurden Pulvermischungen definiert gefärbt, um diese dann als Markierungssubstanz (Tracer genannt) zur Verweilzeitmessung an zwei Apparatetypen zu verwenden.

Weiterhin wird von *Poersch* ([106]) das Verweilzeitverhalten von Wirbelschichttrinnen untersucht und als Rührkesselkaskade modelliert. Der Autor betrachtet diesen Apparatetyp für den Fall von geringen Wirbelschichthöhen als einen Mischer mit  $n$  fiktiven Mischzellen (Abbildung 1-14).

Die Breite einer Mischzelle entspricht dabei größtmäßig der Wirbelschichthöhe. Basierend auf diesem Modell kann die Verweilzeitverteilung eines Apparates in Abhängigkeit von der Prozessgröße „Schichthöhe“ und der technischen Größe „Prozessraumlänge“ berechnet werden, wenn diese Ausdehnungen bekannt sind.

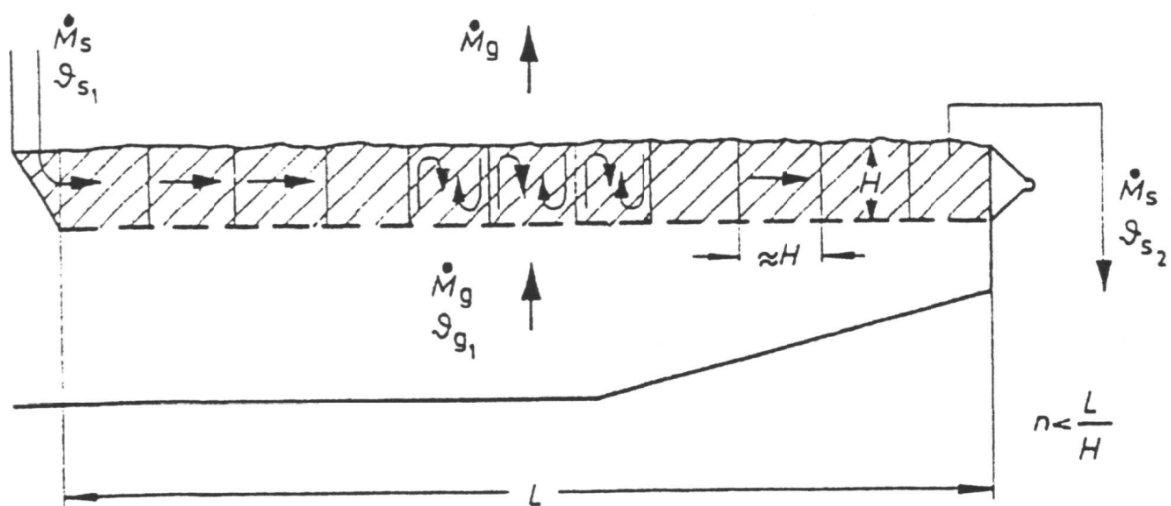


Abbildung 1-14 : Wirbelschichttrinne als n-zelligen Kreuzstrommischer (aus [106])

In [21] wird von *Burgschweiger* die Modellierung des dynamischen Verhaltens kontinuierlicher Wirbelschichttrockner beschrieben. Hier werden Trocknungsprozesse mit zeitgleich vorhandenen Partikelpopulationen unterschiedlicher Feuchte und Partikeltemperatur simuliert.

Dabei erfolgt eine Unterteilung der gesamten im Trockner vorhandenen Partikel in Populationen, die jeweils die gleiche Verweilzeit haben. Die Partikelverweilzeitverteilung wird definiert als:

$$E(\tau, t) = \frac{1}{m_p} \frac{\partial m_p}{\partial \tau}$$

Formel 1-42

Das dynamische Verhalten des Trockners wird unter Verwendung numerischer Verfahren simuliert. Dazu wurde sowohl hinsichtlich der Zeit als auch der Verweilzeit diskretisiert.

Außerdem wurde in [111] die Partikelverweilzeitverteilung rinnenförmiger Apparate betrachtet. Hier wird zusätzlich zur Partikeldispersion auch die Nettofließgeschwindigkeit der Partikel berücksichtigt. Für niedrige Schichthöhen von weniger als 10 cm werden die folgenden Beziehungen angegeben.

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D_p \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} - v_p \frac{\partial c}{\partial x} \quad \text{Formel 1-43}$$

mit: 
$$v_p = \frac{L}{\bar{t}} \quad \text{Formel 1-44}$$

bzw. in dimensionsloser Form :

$$\frac{\partial c}{\partial \Theta} = \frac{D_p \cdot \bar{t}}{L^2} \frac{\partial^2 c}{\partial \xi^2} - \frac{\partial c}{\partial \xi} \quad \text{Formel 1-45}$$

mit: 
$$\Theta = \frac{t}{\bar{t}} \quad \text{Formel 1-46}$$

$$\xi = \frac{x}{L} \quad \text{Formel 1-47}$$

Die dimensionslose Größe

$$Bo = \frac{D_p \cdot \bar{t}}{L^2} \quad \text{Formel 1-48}$$

wird als Bodenstein-Zahl bezeichnet und ist ein Maß für den Grad der Partikelrückvermischung im Apparat. Für  $Bo=0$  liegt die sogenannte ideale Pfropfenströmung vor und für  $Bo=\infty$  ein ideal durchmischtes Verhalten.

Basierend auf einer Vielzahl von Experimenten gibt Reay ([111]) die nachstehende Beziehung zur Berechnung des Koeffizienten für die Partikeldispersion an:

$$D_p = 3,71 \cdot 10^{-4} \cdot \frac{u - u_{mf}}{u_{mf}^{1/3}} \quad \begin{aligned} [u] &= \frac{m}{s} \\ [D_p] &= \frac{m^2}{s} \end{aligned} \quad \text{Formel 1-49}$$

Es ist zu beachten, dass diese Beziehung für relativ niedrige Schichthöhen gilt. Für größere Schichthöhe kann der Koeffizient um eine Größenordnung größer sein ([111]).

## 2 Künstliche neuronale Netze zur Prozessanalyse bei Sprühgranulationsprozessen

### 2.1 Wechselbeziehungen zwischen Produkteigenschaften, Prozessparametern und Apparatetechnik

Im nachfolgenden Teil werden Ergebnisse von Literaturstudien hinsichtlich der Einflussfaktoren bei Agglomerations- und Granulationsprozessen zusammengefasst.

Bei der Analyse von derartigen Prozessen werden immer technische Apparateparameter und Verfahrensparameter mit Eigenschaften der hergestellten Partikel oder auch mit granulationskinetischen Faktoren in Verbindung gebracht.

#### Charakterisierung von in Wirbelschichtapparaten hergestellten Partikeln

An dieser Stelle werden einige wichtige Eigenschaften von in Wirbelschichtprozessen hergestellten Partikeln zusammengefasst.

In Tabelle 2-1 werden beispielartig derartige Charakteristika zusammen mit ihren möglichen Einfluss auf die Partikelbildung aufgezählt.

Eigenschaft :	Einfluss auf die Partikelbildung z.B. durch :
- Partikelgröße	- spezifische Partikeloberfläche - Impuls / kinetische Energie
- Partikelgrößenverteilung	- Schüttgutoberfläche - Durchmischungsverhalten
- Abriebfestigkeit (Friabilität)	- Oberflächenstruktur - Abrieb- / Bruchwahrscheinlichkeit
- Schüttdichte	- Partikelmorphologie - Partikelporosität - Oberflächenstruktur
- Stampfdichte	- Partikelmorphologie - Partikelporosität - Oberflächenstruktur
- Fließeigenschaften	- Partikel-Partikel-Wechselwirkungen (Kontakte) - Entstehung von Totzonen im Strömungsraum - Fluidisierungsverhalten
- Partikelfeuchte	- Oberflächeneigenschaften - Partikeldichte - Fluidisierungsverhalten
- Partikeldichte	- Fluidisierungsverhalten - Impuls / kinetische Energie
- Partikelporosität	- Partikelfestigkeit - Oberflächenstruktur

Tabelle 2-1 : Eigenschaften von Partikeln

Diese Zusammenstellung erhebt keinesfalls den Anspruch auf Vollständigkeit. Sie soll zeigen, dass partikeltechnische Prozesse sehr stark von den konkret vorliegenden Materialeigenschaften abhängig sind und sich diese Einflüsse speziell bei An- und Anfahrprozessen auch zeitlich ändern können.

### **Einflussfaktoren für die Kornbildung**

In der Literatur lassen sich sehr zahlreiche und umfangreiche Veröffentlichungen zur Bildung von Partikeln (Granulaten, Agglomeraten) finden, die sich in der Regel auf die Ergebnisse experimenteller Untersuchungen stützen. Dabei betrachten einige Autoren verschiedene Einzelprozesse in klassischen Wirbelschichtanlagen oder mechanisch unterstützten Wirbelschichten (z.B. Rotorwirbelschichten), andere wiederum befassen sich mit Alternativtechnologien, wie beispielsweise der (High-Shear-) Agglomeration in den verschiedensten Bauformen von mechanischen Mischern (z.B. [73], [113]). Ein anderer Teil von Veröffentlichungen beinhaltet Untersuchungen der Agglomeration oder Granulation (bzw. mit dem Grenzgebiet dazwischen). Beispielsweise seien hier [1], [12] genannt.

In den folgenden Abschnitten sollen die wesentlichen Schlussfolgerungen hinsichtlich der Einflussfaktoren einzelner Autoren auszugsweise zusammengefasst werden. Anschließend werden Rückschlüsse für die Analyse experimenteller Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit getroffen.

In Tabelle 2-2 werden Faktoren aufgezählt, die Einfluss auf den Partikelwachstumsprozess haben können. Außerdem werden Literaturquellen zugeordnet, die weitergehende Informationen bieten. Dabei wurden auch Einflussgrößen berücksichtigt, die nicht speziell Wirbelschichtverfahren betrachten, da darin erwähnte Einflüsse tendenziell gültig sind.

Tropfengröße und Tropfengrößenspektrum des eingedüsten Bindemittels	[28], [114], [129]
Anordnung und Typ der Sprühdüsen	[28], [54], [65]
Viskosität der Binderflüssigkeit	[1], [28], [54], [73], [105], [119]
Oberflächenspannung der Binderflüssigkeit	[28], [59], [73]
Benetzungseigenschaften	[28], [54], [114]
Bindertyp, Bindermenge, Bindersprührate	[1], [28], [54], [59], [65], [70], [73], [105] [113], [119]
Verhältnis Sprühdruk zu Sprührate	[11]
Verdüsungsgasmenge	[28], [54]
Strömungsmechanik der Eindüsung	[126]
Partikelgröße und Partikelgrößenverteilung	[1], [28], [54], [73], [80], [112], [119], [129]

Hydrodynamik (der Wirbelschicht)	[28], [54], [73], [105], [114], [119]
Thermische Bedingungen im Prozessraum	[1], [65], [70], [126]
Feuchte der Partikel (in der WS)	[69], [89]
Apparatedesign	[1]
Luft Eintrittstemperatur	[59], [70]
Partikelporosität	[54]
Löslichkeit des Feststoffes im Bindemittel	[105]

Tabelle 2-2 : Zusammenfassung von Einflussfaktoren auf das Partikelwachstum

Wirbelschichtanlagen zur Agglomeration und Granulation weisen grundsätzlich immer ähnliche Grundelemente auf. Diese werden durch das Grundprinzip des Verfahrens vorgegeben. Weiterhin werden derartige Anlagen durch typische verfahrenstechnische Kenngrößen und Betriebsparameter beschrieben. Diese Grundsystematik wird im Weiteren zur Systematisierung verwendet.

### **Sprühsystem (Sprüheinrichtung):**

Die Eindüsung von Flüssigkeiten hat einen wesentlichen Einfluss auf die entstehenden Partikelstrukturen. Insbesondere der Strömungsmechanik fällt eine besondere Rolle zu, da der Kontakt zwischen Tropfen und Partikel unter anderem die Benetzungseigenschaften sowie die möglichen Haftvorgänge bestimmt. Dabei kommt der Aufprallenergie eine große Bedeutung zu. Entsprechend den hydrodynamischen Eigenschaften der Wirbelschicht, der geometrischen Anordnung, Ausführung und Anzahl der Düsen ändern sich die Verweilzeit und die Konzentration von Partikeln in der Sprühzone. In [80] wird auch das Verhältnis aus bedüstem Wirbelschichtvolumen zum Gesamtvolumen als Einflussgröße genannt. Sehr umfangreiche Untersuchungen zur Eindüsung von Flüssigkeiten in Wirbelschichten wurden von *Heinrich* ([45]) und *Henneberg* ([56]) durchgeführt. Dabei wurden sowohl die Anzahl als auch die Position der einzelnen Düsen im Apparat untersucht. In [45], [56] und [94] wurden darüber hinaus Modelle zur Feuchte- und Temperaturverteilung in Wirbelschichten entwickelt und mit den experimentell gewonnenen Daten verglichen.

Je nach den vorliegenden Prozessbedingungen können Sprühtropfen auf dem Weg zur Partikeloberfläche trocken und somit Feinmaterial durch eine Art Sprühtrocknung (Eigenkeimbildung) bilden (z.B.[126]). Darüber hinaus erzeugt der Sprühstrahl selbst eine mechanische Beanspruchung des Wirbelschichtmaterials. Dadurch kann es zu beträchtlichen Abriebeffekten kommen, die dann die Entstehung von Staub und Feinpartikeln beeinflussen. Das Tropfengrößenspektrum sowie die Verteilung der Tropfengeschwindigkeiten stellen Beurteilungsmerkmale von Sprühdüsen dar. Unter anderem nach [114] gibt es speziell bei Agglomerationsprozessen einen direkten Zusammenhang zwischen Tropfengröße und Agglomeratgröße.

### **Materialeigenschaften der dispersen Feststoffe:**

Die Benetzungseigenschaften zwischen eingedüster Flüssigkeit und der Teilchenoberfläche beeinflussen die Größe und Form von Flüssigkeitsbrücken. Diese Eigenschaften können durch den Kontaktwinkel abgeschätzt werden, wobei ein Kontaktwinkel von beträchtlich kleiner als 90° für gute Benetzung steht ([114]). Weiterhin

hängt die Benetzungsfähigkeit von Pulvern vom Kontaktwinkel und der Porenstruktur ab. Nach [114] wandert der Binder durch kapillare Trocknung bei der Agglomeration an die Partikeloberfläche und verteilt sich dort gleichmäßig.

In [89] wird das Wasserabsorptionspotential als Einflussgröße für das Partikelwachstum beschrieben.

### ***Eigenschaften der Wirbelschichtmasse:***

Allgemeingültig ist davon auszugehen, dass es zu verstärkter Agglomeration kommt, wenn der (freie) Feuchtigkeitsgehalt der Partikelfüllung anwächst (z.B. [89]). Entsprechend des vorherrschenden Bindungsmechanismus ziehen sich Partikel bei Vorhandensein von Flüssigkeitsbrücken mehr an. Hierbei wird die Bedeutung der vorherrschenden Anziehungskräfte deutlich. Der Grad der Sättigung des Agglomerates mit Flüssigkeit ist dafür ein Maß ([73]).

Externe Kräfte spielen in Wirbelschichtprozessen zur Agglomeration im Vergleich zu den Nassverfahren unter Nutzung der unterschiedlichen Mischertypen (High-Shear-Granulatoren) eine eher untergeordnete Rolle.

### ***Hydrodynamik der Wirbelschicht:***

Infolge der Partikeldurchmischung kommt es in der Regel zu einem Anteil an Kornbruch. Dieser wird durch mechanische Beanspruchung durch die Wirbelschicht selbst erzeugt. Da die Partikelbewegung vorrangig durch die Gasblasen erzeugt wird, definieren die strömungsmechanischen Parameter die Prozessbedingungen im Apparat. Beispielsweise hat die Überschussgeschwindigkeit einen direkten Einfluss auf die Entstehung der Gasblasen und somit auch auf die Partikeldispersion (z.B.[28]). Als Folge der Partikeldurchmischung entstehen Scherkräfte, die unter anderem die Dichte von Agglomeraten ([114]) beeinflussen. Bei relativ niedrigen Scherkräften wird das Anlagern von feinen Partikeln an größeren (auch als „Schneeballeffekt“ bezeichnet) erleichtert ([73]). Die Relativgeschwindigkeit zwischen kollidierenden Partikeln stellt eine direkte Einflussgröße dar.

### ***Externe Partikelströme:***

Hierzu sind Massenströme von dispersen Feststoffen zu zählen, die in den eigentlichen Granulationsapparat eingetragen werden. Häufig wird Feingut dem Prozessraum zugeführt. Diese externe Partikelzufuhr bewirkt bei Granulationsprozessen eine Partikelgrößenreduzierung und bei Agglomerationen häufig eine Änderung der Partikelstruktur (z.B. [80], [126]). In [73] wird erläutert, dass bei der Agglomeration durch High-Shear-Granulatoren vorrangig lockere und dispergierbare Agglomerate entstehen, wenn die Pulvervorlage ein enges Kornband besitzt. Feste Agglomerate entstehen demgegenüber aus sehr feinen Pulvern und dann verstärkt bei breiter Kornverteilung. Diese Grundrelation ist erfahrungsgemäß auch auf Wirbelschichtverfahren übertragbar.

## **2.2 Beschreibung von dynamischen Änderungen der Partikelgrößenverteilung**

Für die systematische Analyse von Partikelgrößenänderungen sind genaue Definitionen notwendig. Im folgenden Abschnitt wird die grundlegende Vorgehensweise beschrieben, die in nachfolgenden Abschnitten dieser Arbeit verwendet wird.

Ausgehend von den Korngrößenverteilungen einzelner Versuchsproben werden Veränderungen bezüglich einer Referenzprobe beziehungsweise eines Referenzzustandes erfasst.

Zur numerischen Beschreibung der Änderung von Korngrößenverteilungen (Vergrößerung/Wachstum bzw. Verkleinerung) wird das gesamte betrachtete Korngrößenspektrum in einzelne Größenklassen unterteilt. Damit wird das betrachtete Teilchenkollektiv nicht als Kontinuum betrachtet sondern diskretisiert. Die Klassenbreite wird durch einen Durchmesser  $d$  und eine Klassenbreite  $\Delta d$  ausreichend beschrieben. Die unterschiedlichen Größenklassen werden zur eindeutigen Zuordnung und numerischen Behandlung durch  $i$  durchlaufend in den Grenzen 1 und  $i_{max}$  indiziert (untere Grenze häufig auch 0, je nach verwendetem numerischen System und Speicherzuordnung). Dabei stellt  $i_{max}$  den dem zum maximal im betrachteten System vorliegenden Korndurchmesser zugeordneten Index dar.

Der Massenanteil  $x(i)$  stellt das Verhältnis der Masse der Teilchen in der  $i$ -ten Größenklasse  $m(i)$  im Vergleich zur Gesamtmasse  $M$  sämtlicher betrachteten Teilchen dar.

$$x(i) = \frac{m(i)}{M} \quad \text{Formel 2-1}$$

Dem zugeordnet wird der kumulative Massenanteil  $F(d_i)$  wie folgt definiert:

$$F(d_i) = \sum_{j=1}^i x(j) \quad \text{Formel 2-2}$$

Darüber hinaus gilt allgemein:

$$M = \sum_{j=1}^{i_{max}} m(j) \quad \text{Formel 2-3}$$

$$F(d_{max}) = \sum_{j=1}^{i_{max}} x(j) = 1 \quad \text{Formel 2-4}$$

Diese Zusammenhänge lassen sich in Anlehnung nach *Heim et al.* ([41]) leicht in grafischer Form darstellen. In der Abbildung 2-1 wurden zwei Korngrößenverteilungen dargestellt. Diese beiden Verteilungen sollen als Beispiel zwei einzelnen Proben zugeordnet sein, die zu unterschiedlichen Zeitpunkten  $t_1$  und  $t_2$  eines Prozesses genommen wurden.

Bei bekanntem Masseninhalt des betrachteten Systems können Massenströme zwischen den Kornklassen durch Massenanteile beschrieben werden.

Wichtig ist dabei die Wahl des Bezugssystems. So kann im ersten Fall die Größenänderung (oder auch die Änderung jeder beliebigen anderen Eigenschaft) betrachtet werden, wogegen im zweiten Fall der Durchmesser (oder andere Eigenschaft) konstant gehalten wird und die Mengenänderungen betrachtet werden.



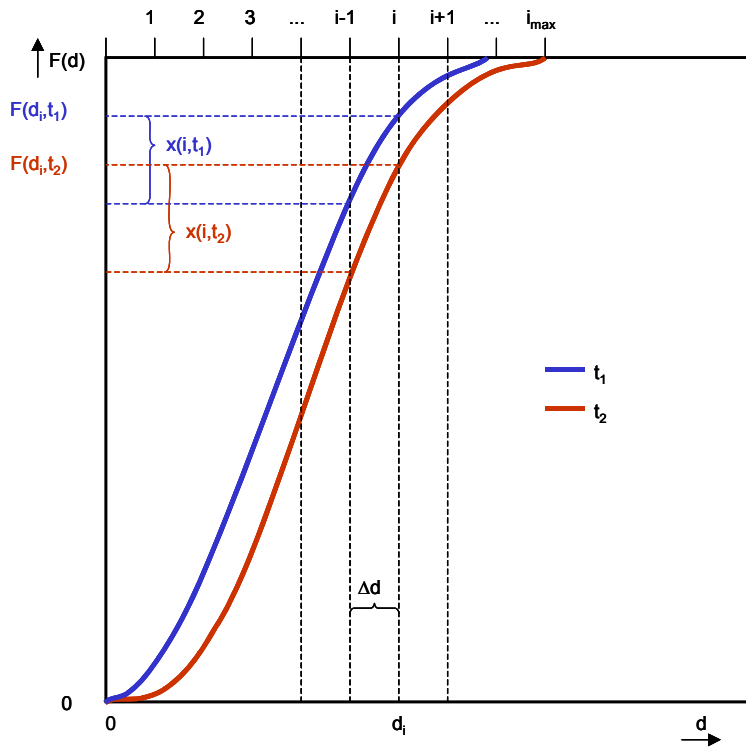


Abbildung 2-1 : Darstellung von Korngrößenverteilungen

Im vorliegenden Fall werden die Durchmesser konstant gehalten. Das heißt, es wird mit festen Größenklassen gearbeitet. Jede Änderung der Korngrößenverteilung wird demzufolge durch die Verschiebung der zugeordneten Massenanteile ausgedrückt, wie z.B.:

$$\Delta x(i, \Delta t) = x(i, t_2) - x(i, t_1) \tag{Formel 2-5}$$

mit:  $\Delta t = t_2 - t_1$  Formel 2-6

Betrachtet man nun eine Korngrößenklasse  $i$  so können verschiedene Massenströme in diese Klasse hinein und hinaus sowie der Inhalt der Klasse selbst eindeutig beschrieben werden.

Die nachstehenden Abbildungen dienen zur Erläuterung der verwendeten Definitionen zur Charakterisierung von Veränderungen eines Kornbandes.

In Abbildung 2-2 wurde eine Kornvergrößerung der betrachteten Kornklasse  $i$  dargestellt. Es ist erkennbar, dass  $x(i, t_2)$  größer als  $x(i, t_1)$  ist. Damit hat sich im Zeitintervall  $\Delta t = t_2 - t_1$  die Masse an Partikeln innerhalb dieser Kornklasse geändert.

Eine Veränderung des Anteiles einer einzelnen Kornklasse sagt jedoch nichts über das gesamte Partikelkollektiv aus. Beispielsweise kann es bei Agglomerationsprozessen Situationen geben, bei denen der Anteil an sehr großen Partikeln steigt, sich aber gleichzeitig die mittlere Korngröße verringert. Als Ursachen kommen dafür beispielsweise Verweilzeiteffekte sowie der „Schneeballeffekt“ in Frage.

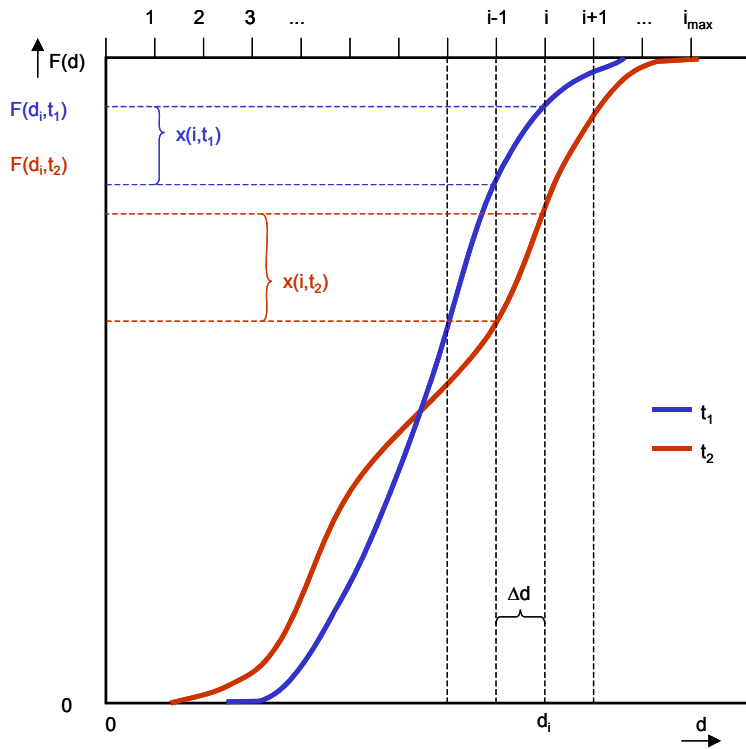


Abbildung 2-2 : Korngrößenänderung – Kornvergrößerung

Die Abbildung 2-3 stellt eine Kornbandänderung im unteren Korngrößenbereich dar. Auch in diesem Fall ist eine Zunahme innerhalb der Kornklasse  $i$  erkennbar.

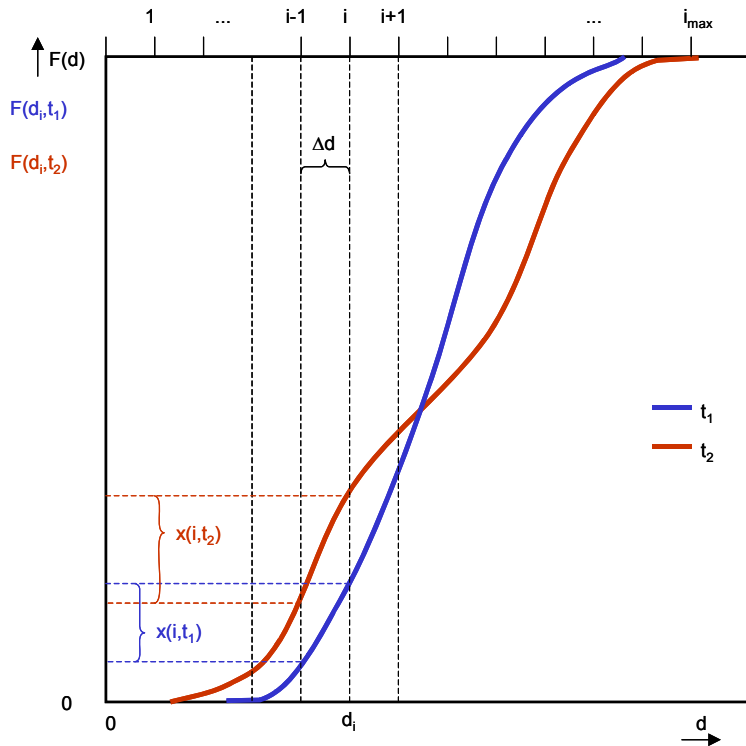


Abbildung 2-3 : Korngrößenänderung – Kornverkleinerung

Bei Analyse der Veränderungen in den beiden Abbildungen ist festzustellen, dass sich sowohl der Feingutgehalt als auch die Grobkornmenge erhöht hat. Die beiden Veränderungen führen aber nicht zu einer wesentlichen Verschiebung des mittleren Korndurchmessers  $d_{50}$ . Das gesamte Partikelspektrum hat sich aber verändert.

Aus diesen Darstellungen lässt sich jedoch nicht direkt ablesen, was die Ursache für die Zunahme der betrachteten Kornklasse ist. Mögliche Ursachen können sein:

- Agglomeration von Partikeln kleinerer Kornklassen
- Aufbaugranulation durch Bedüsen kleinerer Teilchen mit feststoffhaltigen Flüssigkeiten und schalenartigem Wachstum
- Bruch von Teilchen aus größeren Kornklassen
- Abrieb von Teilchenoberflächen größerer Fraktionen
- externe Zuführung von Partikeln gleicher Größe usw.

Für jede Kornklasse treten immer grundlegend gleichartige Effekte auf, die in der Abbildung 2-4 schematisch dargestellt wurden. Jedoch werden die Anteile der einzelnen Wirkmechanismen für jede Kornklasse unterschiedlich sein. Ein wesentliches Merkmal der hier genutzten Vorgehensweise besteht darin, dass jedem Effekt immer mehrere Prozesse zugeordnet sind (z.B. Agglomeration und Granulation) und somit keine explizite Zuordnung und Identifizierung einzelner Mechanismen möglich ist. Dies ist aber kein Nachteil, da es im Rahmen dieser Arbeit nicht um die strukturelle Betrachtung einzelner Teilchen geht, sondern um die beliebige Änderung von Kornbändern innerhalb eines Apparates.

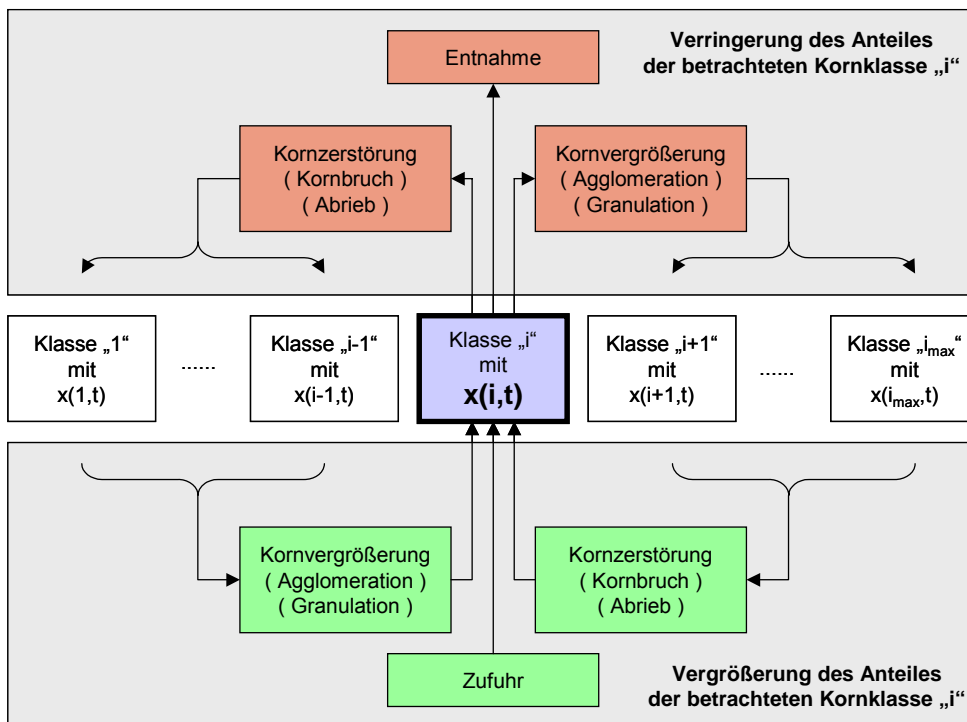


Abbildung 2-4 : Korngrößenänderungen

## 2.3 Erstellung des Prozessmodells zur Analyse des Sprühgranulationsprozesses

### 2.3.1 Grundlagen künstlicher neuronaler Netzwerke

Den Ausgangspunkt zur Gewinnung granulationskinetischer Informationen stellen in der Regel Experimente dar. Dazu werden Agglomerations- oder Granulationsversuche im Labor- oder/und Pilotmaßstab durchgeführt. Während dieser Tests werden thermische Parameter und Strömungskennwerte aufgezeichnet. Zusätzlich werden in

bestimmten Zeitintervallen Produktproben entnommen und hinsichtlich ihrer Granulometrie untersucht. Diese Informationen werden konkreten Zeitpunkten zugeordnet. Damit stehen zeitabhängige Werte von Eingangs- und Ausgangsgrößen zur Verfügung.

In der Regel liegen deutlich mehr Prozessdaten als Produktdaten vor, da der Aufwand zur Produktanalytik im Vergleich zur Prozessdatenerfassung deutlich höher ist und Produktproben normalerweise nur in bestimmten Zeitabständen zur Verfügung stehen. Damit besteht die Aufgabe darin, den einzelnen Produktkenngößen als Ergebnis der Analytik repräsentative Prozessdaten zuzuordnen.

Nach Ablauf von Experimenten sowie beim industriellen Betrieb von Wirbelschichtgranulationsanlagen steht durch die immer weiter verbreiteten speicherprogrammierbaren Steuerungen (SPS) eine Vielzahl von Messwerten zur Verfügung. Gleichzeitig liegt in der Regel eine mit zunehmender Anlagenbetriebszeit steigende Zahl von Analyseergebnissen der hergestellten Produkte vor. Diese Informationen stellen eine Wissensquelle dar, die zur Erstellung von datenbasierten Prozessmodellen verwendet werden kann [8].

Zur statistischen Auswertung dieser Informationen können unterschiedliche Analyseverfahren herangezogen werden. Mögliche anzuwendende Methoden sind beispielsweise:

- Berechnung statistischer Kenngrößen

Insbesondere bei der Analyse von Prozessparametern werden statistische Kennwerte verwendet. Beispielsweise sollen hier der arithmetische Mittelwert, Lageparameter von Verteilungen sowie die verschiedenen Streuungsparameter genannt werden.

- (lineare) Regressionsanalyse

Bei einer Regressionsanalyse wird der Zusammenhang zwischen zwei oder mehreren Variablen (Merkmalen) durch eine Modellgleichung bestimmt. Dazu müssen sämtliche Merkmale metrisch skaliert vorliegen. Der Zusammenhang zwischen den Merkmalen wird durch die Anpassung einer Geraden beschrieben [88]. Lineare Regressionsanalyse bedeutet, dass die Koeffizienten der Modellgleichung linear sind.

- Faktorenanalyse

Die Faktorenanalyse beinhaltet die Reduzierung einer gegebenen Anzahl von Variablen mit redundanten Informationen auf weniger Variablen, den Faktoren [88].

- Clusteranalyse

Bei der Clusteranalyse werden bei simultaner Betrachtung von mindestens zwei Merkmalen die einzelnen Merkmalsausprägungen derart gruppiert, dass die Ähnlichkeit der einzelnen Ausprägungen innerhalb der Gruppen möglichst groß ist. Demgegenüber soll die Ähnlichkeit zwischen verschiedenen Gruppen möglichst gering sein [88].

- Künstliche neuronale Netzwerke

Künstliche neuronale Netzwerke stellen spezielle mathematische Modelle dar, die sich besonders gut zum Erkennen funktionaler Zusammenhänge zwischen verschiedenen Größen eignen. Somit sind sie besonders für Analysen des Anforderungstyps „Mustererkennung“ geeignet

[8]. Sie erlauben auf Basis von Messdaten ein Modell des zugrundeliegenden Prozesses zu generieren. Dazu sind keine Vorabannahmen über die Struktur der funktionellen Zusammenhänge erforderlich [82]. Prinzipiell lassen sich durch neuronale Netze sämtliche Zusammenhänge abbilden und sich daraus auch Vorhersagen ableiten ([16]).

Bei der Auswahl des geeigneten Verfahrens ist zunächst das Ziel der Analyse zu spezifizieren. Dadurch wird die Menge geeigneter Verfahren eingeschränkt. Im Rahmen dieser Arbeit bestehen hauptsächlich die nachfolgenden Ziele:

- Ermittlung von Haupteinflussfaktoren auf die Partikelbildung und
- Erarbeitung eines Prozessmodells für die Partikelbildung.

In den folgenden Abschnitten werden mehrere Verfahren miteinander kombiniert. Dabei stehen jedoch nicht die vollständige Abarbeitung der jeweiligen Analysen sondern vielmehr deren Grundanliegen im Vordergrund.

Die Methodik der künstlichen neuronalen Netzwerke (kNN) wurde als Hauptanalysewerkzeug gewählt, um beliebige Abhängigkeiten zwischen Eingangs- und Ausgangsgrößen bzw. den Stell- und Zustandsgrößen des Granulationsprozesses abbilden zu können. Dabei ist eine konkrete Beschreibung der mathematischen Relationen wie im Falle einer linearen Regression nicht erforderlich.

Weiterhin wird die Strategie verfolgt, die rigorose, d.h. auf physikalischen Gesetzmäßigkeiten beruhende Modellierung mit der neuronalen Netzwerktechnik zu verknüpfen, um den Extrapolationsbereich des kNN zu erweitern. Dabei bilden sowohl direkt gemessene Prozessgrößen als auch berechnete Kennzahlen die Eingangsgrößen für das kNN. Dadurch wird außerdem die Anzahl der Einflussgrößen reduziert. Zur Ermittlung der Einflussgrößen kann die Faktorenanalyse verwendet werden.

Es wird somit davon ausgegangen, dass durch das kNN indirekt die stoffspezifischen und nicht-idealen Einflüsse des betrachteten Systems in die Modellierung eingebracht werden. Diese sind beispielsweise Oberflächeneigenschaften der Partikeln und Porositätsunterschiede in unterschiedlichen Kornfraktionen.

Nachfolgend werden einführend die Grundlagen künstlicher neuronaler Netzwerke übersichtsartig erläutert.

Ein künstliches neuronales Netz stellt im Allgemeinen die technische Umsetzung der Gehirnfunktion dar [60]. Die Modellierung erfolgt auf einem gewissen Abstraktionsniveau [72].

Die neurophysiologischen Vorgänge im Gehirn dienen dabei als Vorbild. Im folgenden Abschnitt werden diese Vorgänge übersichtsartig dargestellt. Anschließend wird die mathematische Umsetzung dieser Prozesse erläutert.

In [60] werden die neurophysiologischen Prozesse im Gehirn einführend sowie in [72] detailliert erläutert.

In biologischen Sinn stellen Nervenzellen (auch als Ganglienzelle oder Neuron bezeichnet) allgemein Zellkörper dar, die durch eine Zellmembran von der Umgebung abgegrenzt wird. Dieser Zellkörper besitzt eine Vielzahl kurzer und stark verzweigter Auswüchse, den Dendriten. Weiterhin existiert ein weiterer sehr langer Auswuchs, der als Axon bezeichnet wird. Dieser teilt sich an seinem Ende in viele Zweige auf, die durch je eine Synapse abgeschlossen werden. Jede Synapse ist mit einem Zellkörper oder einem Dendriten einer anderen Nervenzelle verbunden. Die Kontaktstellen werden durch einen dünnen synaptischen Spalt gebildet.

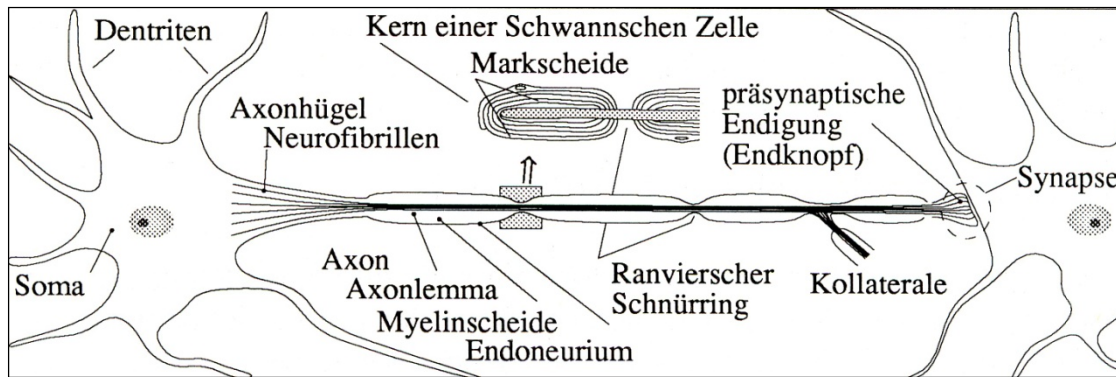


Abbildung 2-5 : Schematische Darstellung von Neuron und Synapse ( entnommen aus [72])

Synaptische Verbindungen verändern sich mit der Zeit. Sie wachsen, verkümmern bzw. können ganz verschwinden. Ein Axon kann weiterhin neue Zweige mit neuen Synapsen bilden und dadurch mit neuen Nervenzellen in Kontakt treten. Derartige Änderungen im Verhalten von Nervenzellen werden als „Lernvorgänge“ bezeichnet.

Die Funktion einzelner Nervenzellen beruht auf dem sogenannten Membranpotential, der elektrischen Spannung der Zellmembran gegenüber der Umgebung. Im Ruhezustand, wenn die Zelle nicht von außen angeregt wird, verharrt die Nervenzelle bei einem einheitlichen Membranpotential von etwa  $-90...-75$  mV (abhängig vom Zelltyp [72]). Wenn ihr Membranpotential an mindestens einer Stelle über einen bestimmten Schwellenwert von etwa  $-50$  mV hinaus erhöht, wird durch innere Vorgänge eine Kettenreaktion gestartet, die zu einer sprunghaften Erhöhung des Membranpotentials auf etwa  $+20...+30$  mV führt. Anschließend kehrt die Nervenzelle innerhalb weniger Millisekunden in ihren Ruhezustand zurück.

Die kurze Spannungsspitze im Erregungszustand der Nervenzelle wird als Aktionspotential bezeichnet. Dieses pflanzt sich längs des Axons fort und gelangt zu den Synapsen. In diesen werden chemische Substanzen, die sogenannten Neurotransmitter, ausgeschüttet. Über die synaptischen Spalte gelangen die Neurotransmitter zu anderen Nervenzellen und erhöhen deren Membranpotential, was dort bei ausreichender Erhöhung ebenfalls ein Aktionspotential auslöst. Dieser Zustand wird als „feuern der Nervenzelle“ bezeichnet.

Für eine hohe Stabilität des Nervensystems sind sowohl das Membranpotential erhöhende Synapsen (also erregende) als auch das Membranpotential erniedrigende (also hemmende) notwendig [60].

Für weiterführende Informationen wird an dieser Stelle auf [72] verwiesen. Dort werden die einzelnen Mechanismen neurophysiologischer Prozesse detailliert erläutert.

Um in die technische Umsetzung einzuführen, werden an dieser Stelle grundlegende Begriffe definiert.

*Rummelhart* charakterisiert ein neuronales Netz wie folgt durch ([72]):

- Verarbeitungseinheiten, die als „Units“ bezeichnet werden
- Verbindungen zwischen den einzelnen Units (den Gewichten bzw. „weights“ )
- Aktivierungswerte der Units
- einer Regel der Signalausbreitung durch das Netzwerk („rule of propagation“ )
- einer Funktion zur Bildung des Aktivierungswertes einer Unit
- einer Funktion zur Bildung des Ausgangssignals einer Unit

- einer Lernregel und
- einer Umgebung, in der das System arbeitet.

Diese einzelnen Punkte werden in den folgenden Abschnitten näher betrachtet.

Ein neuronales Netz wird gebildet, indem mehrere Verarbeitungseinheiten (Neuronen, Units) hinter- oder nebeneinander geschaltet werden [71]. Ein neuronales Netz wird spezifiziert, indem Anzahl und Anordnung der Units und ihre Verbindungen angegeben werden.

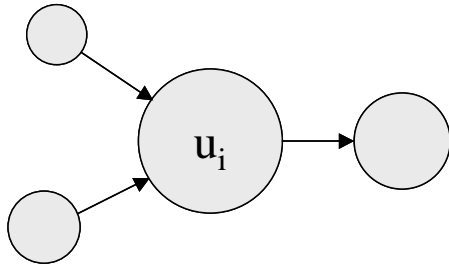


Abbildung 2-6 : Ausschnitt aus einem neuronalen Netz nach Rummelhart (aus [72])

Üblicherweise wird die i-te Unit eines neuronalen Netzes mit  $u_i$  bezeichnet (Abbildung 2-6). Allgemein berechnen die einzelnen Units ihre Ausgangssignale aus den ankommenden Signalen.

Wie in Abbildung 2-7 allgemein schematisch dargestellt, empfängt eine beliebige Unit  $u_i$  von außen eine bestimmte Anzahl von  $j$  Signalen. Diese können von der „Außenwelt“ oder von anderen Units kommen.

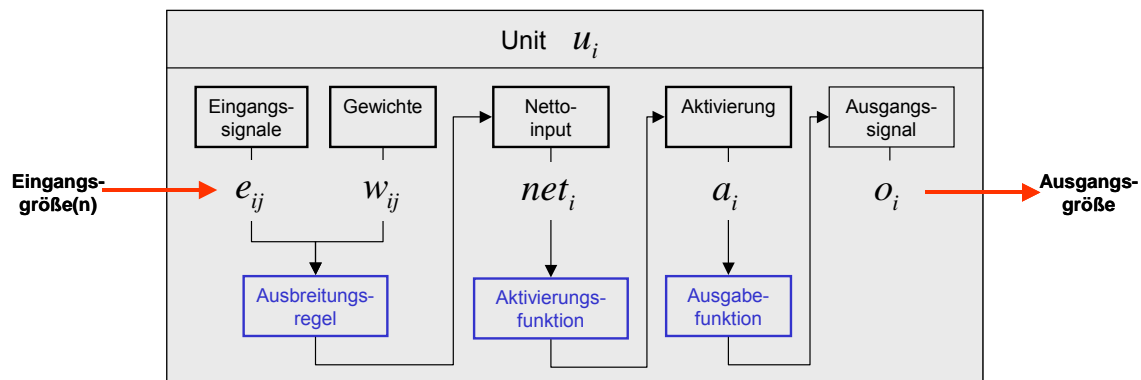


Abbildung 2-7 : Schema einer Verarbeitungseinheit

Aus diesen Eingangssignalen  $e_{ij}$  wird entsprechend den zugeordneten Gewichten  $w_{ij}$  und einer Ausbreitungsregel der Netto-Input  $net_i$  der Verarbeitungseinheit berechnet. Basierend auf diesem Wert wird anschließend über eine Aktivierungsfunktion die Aktivierung  $a_i$  berechnet. Diese Aktivierung wird dann anschließend unter Verwendung einer Ausgabefunktion in das Ausgangssignal  $o_i$  der Unit  $u_i$  transformiert.

Nach [72] werden drei verschiedene Typen von Units entsprechend ihrer Funktion definiert :

- Input-Units :
  - sind Verarbeitungseinheiten, die von der „Außenwelt“ Signale (Reize, Muster) empfangen können
- Output-Units :
  - Verarbeitungseinheiten, die Signale an die „Außenwelt“ wiedergeben

Hidden-Units : - Units, die weder Input- noch Output-Units sind. Sie besitzen hauptsächlich Verarbeitungs- und Verteilungsfunktionen.

Zur Festlegung der für die Berechnung des Ausgangssignales notwendigen Funktionen gibt es mehrere Ansätze, die jedoch alle im Wesentlichen auf den gleichen Grundlagen beruhen (z.B. [23], [60], [71], [72]).

#### Ausbreitungsregel :

Durch die Ausbreitungsregel wird die Weiterleitung der Signale in einem neuronalen Netz definiert.

Entsprechend der Abbildung 2-8, kann eine Unit  $u_i$  eine Menge von  $1 \dots n$  Eingangssignalen besitzen. Diese können entsprechend der jeweiligen Funktion der Unit innerhalb eines Netzes direkte Eingabegrößen sein oder aus den Ausgangssignalen anderer Einheiten bestehen.

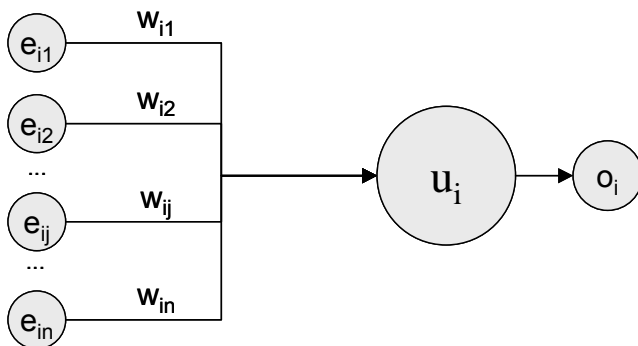


Abbildung 2-8 : Eingabegrößen einer Verarbeitungseinheit

Sehr häufig wird in der Praxis die folgende Beziehung verwendet:

$$net_i = \sum_j e_{ij} \cdot w_{ij}$$

Formel 2-7

#### Aktivierungsfunktion :

Nach [72] entfällt die Aktivierungsfunktion sehr häufig oder ist die identische Abbildung des Netto-Inputs. Aus diesem Grund wird in der Literatur sehr häufig eine Vermischung der Begriffe Aktivierungs- und der Ausgabefunktion vorgefunden.

In [71] wird der Begriff der Transferfunktion verwendet, um diejenige Funktion zu definieren, die aus dem kumulierten Input  $net_i$  den Ausgabewert berechnet.

Innerhalb der vorliegenden Arbeit wird konsequent der Begriff der Ausgabefunktion zur Funktionsbeschreibung verwendet und in den nachfolgenden Abschnitten näher erläutert.

Somit wird die folgende Aktivierungsfunktion definiert:

$$a_i = net_i$$

Formel 2-8

Sie entspricht dem Typ einer linearen Aktivierungsfunktion und wird in diesem speziellen Fall als Identität bezeichnet ([60]).



### Ausgabefunktion (Output-Funktion):

Nach [60] wird an die Ausgangsfunktion nur die Bedingung gestellt, dass sie monoton wachsend ist. Sie kann dabei auch streckenweise konstant sein. Es ist aber nicht zwingend erforderlich, dass die Ausgangsfunktion stetig oder differenzierbar ist.

Typische Ausgangsfunktionen stellen beispielsweise die Schwellenwertfunktion, die Rampenfunktion sowie stochastische Funktionen dar ([60]).

Die sigmoide (logistische, Sigma-) Funktion stellt eine der gängigen Ausgabefunktionen dar.

$$o_i(a_i) = \frac{1}{1 + e^{-net_i}} \quad \text{Formel 2-9}$$

Diese Kurve kann durch Einführung entsprechender Parameter in erwünschte Formen, Ausdehnungen und Lagen transformiert werden (Abbildung 2-9). Dafür lautet dann die Berechnungsvorschrift ([72]):

$$o_i(a_i) = \frac{\alpha}{(1 + \beta \cdot e^{-net_i + \gamma}) + \delta} \quad \text{Formel 2-10}$$

Die Wahl der vier Parameter hat beispielsweise Einfluss auf die programmtechnische Umsetzung entsprechend des Wertebereiches der Ausgabefunktion.

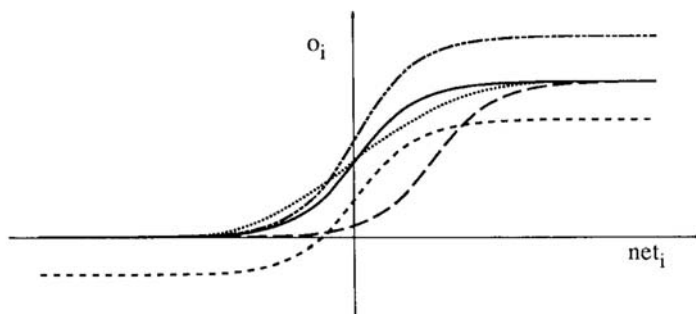


Abbildung 2-9 : Sigmoidfunktion ( entnommen aus[72] )

Wie zuvor erläutert wurde, stellen die Gewichte die Verbindungen in einem Netzwerk dar. In diesem Zusammenhang wird der Begriff des „Lernens“ definiert. Er begründet sich immer auf die systematische Veränderung der Gewichte von miteinander verbundenen Zellen eines Netzwerkes. Dabei wird der Ausgabevektor mit einem Lernziel verglichen und dient somit als Maß für die Änderung der Gewichte ([117]).

Im Fall, dass für jedes Eingabemuster während des Trainings ein Zielausgabemuster vorgegeben ist, wird vom überwachten Lernen gesprochen ([23]). Zu Beginn des Lernens werden die einzelnen Gewichte üblicherweise mit Zufallszahlen belegt und anschließend während des Trainings kontinuierlich angepasst.

Eine sehr häufig angewendete Methode zur Anpassung der Gewichte stellt die Backpropagation dar, die maßgeblich auf Arbeiten von *Rummelhart et al.* Beruhen. Sie verwendet eine Generalisierung der Delta-Regel.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde der sehr gebräuchliche Netztyp eines sogenannten Feed-Forward-Netzes verwendet, welches vom Backpropagationsverfahren verlangt wird.

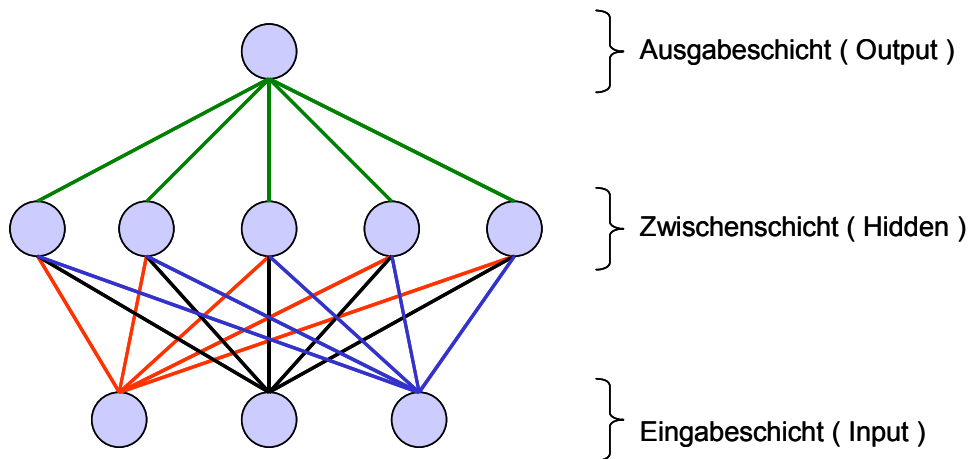


Abbildung 2-10 : Prinzipskizze eines Feed-Forward-Netztes

Das Netz besteht prinzipiell aus einer dreischichtigen Struktur, bestehend aus Eingabezellen (Input-Units), Zwischenzellen (Hidden-Units) und Ausgabezellen (Output-Units). Jede Unit einer Schicht ist mit jeder Unit der benachbarten Schichten verbunden (Abbildung 2-10). Dieser Netztyp wird auch als Backpropagationnetz bezeichnet ([117]). Die Richtung des Informationsflusses verläuft immer beginnend bei der Eingabeschicht, über die Zwischenschicht hin zur Ausgabeschicht.

Der Backpropagation – Algorithmus definiert zwei Netzdurchläufe (z.B. [23], [117]).

Der erste Durchlauf erfolgt von der Eingabeschicht zur Ausgabeschicht. Dabei werden die Eingabevektoren durch das Netz propagiert, um Ausgaben an der Ausgabeschicht zu berechnen.

Beim Rückwärtsdurchlauf wird ähnlich verfahren, jedoch werden die Fehlerwerte durch das Netz zurückpropagiert, um festzulegen, wie die Gewichte zu verändern sind. Somit überträgt jede Unit der Zwischenschicht im Vorwärtsdurchlauf eine Aktivierung an die Ausgabeschicht. Im Rückwärtsdurchlauf empfängt jede Einheit der Zwischenschicht Fehlersignale von jeder Einheit der Ausgabeschicht.

Die Netzwerkstruktur wird üblicherweise in Matrixform oder als gerichteter Graph dargestellt.

Dabei beschreibt das sogenannte Konnektivitätsmuster, wie die einzelnen Verarbeitungseinheiten miteinander verbunden sind. Diese Matrix  $W$  wird auch als Gewichtsmatrix bezeichnet und beinhaltet die einzelnen Gewichte  $w_{ij}$ , die von der Unit  $i$  zur Unit  $j$  führen. Es wird für jede Schicht eine eigene Matrix erstellt.

Der Backpropagation- Algorithmus lautet wie nachfolgend erläutert ([23]).

Alle für das Training zur Verfügung stehenden Ein- und Ausgabemuster werden nacheinander durchlaufen. Für jede Einheit in der Eingabeschicht wird die Eingabe im Eingabevektor abgelegt und als Ausgabe jeder Einheit wird deren Eingabe gesetzt.

Anschließend werden die Netzeingaben und –ausgaben für die erste Zwischenschicht berechnet.

$$net_j = w_0 + \sum_{i=1}^n x_{ij} w_{ij}$$

Formel 2-11

$$o_j = \frac{1}{1 + e^{-net_j}}$$

Formel 2-12

Dieser Schritt wird für alle eventuell vorhandenen nachfolgenden Zwischenschichten wiederholt.

Für die Einheiten der Ausgabeschicht wird ebenfalls die Netzeingabe und –ausgabe berechnet.

$$net_j = w_0 + \sum_{i=1}^n x_{ij} w_{ij}$$

Formel 2-13

$$o_j = \frac{1}{1 + e^{-net_j}}$$

Formel 2-14

Nun kann jetzt der Fehler für jede Ausgabeeinheit

$$\delta_j = (t_j - o_j) \cdot o_j \cdot (1 - o_j)$$

Formel 2-15

sowie nacheinander für sämtliche Zwischenschichten

$$\delta_k = o_j \cdot (1 - o_j) \cdot \sum_k \delta_k w_{kj}$$

Formel 2-16

berechnet werden.

Nachfolgend können die Gewichte jeder Einheit für alle Schichten aktualisiert werden.

$$\Delta w_{ij}(n+1) = \eta(\delta_j o_i) + \alpha \Delta w_{ij}(n)$$

Formel 2-17

Nachdem alle Muster durchlaufen wurden, erfolgt eine Prüfung auf Konvergenz, indem getestet wird, ob sich der Unterschied zwischen dem Ziel- und dem Ausgabemuster innerhalb eines festzulegenden Toleranzbereiches liegt. Bei ungenügender Übereinstimmung erfolgt ein weiterer Durchlauf durch sämtliche Trainingsmuster.

Diese iterative Vorgehensweise wird zusammenfassend in der Abbildung 2-11 grafisch dargestellt.

Weiterführende Informationen zu den internen Abläufen im kNN bzw. zu den Details des Lernalgorithmus der im Rahmen dieser Arbeit benutzten Software „NN-Tool 2000“ sind in [7] veröffentlicht worden.

Das breite Anwendungspotential von neuronalen Netzen speziell zur Regelung von verfahrenstechnischen Prozessen wurde in [8] aufgezeigt.

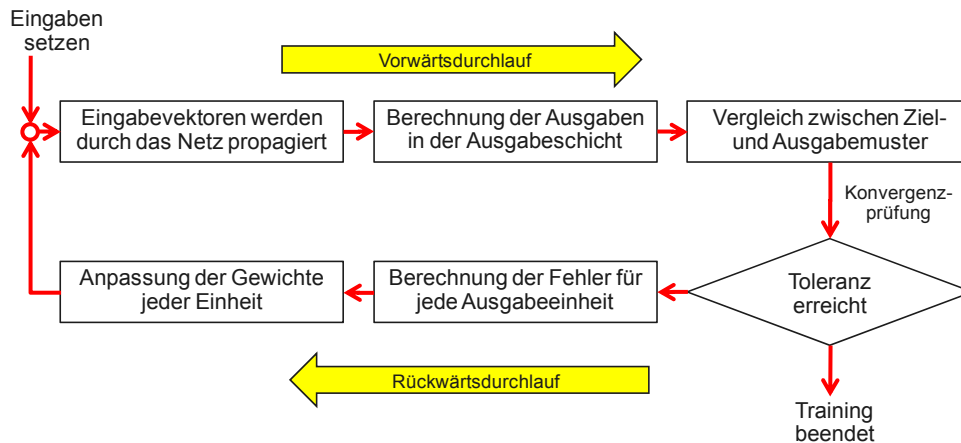


Abbildung 2-11: Ablaufplan des Back-Propagations-Verfahrens ([65])

## 2.3.2 Definition von Einflussgrößen als Eingangsparameter des künstlichen neuronalen Netzes

### Lageparameter der betrachteten Kornklasse

Wie in Abschnitt 2.1 zusammengefasst wurde, hängen Partikelbildungsprozesse wesentlich vom Vorhandensein kleinerer und/oder größerer Partikel ab. Bei einem hohen Anteil an deutlich feineren Teilchen bezogen auf die betrachtete Kornklasse werden Kornanlagerungsprozesse unter Umständen viel stärker auftreten als bei einem Überangebot von gröberen Teilchen bzw. bei Nichtvorhandensein kleinerer Teilchen.

Zur Berücksichtigung der oben genannten Faktoren wird die Korngrößenverteilung eines Zeitpunktes in einzelne Teilverteilungen zerlegt. Dabei bildet die betrachtete Kornklasse den Grenzpunkt für die Zerlegung. Die Kornklassen unterhalb der betrachteten Klasse bilden die Unterkornverteilung, die größeren Klassen bilden die Überkornverteilung. Die jeweils betrachtete Kornklasse besitzt selbst keine Verteilung.

Die Abbildung 2-12 stellt in einem Beispiel die Zerlegung einer auf die Klassenbreite bezogene Volumendichteverteilung schematisch dar. Aus dem Gesamtkornband werden entsprechend der betrachteten Kornklasse zwei neue Teilverteilungen berechnet. Diese Zerlegung wird für jede Kornklasse des gesamten Kornspektrums durchgeführt. Ausnahmen bilden die erste und die letzte Kornklasse. Diese werden nicht betrachtet, da keine Über- und Unterkornklassen definiert werden können. Als Resultate steht für jede betrachtete Kornklasse eine zugeordnete Unterkorn- und Überkornverteilung zur Verfügung.

Wie in der Abbildung 2-12 erkennbar ist, kann eine Gesamtverteilung und/oder eine Teilverteilung mehrere Wendepunkte besitzen. Um steigende Funktionen ohne Extremstellen zu erzeugen, werden kumulative Verteilungen (Summenverteilungen) angewendet.

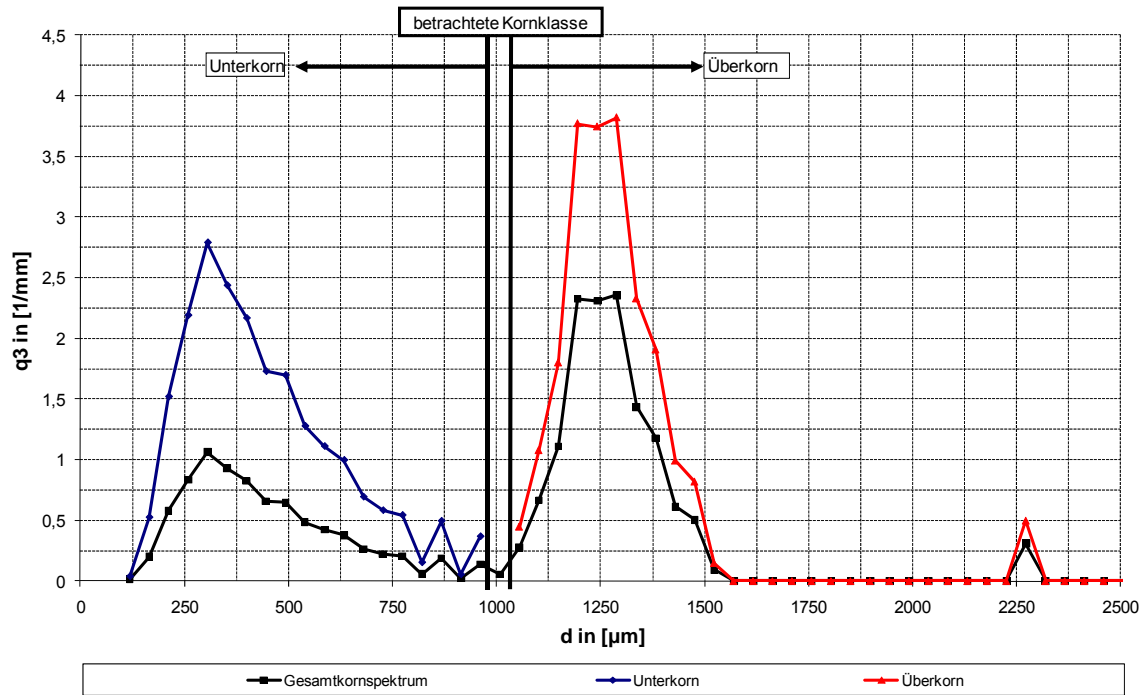


Abbildung 2-12 : Zerlegung der Dichteverteilung

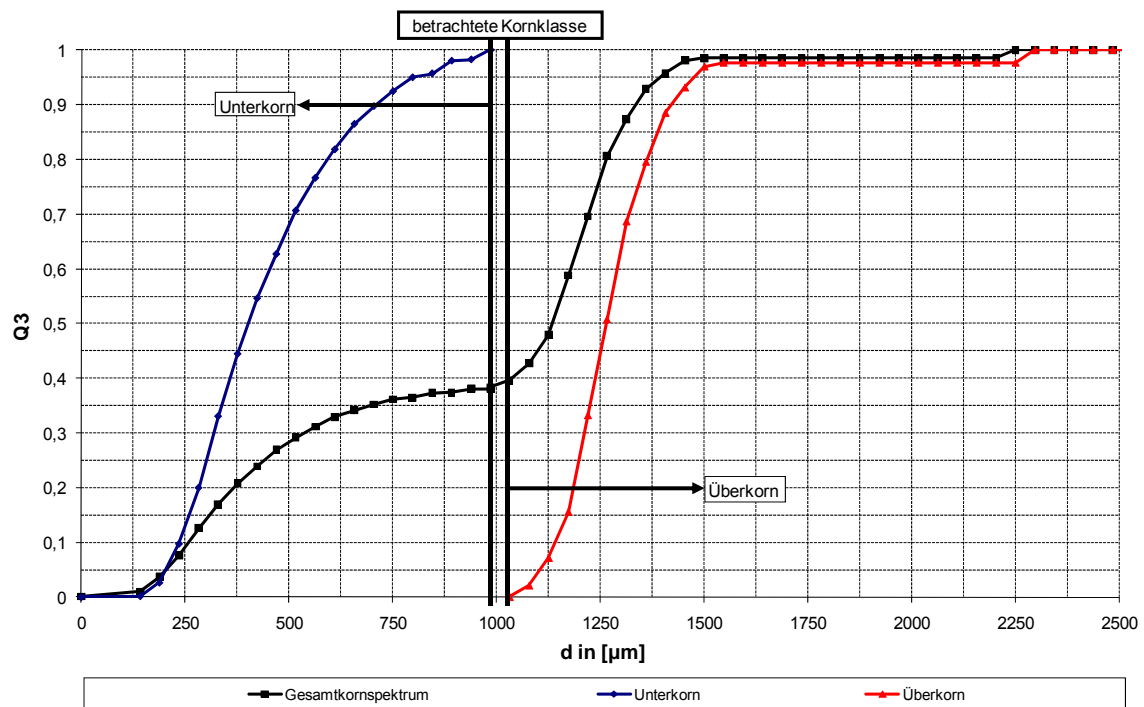


Abbildung 2-13 : Zerlegung der Summenverteilung

Die Abbildung 2-13 stellt die Ergebnisse der Transformation der Volumendichteverteilungen in Volumensummenverteilungen dar. Diese Strategie kann wiederum für sämtliche Kornklassen bis auf die erste und letzte verfolgt werden. Für die erste und die letzte Kornklasse sind spezielle Definitionen notwendig, da keine Verteilungen mehr existieren.

Korngrößenverteilungen können mittels der üblichen Kennwerte der Statistik beschrieben werden. Dazu werden Lage- und Streuungsmaße jeweils für die Unterkorn- und die Überkornverteilungen berechnet. Im Rahmen dieser Arbeit wird der Medianwert als Lageparameter verwendet.

Durch diesen Parameter soll repräsentiert werden, welche Korngröße die Unter- und Überkornanteile einer betrachteten Kornfraktion besitzt. Wenn sich dieser Wert für die Unterkornverteilung signifikant von der betrachteten Korngröße unterscheidet, kann beispielsweise davon ausgegangen werden, dass bei zur Kornanlagerung (Agglomeration, Snowballing) neigenden Stoffsystemen für die betrachtete Korngröße hohe Wachstumsraten auftreten könnten.

Dem Medianwert als Lageparameter wird eine Referenzkorngröße zugeordnet. Hierzu wird der mittlere Durchmesser der betrachteten Kornklasse verwendet.

Auf diese Art und Weise können Korngrößenänderungen von einzelnen Proben zu definierten Prozesszeiten hinreichend beschrieben werden. Darüber hinaus kann die Aussagefähigkeit von Analysen der Granulationskinetik erhöht werden, wenn zusätzliche Lageparameter mit einbezogen werden. Im Rahmen dieser Arbeit wird dafür die Verteilungsbreite (zahlenwertmäßig ausgedrückt durch die Imperfektion) genutzt.

### **Spezifische Sprührate**

In der Regel sind Granulations- oder Agglomerationsprozesse mit einem Flüssigkeitseintrag durch Eindüsung verbunden. Diese Flüssigkeitszuführung erfolgt unter Verwendung von ein oder mehreren Sprühdüsen. Durch den Sprühvorgang selbst und durch die Partikelbewegungen im Wirbelbett bildet sich eine Bedüsungszone, die durch einen erhöhten Flüssigkeitsgehalt im Vergleich zur restlichen Wirbelschichtmasse gekennzeichnet ist.

In der Literatur werden eine Reihe von Berechnungsansätzen und –modellen erläutert, die sich mit der lokalen Verteilung von Prozessgrößen im Bedüsungsbereich sowie in den umgebenden Bereichen der Wirbelschicht befassen. Beispielsweise sind an dieser Stelle [45], [56], [87] zu nennen.

Umfangreiche Betrachtungen zur Flüssigkeitseindüsung erarbeitete *Henneberg* ([56]) durch umfangreiche Messungen und Vergleiche mit numerischen Simulationen. Schwerpunkt bildeten die Einflüsse von verschiedenartigen Sprühdüsen sowie deren Anzahl und Anordnung im Apparat. Hierbei wurden sehr aussagefähige Resultate für Temperatur- und Feuchtefelder gewonnen.

Im Fall der Flüssigkeitseindüsung von unten direkt in die Flüssigkeit hinein ist eine Vorabschätzung der Größe der Eindüsungszone nur sehr schwer möglich. Dabei sind insbesondere die Düsenposition und die Ausdehnung der umgebenden Wirbelschicht zu berücksichtigen.

Im Rahmen dieser Arbeit besteht nicht das Ziel, die Bedüsungsverhältnisse exakt im Detail zu modellieren. Es wird der Ansatz verfolgt, mittlere Parameter zu definieren.

In Abbildung 2-14 sind die prinzipiellen Gegebenheiten schematisch dargestellt, wie sie in industriellen Wirbelschichtanlagen vorliegen können. Der linke Teil der Abbildung zeigt eine Anwendung mit relativ geringerer Schichthöhe. Demgegenüber liegt im rechten Teil eine große Schichthöhe vor.

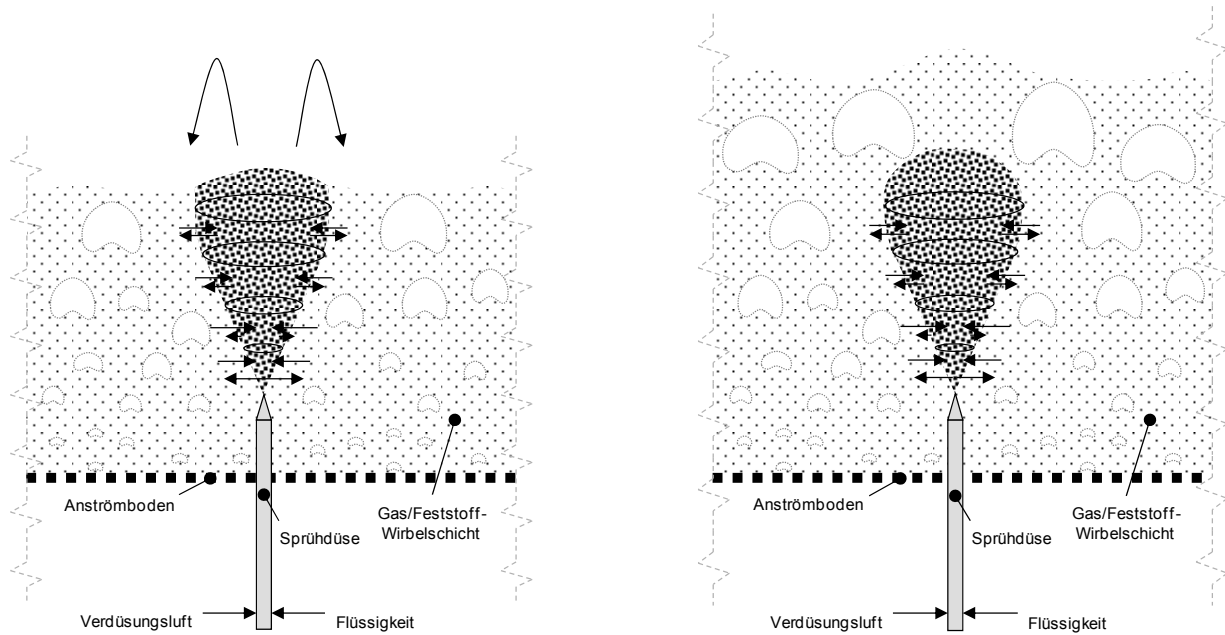


Abbildung 2-14: Ausbildung der Bedüsungszone bei Eindüsung von unten

Der Fall links im Bild beinhaltet die Ausbildung einer Bedüsungszone, die mit einer Strahlzone von Strahlschichtapparaten vergleichbar ist. Derartige Eindüsungsvorgänge sind für eine spezielle Apparatebauform von *Becher* ([12]) ausführlich theoretisch und praktisch untersucht worden.

Zur Beschreibung des Flüssigkeitseintrages in Sprühzonen wird sehr häufig in Zusammenhang mit Analysen zur Benetzung und Keimbildung bei Agglomerations- und Granulationsprozessen eine dimensionslose Sprührate (engl. dimensionless spray flux) definiert ([85]). Dazu wird eine stark vereinfachte Modellvorstellung gemäß Abbildung 2-15 herangezogen.

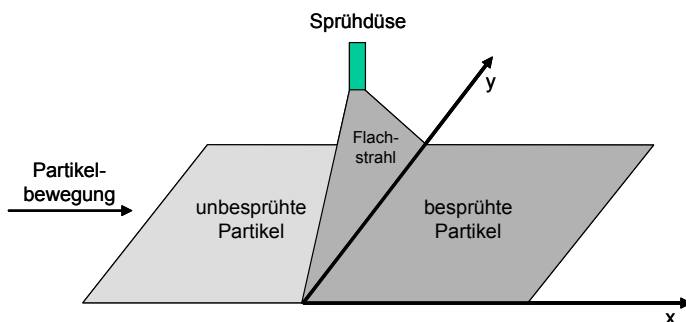


Abbildung 2-15: Definition der dimensionslosen Sprührate (nach [85])

In der Literatur (z.B. [85]) wurden Berechnungsvorschriften für den Fall der Eindüsung von Flüssigkeiten von oben auf die Wirbelschicht („Top-Spray“-Verfahren) veröffentlicht. Bei deren Anwendung besteht jedoch in der Praxis oft die Schwierigkeit, die erforderlichen Parameter festzulegen.

Aus diesem Grunde wird bei den nachfolgenden Betrachtungen eine vereinfachte (integrale) Größe definiert.

Gemäß der Modellannahme, dass über das Sprühsystem Flüssigkeit auf die Partikeloberfläche aufgetragen wird, wird als Bezugsgröße für die spezifische Sprührate die in der Wirbelschicht enthaltene Partikeloberfläche festgelegt.

Diese spezifische Größe entspricht einer mittleren Partikelbenetzung und kann somit mit den Modellierungsansätzen nach dem Benetzungsgradmodell von *Mörl* ([90]) und *Heinrich* ([45]) zusammengeführt werden.

Ein Abscheidegrad wurde nicht berücksichtigt, so dass von einem vollständigen Aufziehen der Flüssigkeit auf den Partikeln ausgegangen wird.

Die spezifische Sprührate wird wie folgt definiert:

$$\dot{m}_{AF} = \frac{\dot{m}_{Düse}}{A_p}$$

Formel 2-18

Zur Berechnung dieses Parameters wird derart vorgegangen, dass die zu einem beliebigen Zeitpunkt im Apparat enthaltene Wirbelschichtmasse aus einer Massenbilanz berechnet wird. Bei bekannter Korngrößenverteilung im Apparat kann die gesamte Wirbelschichtoberfläche ausgerechnet werden. Anschließend wird die Gesamtsprühmenge auf diese Partikeloberfläche bezogen.

### Verdüngungsdruck

Bei sämtlichen Experimenten im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde mit Zweistoffdüsen gearbeitet. Dabei wird die einzutragende Flüssigkeit von einem Verdüsungsgas, im vorliegenden Fall Druckluft bei Raumtemperatur, zerstäubt. Die dabei verwendete Gasmenge wird bei vorgegebener Düsengeometrie durch den Sprühdruk der Düsen eingestellt. In der Abbildung 2-16 wurde der prinzipielle Aufbau der verwendeten Zweistoffdüse dargestellt. Hierbei handelt es sich um eine Ausführung mit Außenmischung, d.h. die Flüssigkeit kommt mit der Verdüsungsluft außerhalb der Düsengeometrie in Kontakt.

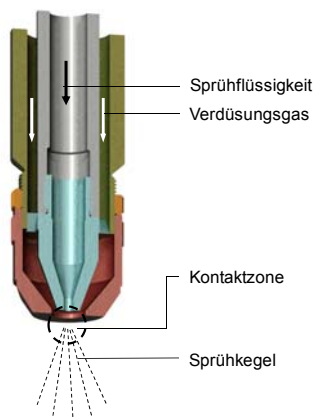


Abbildung 2-16: Ausbau einer Zweistoffdüse mit Außenmischung (Hersteller: Fa.Schlick)

Das Verhältnis aus Verdüsungsgasmenge und Flüssigkeitsmenge bestimmt das Tropfenspektrum der Düse.

Um direkt messbare Größen zu verwenden, wird für die folgenden Betrachtungen der Druck der Verdüngungsdruckluft als Parameter verwendet. Diese Vorgehensweise ist nur bei Verwendung einer konstanten Düsengröße und Düsenbauform bei allen ausgewerteten Tests anzuwenden. Im allgemeinen Fall, bei den unterschiedliche Düsentypen und –größen benutzt und verglichen werden, sollte das Tropfenspektrum sowie Tropfengeschwindigkeit als Parameter untersucht werden.



## Mittlere Temperatur der Wirbelschicht

Das Trocknungsverhalten und die Benetzungseigenschaften des Flüssigkeitsfilmes auf den Partikeloberflächen hängen stark von den thermischen Bedingungen ab.

Aus diesem Grund wird die mittlere Schichttemperatur als ein Eingangsparameter gewählt. Sie entspricht einer Mischtemperatur und widerspiegelt nicht die reine Partikel- oder Flüssigkeitsfilm- oder Gastemperatur. Sie stellt jedoch einen anschaulichen und in der Anwendungstechnik üblichen Parameter für die Granulationsbedingungen dar.

Bei Sprühgranulationsprozessen beeinflusst die Temperatur häufig auch die Entstehung von Feinpartikeln aus dem Sprühnebel, wenn die Tropfen beispielsweise vor dem Kontakt mit Partikeln abgetrocknet sind und nicht mehr oder unzureichend haften.

Das Abscheideverhalten von Flüssigkeitstropfen in Wirbelschichten wurde zum Beispiel von *Becher* [12] untersucht.

## Imperfektion

Die Imperfektion eignet sich als Maß für die Breite einer Korngrößenverteilung. Sie bezieht die (wesentliche) Breite einer Verteilung auf ihren Mittelwert [127]. Zur Einschränkung der (wesentlichen) Breite der Verteilung können verschiedene Quantilwerte verwendet werden. Im vorliegenden Fall sind es die Werte bei 25% und 75%, also die unteren und oberen Quartile. Der Mittelwert entspricht dem Medianwert. Die Reduzierung auf den Bereich von 25 bis 75% soll Messungengenauigkeiten unterdrücken.

Als Eingangsparameter werden die Verteilungsbreiten sowohl der jeweils vorliegenden Unter- und Überkornverteilungen für die betrachtete Größenklasse berücksichtigt.

Die Imperfektion wird in diesem Fall definiert als:

$$I_{75/25} = \frac{1}{2} \cdot \frac{d_{75} - d_{25}}{d_{50}}$$

Formel 2-19

Bei der Auswertung dieser Kennzahl sollen Aussagen dazu getroffen werden, ob sich das Wachstumsverhalten einer betrachteten Kornklasse ändert, wenn unterschiedliche Unter- und Überkornverteilungsbreiten im Apparat vorliegen.

### 2.3.3 Definition der Produkteigenschaften als Ausgangsparameter des künstlichen neuronalen Netzes

#### Mittlerer Partikeldurchmesser

Unter Verwendung eines mittleren Partikeldurchmessers lassen sich Partikelhaufwerke anschaulich beschreiben. In der Praxis werden eine Reihe von Mittelwertdefinitionen verwendet (arithmetischer Mittelwert usw.). Für die Anwendung in der Wirbelschichttechnik findet der Sauterdurchmesser  $d_{32}$  als Mittelwert für modellhafte Betrachtungen allgemeine Anwendung. Er stellt den hinsichtlich Volumen und Oberfläche gleichwertigen Kugeldurchmesser dar [127].

Er ist wie folgt definiert [86]:

$$d_{32} = \frac{M_{3,0}}{M_{2,0}} = \frac{\sum_{x_{\min}}^{x_{\max}} \bar{x}_i^3 \cdot \Delta Q_0(x_i)}{\sum_{x_{\min}}^{x_{\max}} \bar{x}_i^2 \cdot \Delta Q_0(x_i)}$$

Formel 2-20

## Wachstumsrate

Wie unter Abschnitt 2.2 dargestellt wurde lassen sich Korngrößenänderungen sehr übersichtlich durch Änderungen der Summenverteilung in Abhängigkeit der Zeit beschreiben.

Basierend auf dieser Aussage wird eine Verschiebungsgeschwindigkeit für die Korngrößenverteilung definiert. Diese Geschwindigkeit entspricht einer Wachstumsrate, wobei negatives Wachstum einer Verringerung der Partikelmenge in dieser Kornklasse entspricht und umgekehrt. Diese Rate ist zeit- und korngrößenabhängig definiert worden.

$$u_d(d, t) = \frac{\Delta x(d, t)}{\Delta t}$$

Formel 2-21

$$u_d(d, t_n) = \frac{Q_3(d, t_n) - Q_3(d, t_{n-1})}{t_n - t_{n-1}}$$

Formel 2-22

Um Änderungen über das gesamte Korngrößenspektrum hinweg zu beschreiben, sind die jeweiligen Wachstumsraten sämtlicher Kornklassen notwendig. Dabei werden nur diejenigen Kornklassen betrachtet, die real im Partikelkollektiv vorhanden sind. Dies bedeutet, dass für jeden Zeitpunkt jeweils die Durchmesser des kleinsten und des größten Teilchens ermittelt werden muss. Anderenfalls vergrößert sich der Datenbestand und Abhängigkeiten werden verzerrt (bzw. statistische über- oder unterbewertet) dargestellt.

## Imperfektion

Wie im Kapitel 2.3.2 erläutert, ist die Imperfektion ein Maß für die Verteilungsbreite. Bei der Versuchsauswertung soll herausgearbeitet werden, ob die erzeugte Partikelgrößenverteilung in Abhängigkeit von den vorliegenden Prozessbedingungen breiter oder enger wird. Da qualitative Aussagen getroffen werden sollen, wird die betrachtete Verteilungsbreite ausgeweitet auf die 10% und 90% Quantilwerte des Kornbandspektrums.

Zu weiteren Auswertung wird sie definiert als:

$$I_{90/10} = \frac{1}{2} \cdot \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}$$

Formel 2-23

## 2.3.4 Datenvorverarbeitung

Für die statistische Analyse sind in der Regel aufwendige Vorverarbeitungsschritte notwendig. Dies liegt darin begründet, dass üblicherweise eine sehr große Anzahl von

Informationen (Messwerte) während des Betriebes von Anlagen datentechnisch erfasst wird. Besonders durch den Einsatz von automatischen Messwernerfassungssystemen oder auch durch SPS-Anlagensteuerungen moderner Wirbelschichtanlagen fallen sehr große Datenbestände an. Demgegenüber werden Produkteigenschaften wie beispielsweise Korngrößenverteilungen, Schüttdichten oder Granulatfeuchten nur in mehr oder weniger großen Zeitabständen bestimmt, da die Analytik sehr aufwendig ist und Personal erfordert. Die Inline-Erfassung von Produkteigenschaften findet zwar in den letzten Jahren zunehmende Beachtung, hat sich aber in der industriellen Praxis noch nicht durchgesetzt.

Die Diskrepanzen zwischen Menge und Qualität von Prozess- und Qualitätsdaten wurden unter anderem in [20] und [82] anschaulich beschrieben. In [20] wurde von den Autoren eine Systematik dargestellt, um Einflussgrößen in einem Produktionsprozess herauszufiltern. Dabei wurde ein strukturierter Ansatz verfolgt, der ohne die Nutzung von praktischen Erfahrungen auskommt oder andere Wissensquellen nicht unmittelbar berücksichtigt Abbildung 2-17.

Im Gegensatz dazu wird in der vorliegenden Arbeit der Ansatz verfolgt, dass vorhandenes Wissen über Gesetzmäßigkeiten und mögliche Einflussfaktoren mit in die Analyse eingebracht wird. Somit verringert sich die Komplexität der statistischen Analyse und Analyseverfahren wie beispielsweise das Data – Mining müssen nicht vorrangig zum Filtern von den Prozess signifikant beschreibenden Einflüssen benutzt werden.

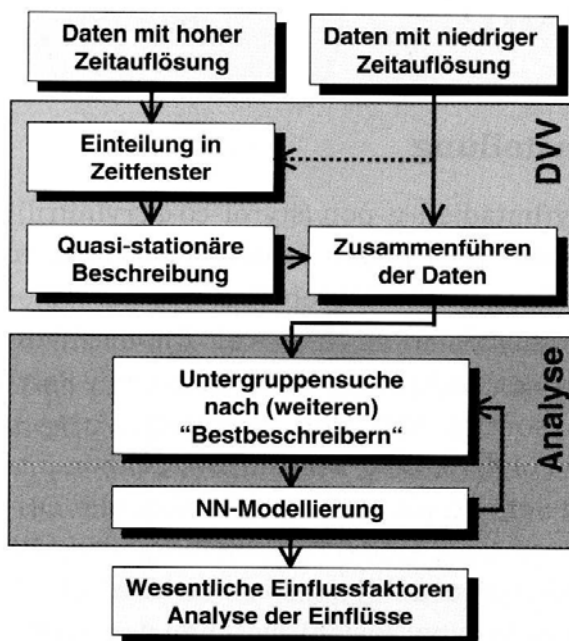


Abbildung 2-17 : Prozessdatenanalyse mittels Data-Mining nach [20]

Während der Versuchsdurchführung wurden der zeitliche Ablauf der einzelnen Versuche und die Prozessparameter erfasst. Parallel dazu wurden zu vorher definierten Zeitpunkten Produktproben entnommen und analysiert, um die (deren Eigenschaften) Produkteigenschaften zu bestimmen. Somit bildeten Prozessdaten den Ausgangspunkt für die in der Abbildung 2-18 skizzierten weiteren Schritte.

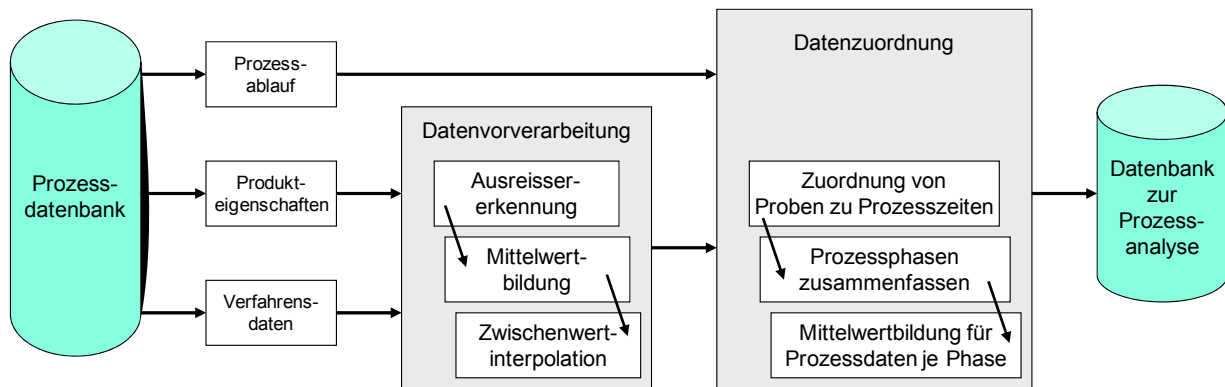


Abbildung 2-18 : Datenvorverarbeitung für die Prozessanalyse

In ersten Verarbeitungsschritten werden die einzelnen Messwerte auf Ausreißer untersucht. Ausreißer entstehen beispielsweise durch fehlerhafte Messaufnehmer oder durch unzulässige und nicht erwünschte Wechselwirkungen von Prozess und Messaufnehmer. Eine andere Situation liegt vor, wenn die Datenaufzeichnung die gesamte Versuchsdauer einschließlich der Inbetrieb- und Außerbetriebsetzungsphasen mit einschließt. In diesem Fall müssen Übergangszustände aus dem Datenbestand entfernt werden, was aber sehr aufwendig ist. Einen alternativen Weg stellt die Verwendung von statistischen Kennziffern dar. Die während der Versuchsdurchführung erfassten Prozessgrößen liegen dabei in einer beliebigen Verteilung (Streuung) vor und es können beispielsweise Mittelwerte oder kumulative Kennziffern, wie Quartile berechnet werden. Bei ausreichend langer Versuchsdauer stellen dann Medianwerte bzw. 75% und 25%-Quartile repräsentative Größen zur Beschreibung des Prozesszustandes dar. Es ist dabei erforderlich, dass ausreichend viele Messwerte aufgenommen werden und die Übergangszustände im Vergleich zu stabilen von kurzer Dauer sind.

Im Rahmen dieser Arbeit werden für die Verfahrensdaten (z.B. Temperatur, Massenstrom, Gasvolumenströme) die folgenden statistischen Kenngrößen zur Zustandsbeschreibung verwendet:

- Medianwert ( 50%-Quartil ),
- oberes Quartil ( 75%-Quartil ) und
- unteres Quartil ( 25%-Quartil ).

Dies gilt weiterhin auch für die Ermittlung von Parametern über die gesamte Versuchsdauer.

Hinsichtlich der Kenngrößen von Produkteigenschaften wird analog verfahren. So ist beispielsweise die Bestimmung der Korngrößenverteilung einer Granulatprobe stets mit Fehlern verbunden. Auch hier wird die Mittelwertbildung benutzt, um mehrere Messungen der Korngrößenverteilung für eine Probe zusammenzufassen.

Einen weiteren Schwerpunkt innerhalb der Datenvorverarbeitung stellt die Zwischenwertinterpolation dar. Innerhalb dieser Arbeit wird darunter die Erhöhung der Anzahl von Datensätzen verstanden. Einige der folgenden Analyseschritte erfordern relativ hohe Anzahlen von Datensätzen. Praktisch liefern jedoch die meisten Messgeräte beispielsweise Korngrößenverteilungen mit einer bestimmten Anzahl von Wertepaaren ( z.B. Kornklasse –  $q_3$  ). Um mit einer höheren Auflösung analysieren zu können wird eine hohe Anzahl von Datenpaaren ( z.B. Durchmesser –  $q_3$  ) benötigt. Um diese Datensätze zu gewinnen können Interpolationsverfahren genutzt werden, wie nachfolgend anhand eines Fallbeispiels erläutert werden soll.

Bei der Zerlegung einer beliebigen Korngrößenverteilung in eine Unterkornverteilung und in eine Überkornverteilung kommt dem Analyseverfahren hinsichtlich der Klassenbreite und dem Messbereich eine große Bedeutung zu. Die Größenverteilung wird als Ergebnis der Messung durch einzelne Messpunkte abgebildet, die als Stützstellen einer stetigen Funktion fungieren. Zur detaillierteren Auswertung des Kurvenverlaufes können durch Interpolationsverfahren eine größere Anzahl von Wertepaaren berechnet werden.

In der Abbildung 2-19 wurde ein interpolierter Kurvenverlauf für eine Granulatprobe beispielhaft dargestellt. Die Berechnung der Zwischenwerte erfolgte mittels kubischer Hermitescher Interpolation. Die Hermitesche Interpolation bestimmt ein Polynom, das an den Stützstellen sowohl in den Funktionswerten als auch in den ersten Ableitungen übereinstimmt [30].

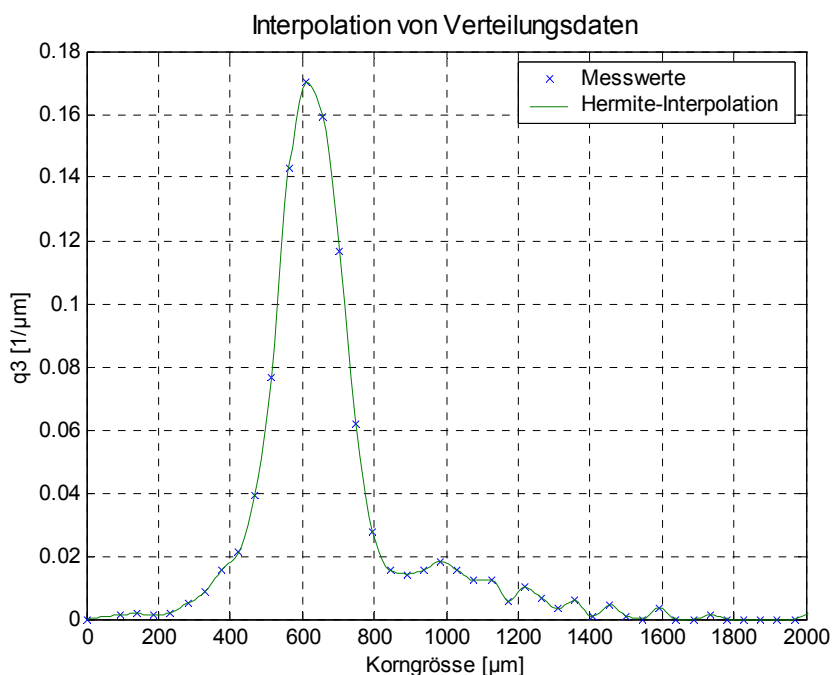


Abbildung 2-19 : Interpolation von Verteilungsdaten

Zwischenwertinterpolationen sind in der Regel für Verfahrensparameter wie z.B. Temperaturen nicht erforderlich, da diese üblicherweise in einer deutlich höheren Zeitaufösung vorliegen.

Insbesondere bei der Analyse der Wachstumskinetik, d.h. bei der zeitabhängigen Analyse von Kornverteilungsänderungen ist die genaue Kenntnis der Verfahrensparameter während der Übergangsphase zwischen zwei gemessenen Korngrößenverteilungen notwendig. Deshalb werden Prozessphasen definiert, die zu einem definierten Zeitpunkt beginnen und zu einem weiteren definierten Zeitpunkt beendet sind. Diese Zeitpunkte werden so festgelegt, dass sie mit den Zeitpunkten von Probenahmen zusammenfallen und somit Produktkenngößen vorliegen (siehe Abbildung 2-20). Innerhalb von Prozessphasen werden wiederum aus den Einzelmesswerten zeitabhängiger (schwankender) Größen (arithmetische) Mittelwerte berechnet, um die jeweilige Übergangsphase zu charakterisieren.

Neben den Produkteigenschaften, die durch Analyse einzelner Proben gewonnen werden und den Prozessbedingungen des dazugehörigen Zeitpunktes ist es auch notwendig, die Änderungen der Produkteigenschaften über den gesamten Versuchszeitraum zu betrachten.

Beispielsweise muss bei der Analyse der zeitlichen Änderung von Korngrößenverteilungen betrachtet werden, wie sich die  $q_3$ -Werte für einzelne Korngrößen während des Versuches ändern. Dazu werden die kumulativen  $Q_3$ -Verteilungen der einzelnen Proben ausgewertet.

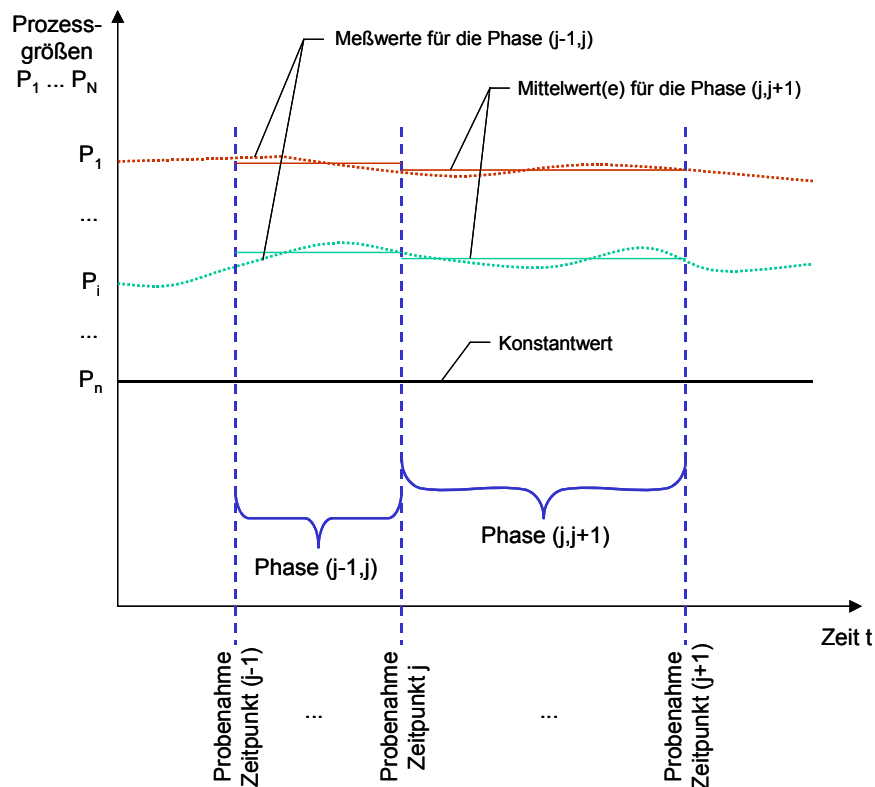


Abbildung 2-20 : Bestimmung von Prozessphasen

In Abbildung 2-21 werden beispielhaft zeitliche Verläufe von  $q_3$ -Daten jeweils für verschiedene Korndurchmesser als Parameter dargestellt. In der Abbildung ist erkennbar, dass sich die Kurvenverläufe in Abhängigkeit vom Korndurchmesser voneinander unterscheiden. Weiterhin sind aber auch Schwankungen sichtbar. Beispielsweise sind Schwankungen und sprunghafte Änderungen anzutreffen. Da es sich bei Wirbelschichtprozessen in der Regel um Langzeitprozesse handelt, sind sprunghafte Änderungen als unwahrscheinlich zu betrachten. Insbesondere bei chargenweise oder kontinuierlich ablaufenden Versuchen, die ohne unetliche Zugabe oder Entnahme von Teilchen ablaufen, sind derartige Kurvenverläufe bei der Analyse speziell zu betrachten.

Um diese Effekte zu beherrschen, werden die einzelnen Kurvenverläufe für jede betrachtete Kornklasse geglättet. Die grundsätzliche Methodik wurde in [63] für das Beispiel der Analyse von Wachstumsraten dargestellt.

Als Ergebnis der Datenvorverarbeitung steht eine Datenbank zur Verfügung, die Datensätze über die Änderung der Korngrößenverteilung in Abhängigkeit von Prozessgrößen (Prozesszuständen) enthält. Diese Datenbank wird in einem weiteren Verarbeitungsschritt zur Analyse der Agglomerations- und Granulationskinetik benötigt.

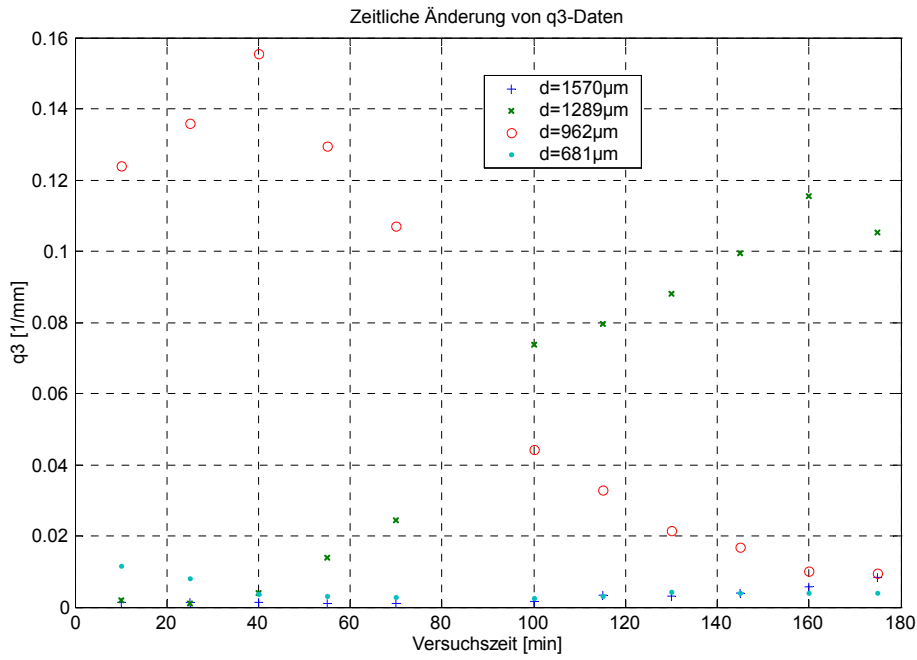


Abbildung 2-21 :zeitlicher Verlauf von  $q_3$ -Daten

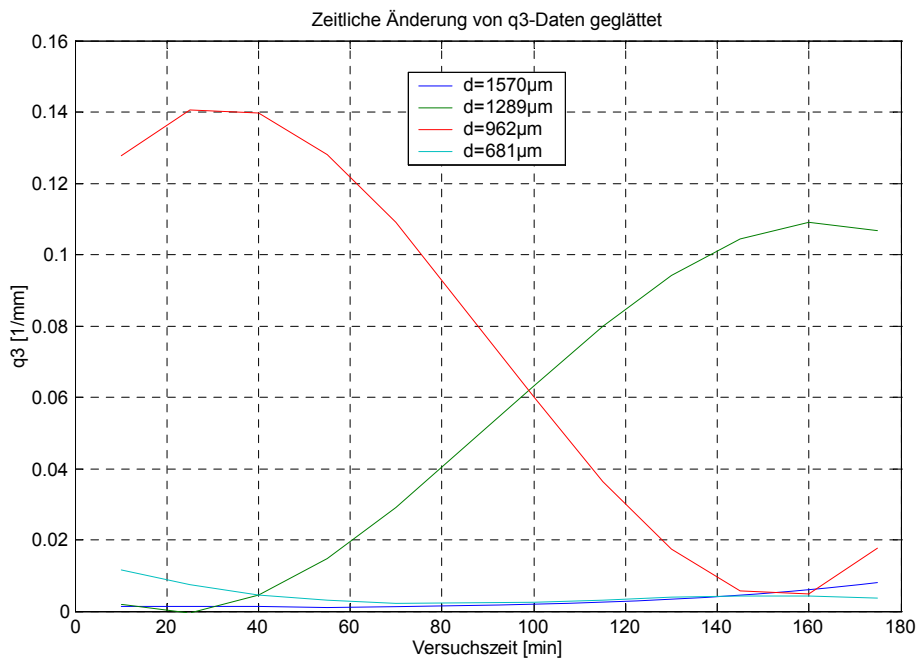


Abbildung 2-22 : zeitlicher Verlauf geglätteter  $q_3$ -Daten

### 2.3.5 Training der künstlichen neuronalen Netzwerkes

Um das künstliche neuronale Netz (kNN) zu „trainieren“ sind Datensätze notwendig. Diese werden aus den Versuchsdaten gewonnen. Ausgangspunkt bildet die Datenbank, die entsprechend den zuvor erläuterten Eingangs- und Ausgangsdaten in der Datenvorverarbeitung erstellt wurde. Die gesamte Datenmenge wird in ein Trainingsdaten-Set und Testdaten-Set aufgliedert. Mit der Menge der Testdaten wird das kNN trainiert. Die Testdaten werden verwendet, um die Resultate des kNN zu verifizieren.

Die Datenbank wird automatisch erstellt. Dazu bilden mehrere Excel-Blätter die Grundlage. Diese Blätter enthalten sämtliche Daten, die einer Probe zuzuordnen sind, einschließlich der  $q_3$ -Verteilung. Aus dieser Eingabetabelle werden anschließend verschiedenen Datendateien generiert, die wiederum in das Softwarepaket „MATLAB“ (Hersteller: The MathWorks, Inc.) importiert werden. In „MATLAB“ selbst erfolgen die statistischen Betrachtungen und die Berechnung der oben genannten Kenngrößen. Diese Parameter und Eigenschaften werden in Matrixform aufbereitet und als Datei exportiert (Excel-Format). Diese wiederum wird in das Programm „NN-Tool 2000“ (Hersteller: Bärmann Software, Düsseldorf) importiert. „NN-Tool 2000“ ist eine spezielle Software zur Erzeugung von künstlichen neuronalen Netzwerken ausgehend von existierenden Datensätzen und beinhaltet weiterhin verschiedene Analysemethoden.

## 2.4 Experimentelle Untersuchungen

Im Rahmen dieser Arbeit bestand das Ziel, Granulations- und Agglomerationsprozesse systematisch zu untersuchen. In den folgenden Abschnitten werden die verwendeten Versuchsanlagen erläutert und die Versuchsparameter dargestellt.

Schwerpunkte der Prozessanalyse sollen Aussagen zur zeitlichen Änderung der Korngrößenverteilung im Apparat in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen bilden.

Dazu wurde angestrebt, möglichst praxisnahe Untersuchungen durchzuführen. Dies beinhaltet unter anderem, dass vor allem reale Stoffsysteme anstelle von Modellsystemen herangezogen wurden. Diese Stoffe verhalten sich hinsichtlich der Partikelbildung und des Wachstumsverhaltens uneinheitlich. Es gibt also keine strikte Trennung von Agglomerations- und Granulationsuntersuchungen und es treten jederzeit beide Prinzipien während des Prozesses auf.

### 2.4.1 Stoffsystem und Partikelgrößenmessung

#### Verwendetes Stoffsystem

Für die experimentellen Untersuchungen zur Wirbelschicht-Sprühgranulation wurde die organische Modellschubstanz „Natriumbenzoat“ (Hersteller: DSM/NL) verwendet. Dieser Stoff eignet sich sehr gut für derartige Untersuchungen, da mit ihm Granulationsversuche bei unterschiedlichen Prozessbedingungen durchgeführt werden können und sich das Kornwachstumsverhalten dabei stark verändert. Somit unterscheidet er sich von anderen klassischen Modellschubstanzen. Weiterhin findet dieser Verfahrensschritt bereits großtechnische Anwendung und die vorliegende Arbeit ihren praktischen industriellen Bezug.

In der Abbildung 2-23 wird die charakteristische Granulatstruktur dargestellt.



Abbildung 2-23: Granulatprobe



Es ist erkennbar, dass es sich bei dem hier betrachteten Sprühgranulationsprozess nicht um einen idealen schalenweisen Partikelaufbau gemäß des Grundprinzips nach Abbildung 2-24 handelt.

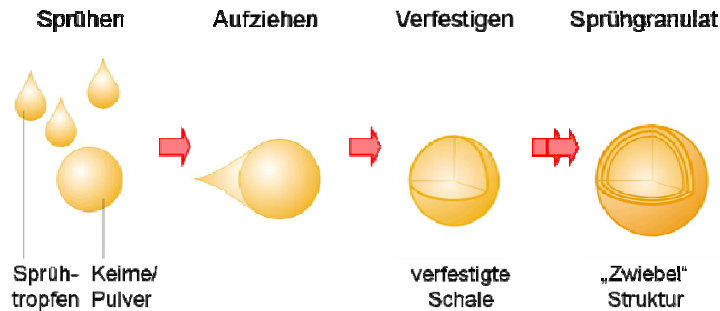


Abbildung 2-24: Partikelbau eines idealisierten Sprühgranulationsprozesses

Beim vorliegenden Stoffsystem verteilt sich die eingesprühete Flüssigkeit nicht ideal gleichmäßig auf den fluidisierten Granulationskeimen. Vielmehr kommt es zur Ausbildung einer relativ rauen Oberflächenstruktur. Es wird vermutet, dass die Trocknungsgeschwindigkeit sehr hoch ist und sich die auftreffenden Tropfen unmittelbar verfestigen. Bei der Betrachtung der Partikelstrukturen wurde weiterhin deutlich, dass sich die Struktur über einen weiten Partikelgrößenbereich nicht signifikant ändert. In den nachfolgenden Abbildungen sind Fotos von einzelnen Fraktionen in gleichem Maßstab vergleichend dargestellt.

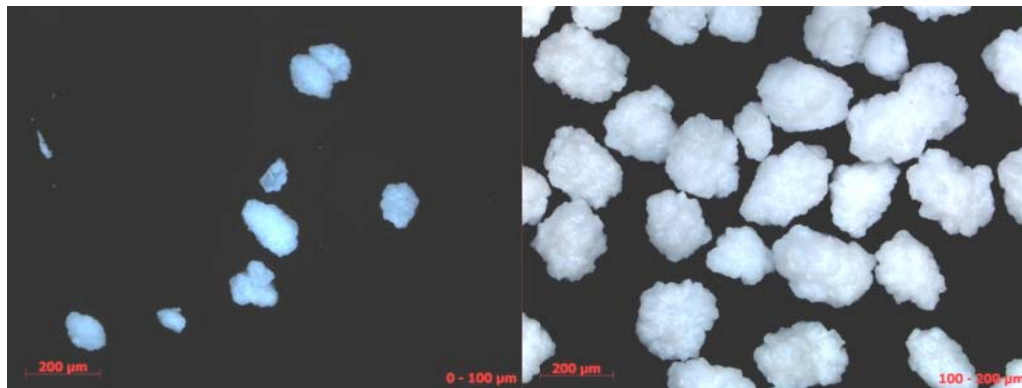


Abbildung 2-25: Partikelstrukturen der Korngrößenklassen im Bereich von 0µm bis 200µm

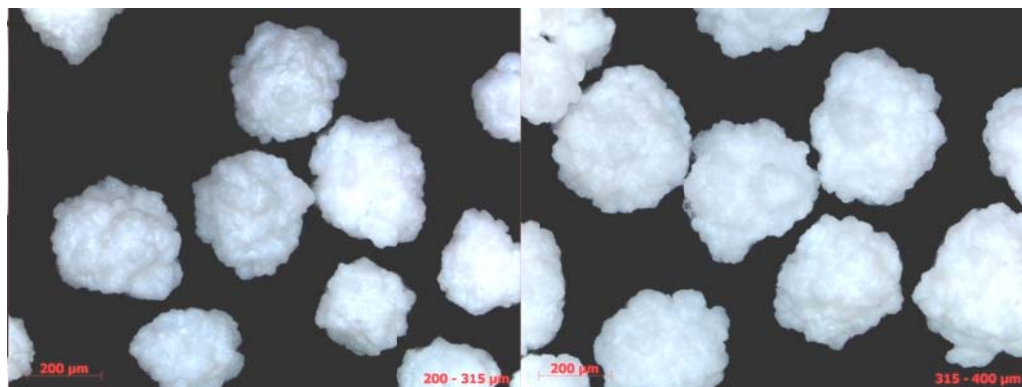


Abbildung 2-26: Partikelstrukturen der Korngrößenklassen im Bereich von 200µm bis 400µm

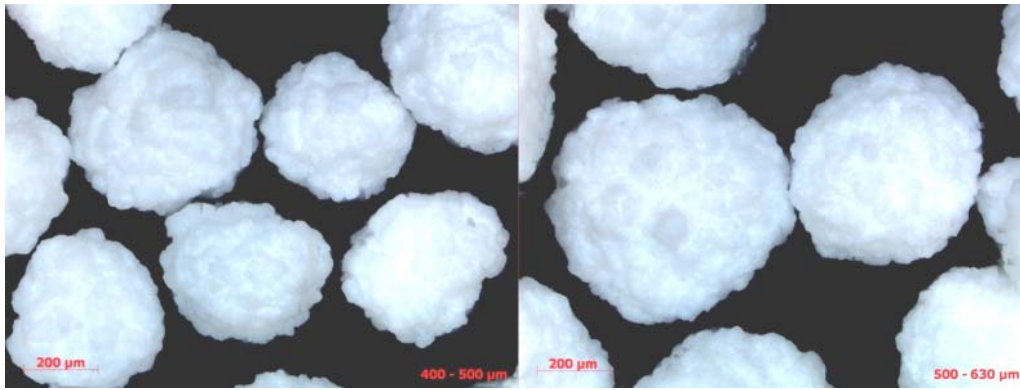


Abbildung 2-27: Partikelstrukturen der Korngrößenklassen im Bereich von 400µm bis 630µm

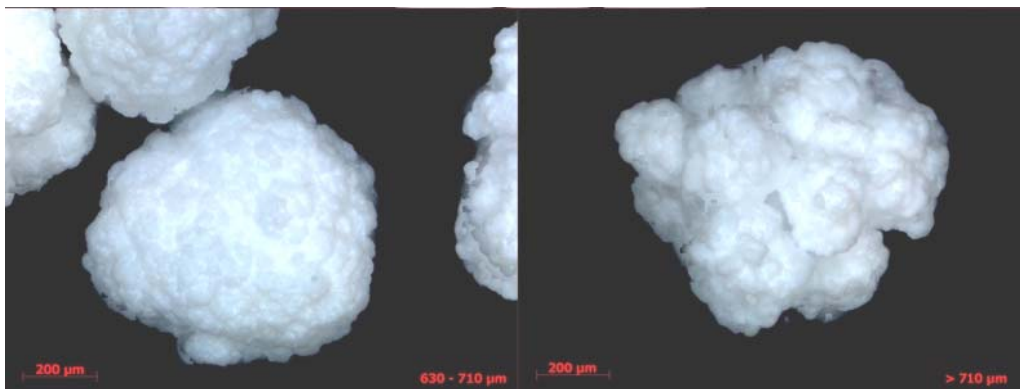


Abbildung 2-28: Partikelstrukturen der Korngrößenklassen im Bereich von 630µm bis >710µm

Insbesondere im mittleren Bereich von 200µm bis 710µm weisen die einzelnen Granulate einen vergleichbaren Aufbau auf.

Größere Granulate könnten teilweise durch Agglomeration von Feinpartikeln (die überwiegend kleiner als 100µm im Durchmesser sind) aufgebaut worden sein. Dafür spricht die sehr zerklüftete Gestalt der Partikel mit Durchmessern über 710µm.

Somit liegt beim im Rahmen dieser Arbeit analysierten Prozess ein nicht-ideales Wachstumsverhalten vor, welches durch ein gleichzeitiges Auftreten von Sprühgranulation und Agglomeration gekennzeichnet ist (siehe Abbildung 1-6).

Bedingt durch das Wirbelschichtprinzip ist es allgemein bekannt, dass das Fluidisierungsverhalten korngößenabhängig ist. Um das grundlegende Fluidisierungsverhalten von Teilchensystemen zu charakterisieren, wird üblicherweise die Klassifikation nach „Geldart“ verwendet, die beispielsweise in [32], [80], [58] näher erläutert wird.

In Tabelle 2-3 werden die einzelnen Gruppen kurz dargestellt.

<u>Geldart-Klassifikation:</u>	<u>Kurzbeschreibung:</u>
Gruppe „C“	<ul style="list-style-type: none"> <li>- kohäsive bzw. sehr feine Teilchen</li> <li>- die normale Fluidisierung ist sehr schwierig</li> <li>- die interpartikulären Kräfte überschreiten die durch das Fluidisierungsgas ausgeübten Kräfte</li> </ul>
Gruppe „A“	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Materialien mit geringem mittleren Durchmesser bzw. mit geringer Partikeldichte</li> <li>- leicht fluidisierbar mit deutlichem Bereich homogener Fluidisierung oberhalb der Minimalfluidisierung</li> <li>- Blasengröße ist limitiert</li> <li>- Blasen steigen schneller als das Zwischenraumgas</li> </ul>
Gruppe „B“	<ul style="list-style-type: none"> <li>- sandartig bzw. die meisten Partikel im Größenbereich von 40 ... 500 µm und Partikeldichten von 1,4 ... 4 g/cm<sup>3</sup></li> <li>- Fluidisierung mit starker Blasenbildung und großem Blasenwachstum unmittelbar oberhalb der Minimalfluidisierung</li> </ul>
Gruppe „D“	<ul style="list-style-type: none"> <li>- große und dichte Teilchen</li> <li>- schwer fluidisierbar bei großen Schichthöhen</li> <li>- typisch sind Kanalbildung und sehr große Blasen</li> <li>- Blasen steigen mit geringerer Geschwindigkeit als das Zwischenraumgas</li> </ul>

Tabelle 2-3 : Geldart-Klassifikation von Partikeln ([32], [58], [80])

Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Stoffsystem „Natriumbenzoat“ fällt je nach dem vorliegenden Partikelspektrum in die Gruppen „A“ und „B“, wie die meisten gegenwärtig durch Wirbelschichtverfahren hergestellten Produkte.

Da die im Kapitel 4 durchgeführte numerische Simulation soll die Strömungsstruktur widerspiegeln, die mit den experimentellen Untersuchungen aus Kapitel 3 vergleichbar ist. Dies bedeutet, dass die entsprechenden Materialparameter für die CFD-Modellierung zur Verfügung stehen müssen. Die dazu erforderlichen Tests unter Verwendung von Natriumbenzoat sowie die theoretischen Betrachtungen zur Ermittlung der Stoffwerte wurden von *Antonyuk et al.* beschrieben ([3], [4], [5], [6]).

### **Analyseverfahren zur Bestimmung der Korngrößenverteilung**

Die Bestimmung der Korngrößenverteilung der Proben erfolgte unter Verwendung eines bildanalytischen Verfahrens.

Die Partikelgrößenverteilungen wurde mittels EKGM 12 – Korngrößenanalysator der Fa. Messtechnik Schwartz GmbH ermittelt. Die Messung erfolgt aufgrund des Prinzips der Extinktion mit einer Infrarotdiode. Dieses elektronische System analysiert die Form und Größe des Messsignals, hieraus wird dann mit Hilfe der Signalamplitude der Partikeldurchmesser berechnet. Es können insgesamt 64 Klassen im Bereich von 95 -12064 µm ermittelt werden.

Um die Fehler einzugrenzen werden sämtliche Proben mehrfach einer Messung unterzogen. Aus den Resultaten der einzelnen Messungen wird ein Mittelwert gebildet, der dann zur Beschreibung der Korngrößenverteilung benutzt wird.

Um den gesamten Korngrößenbereich vollständig mathematisch verarbeiten zu können, wurde definiert, dass kein Teilchen mit der Korngröße „0“ existiert. Damit kann die Aussage getroffen werden, dass sämtliche Teilchen einen Durchmesser größer als „0“ haben und somit die Summendurchgangskurve  $Q_3$  bei „0“ beginnt.

## **2.4.2 Erläuterung der verwendeten Versuchsanlagen im Labor- und Pilotmaßstab**

### **Zielstellung**

Bei der praktischen Durchführung von Sprühgranulationsprozessen spielt die Prozessstabilität eine bedeutende Rolle. Diese Stabilität beinhaltet nicht nur die thermischen Parameter und chemischen Eigenschaften, sondern auch die Korngrößenverteilung der Granulate. Besonders bei der Beschreibung von Feststoffkreisläufen in kontinuierlich betriebenen Anlagen und zur Produktcharakterisierung ist die Kenntnis über die Schwankungen der Gehalte an übergroßen Teilchen und Feinpartikeln wichtig. Auch bei der Dimensionierung von Granulationsanlagen bzw. zur Maßstabsübertragung sind diese Faktoren zu berücksichtigen und möglichst zu optimieren.

Die durchgeführten Experimente sollten Aussagen zu dieser Problematik ermöglichen und grundlegende Mechanismen offen zu legen. Weiterhin wurde die Abhängigkeit der Produkteigenschaft „Partikelgrößenverteilung“ von einzelnen Prozessparametern systematisch untersucht.

Bei der Auswertung der Experimente stand die zeitliche Änderung der Korngrößenverteilung im Vordergrund. Insbesondere war zu untersuchen, ob die Wachstumsgeschwindigkeit von der Partikelgröße abhängt.

Im Zusammenhang mit dieser Analyse soll auch der Einfluss von Startfüllungen mit unterschiedlichen Partikelgrößen auf die zeitliche Entwicklung der Partikelgrößenverteilung im Granulator betrachtet werden.

Ein weiterer Schwerpunkt wird auf die systematische Untersuchung des Einflusses von verfahrenstechnischen Parametern auf das Granulatwachstum gelegt. Insbesondere der Einfluss der Sprührate (häufig in der Praxis als Anlagenkapazität, Durchsatz oder Sprühleistung bezeichnet) auf die erzielte Korngrößenverteilung wurde betrachtet. Dieser Parameter hat gemeinsam mit der benötigten Luftmenge und dem Temperaturprofil in einem unmittelbaren Einfluss auf den spezifischen Energieverbrauch des Sprühgranulationsprozesses und somit auch auf die Herstellkosten.

Weiterhin wurden möglichst miteinander vergleichbare Sprühgranulationsprozesse an Anlagen unterschiedlicher Größe (Labor- und kleintechnischer Pilotmaßstab) durchgeführt, um mögliche Differenzen bei der Granulationskinetik vom Anlagentyp systematisch herauszuarbeiten.

### **Versuchsanlagen**

Bei der Untersuchung von verschiedensten Produkten in Wirbelschichtanlagen werden üblicherweise Versuche in verschiedenen Größenmaßstäben durchgeführt.

Zunächst wird die generelle Durchführbarkeit der gewünschten Applikation im Labormaßstab untersucht. Dazu stehen Kleinanlagen (auch als Laboranlagen bezeichnet)

zur Verfügung, die in der Regel mit Wirbelschichtmassen von 0,5 bis 3 kg arbeiten. Kleinere Anlagengrößen werden nur in seltenen Fällen und bei sehr speziellen Anwendungen genutzt. Beispiele dafür sind Anwendungen in der pharmazeutischen Industrie, wo nur sehr geringe Mengen eines Wirkstoffes für Tests zur Verfügung gestellt werden können. Diese Kleinanlagen sind weiterhin sehr empfindlich gegenüber Wandeinflüssen und Prozessschwankungen.

Ist die generelle Durchführbarkeit einer Applikation gegeben, sind weiterführende Untersuchungen zur Optimierung und zur Gewinnung von gesicherten Prozessparametern notwendig. Dafür werden sogenannte Pilotanlagen (kleintechnische Anlagen) verwendet, die üblicherweise mit Wirbelschichtmassen von 10 bis 40 kg arbeiten können. Derartige Anlagen sind in der Regel auch mit den grundlegenden peripheren Ausrüstungen versehen, die auch im Produktionsmaßstab eingesetzt werden. Hierzu sind beispielsweise Sprühpumpen, Fördereinrichtungen sowie Sieb- und Mahlanlagen zu zählen. Weiterhin sind die genutzten Wirbelschichtapparate so konzipiert, dass die Wandeinflüsse beherrschbar sind. Somit werden die Berechnungen zur Maßstabsübertragung möglich und die ermittelten Prozessbedingungen sind auf Produktionsanlagen übertragbar.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Experimente an mehreren Anlagen unterschiedlicher Größe und Ausführung durchgeführt. Dadurch konnten die Prozessbedingungen sehr gut variiert und der Größeneinfluss untersucht werden.

### **Beschreibung der Wirbelschicht-Laboranlage**

Für die experimentellen Untersuchungen zur Wirbelschicht-Sprühgranulation im Pilotmaßstab wurde eine mobile Anlage vom Typ AGT 150 (Hersteller: Glatt Ingenieurtechnik, Weimar) verwendet (Abbildung 2-29).



Abbildung 2-29 : Laboranlage AGT 150 (Hersteller: Glatt Ingenieurtechnik GmbH, Weimar )

Diese Anlage kann sowohl im reinen Chargenbetrieb als auch mit einem kontinuierlichen Granulataustrag betrieben werden. Zur Umstellung zwischen den beiden Betriebsarten wird die Austrittsöffnung entweder vollständig verschlossen oder kontrolliert geöffnet, wodurch das Granulat kontinuierlich in einen Sammelbehälter fällt.

Eine kontinuierliche Klassierung des Granulates unter Verwendung des ebenfalls zur Verfügung stehenden Zick-Zack-Sichters wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht verwendet, da zur Analyse des Partikelwachstums das vollständige Kornspektrum entnommen werden sollte.

Der zylindrische Prozessraum wird unten durch einen runden Anströmboden mit einem Durchmesser von 159 mm begrenzt. Die Abtrennung von aus der Wirbelschicht mitgerissenen Stäuben und Feinpartikeln aus der Prozessluft erfolgt durch einen Zyklon und einen nachfolgenden Schlauchfilter. Die im Zyklon abgetrennten Stäube und Feinpartikel werden kontinuierlich in die Wirbelschicht zurückgeführt.

Die Sprühflüssigkeit wird durch eine drehzahlverstellbare Schlauchpumpe zur Zweistoffdüse gefördert. Der Flüssigkeitsbehälter befand sich auf einer Waage, um die versprühte Flüssigkeitsmasse je Zeiteinheit bestimmen zu können.

Zur Eindüsung des flüssigen Rohstoffes wurde eine druckluftbeaufschlagte Zweistoffdüse verwendet, die aufwärts (Bottom-Spray-Verfahren) in die Wirbelschicht eindüst.

### **Beschreibung der Wirbelschicht-Pilotanlage**

An einer in kontinuierlicher Prozessführung arbeitenden Pilotanlage vom Typ GF 20 (Hersteller: Glatt Ingenieurtechnik, Weimar) wurden kleintechnische Untersuchungen durchgeführt. Die Anlage ist gekennzeichnet durch eine oberhalb der Wirbelschicht angeordnete integrierte Filteranlage. Dieses Filter beinhaltet insgesamt 8 Filterpatronen, die zyklisch nacheinander durch Druckluftimpulse abgereinigt werden können. Der abgeschiedene Staub fällt unmittelbar gleichmäßig verteilt in die Wirbelschicht hinein und nimmt weiter am Granulationsprozess teil. Der rechteckige Anströmboden hat eine Fläche von 0,2 m<sup>2</sup>. Eine Gesamtansicht der Anlage wird in Abbildung 2-30 gezeigt.

Dieser Anlagentyp kann mit bis zu 4 Stück Zweistoffdüsen ausgerüstet werden, die aufwärts in die Wirbelschicht eindüsen (Bottom-spray) oder auch alternativ von oben nach unten (Top-spray) sprühen. Die Sprühflüssigkeit wird durch mehrere Schlauchpumpen aus einem Sprühflüssigkeitsbehälter hinaus einzeln zu den Sprühdüsen gefördert. Durch das volumetrische Pumpensystem wurde eine sehr gleichmäßige Flüssigkeitsaufteilung zu den Düsen gewährleistet.

Der Granulataustrag erfolgt unklassiert über eine drehzahlverstellbare Zellenrad-schleuse, die stirnseitig an der Austragsseite des Prozessraum montiert ist (Abbildung 2-31). Für die hier vorgestellten Experimente wurde kein Mahl-Sieb-Kreislauf verwendet.



Abbildung 2-30: Gesamtansicht der Pilotanlage GF 20 (Hersteller: Glatt Ingenieurtechnik GmbH, Weimar)



Abbildung 2-31: Teilansicht des Prozessraumes der Pilotanlage GF 20 (Hersteller: Glatt Ingenieurtechnik GmbH, Weimar)

Ein vereinfachtes Fließbild der Gesamtanlage befindet sich unter Punkt 8.2.3 im Anhang.

### 2.4.3 Versuchsdurchführung

Durch eine spezielle Versuchsserie sollten Mechanismen zur Partikelbildung näher untersucht werden. Als Stoffsystem wurde Natriumbenzoat gewählt. Die zur Durchführung der Versuche benötigte Menge an Sprühflüssigkeit wurde durch Auflösen von granuliertem Natriumbenzoat in Wasser hergestellt. Dabei wurde für alle Versuche ein Feststoffgehalt von 35 Massenprozent eingestellt. Die Lösung ist bei dieser Feststoffkonzentration stabil, das heißt es kommt auch bei Raumtemperatur nicht zur Bildung von Kristallen und die Flüssigkeit muss während der Verarbeitung nicht gerührt oder temperiert werden. Dies erleichtert die systematische Auswertung und die Anzahl möglicher Fehlerquellen wird verringert.

Die zur Versuchsdurchführung benötigten Mengen an Startprodukten unterschiedlicher Korngrößen wurden durch Aussiebung von definierten Fraktionen aus einem Vorrat gewonnen. Das dazu benötigte Granulat wurde durch zusätzliche Sprühgranulationsversuche hergestellt. Dadurch steht arteigenes Material mit einer gleich bleibenden und repräsentativen Partikelmorphologie zur Verfügung. Die Siebung erfolgte unter Verwendung einer Vibrationssiebmaschine (Hersteller: VIBRA, Offenbach) mit 2 Siebdecks zur Über- und Unterkornabsiebung. Die Mittelfraktion bildet das Startprodukt für die entsprechenden Versuche. Für die Untersuchungen zum Korngrößenabhängigkeit des Partikelwachstums wurden drei unterschiedliche Größenqualitäten definiert, die vor Versuchsbeginn gemäß der Parameter in Tabelle 2-4 ausgesiebt wurden.

Maschenweite der Siebdecks		Bezeichnung der Größenqualität
Oberdeck	Unterdeck	
1200 µm	1000 µm	grob
800 µm	600 µm	mittel
500 µm	300 µm	fein

Tabelle 2-4: Definition der Größenqualitäten des Versuchsgutes

Während der Versuchsdurchführung kann es immer zu Änderungen von Prozessparametern mit mehr oder weniger großer Toleranz kommen. Diese Abweichungen von den vorgegebenen Sollwerten treten während der instationären An- und Abfahrphasen bei der Versuchsdurchführung auf. Aus diesen Gründen ist eine eindeutige Zuordnung der Produkteigenschaften (z.B. der Korngrößenverteilung) zu den entsprechenden Prozessbedingungen notwendig. Dies wird durch das verwendete Nummernsystem und die systematische Datenerfassung gewährleistet.

Die einzelnen Versuchsreihen werden in den folgenden Abschnitten näher erläutert.

#### Chargenweise Sprühgranulation

Zunächst bestand die Zielsetzung darin, grundlegende Informationen über die Partikelbildungseigenschaften zu gewinnen. Um dabei Einflüsse durch unterschiedliche Verweilzeitspektren auszuschließen, wurden Versuche im Chargenbetrieb an der Anlage „AGT 150“ durchgeführt [107].



Während der Versuchsdurchführung wurden die Prozessparameter aufgezeichnet und in kurzen Intervallen Granulatproben ohne Klassierung aus der Wirbelschicht entnommen, unmittelbar die Korngrößenverteilung analysiert und sofort zurückgeführt.

Zur Ermittlung Korngrößenabhängiger Effekte sowie zur Abschätzung der Eigenkeimbildung wurden mehrere Versuche mit Startfüllungen unterschiedlicher Korngrößenverteilung durchgeführt. Damit wurden verschiedene Startbedingungen für die Partikelbildung vorgegeben und die Veränderungen des Partikelspektrums konnten verfolgt werden. Weiterhin wurde die Auswirkung der Eindüsungsparameter auf die Partikelbildung untersucht. Dazu wurde der Zerstäubungsluftdruck in den Stufen „niedrig“, „mittel“ und „hoch“ variiert. Diese Versuche wurden auch wiederum für verschiedene Größenqualitäten des Startproduktes von durchgeführt ([107]).

Die Versuchsnummern der Chargenversuche im Labormaßstab sind:

Versuchsnummer	Größenqualität	Verdüsungsdruckniveau
04-02-29/11/2002	grob	niedrig
04-02-28/11/2002-A	grob	mittel
04-02-28/11/2002-B	grob	hoch
04-02-27/11/2002	fein	niedrig
04-02-26/11/2002	fein	mittel
04-02-27/11/2002-A	fein	hoch

Tabelle 2-5: Bezeichnung der Laborversuche im Chargenbetrieb

Die Tabellen im Anhang unter Punkt 8.4 zeigen die Hauptprozessparameter der Chargenversuche im Labormaßstab an der AGT 150 – Anlage.

Für Parameter, die in ihren Beträgen nicht konstant waren, wurden die Medianwerte aller Messwerte über die gesamte Versuchsdauer angegeben. Weiterhin geben die oberen und unteren Toleranzwerte Auskunft über die Schwankungen der einzelnen Parameter. Die beiden Toleranzen wurden als Differenz zum (oberen) 75%-Quartil bzw. zum (unteren) 25%-Quartil zum Medianwert berechnet. Durch die Verwendung der Quartile werden Ausreißer sowie An- und Abfahrphasen mathematisch verarbeitet.

### **Kontinuierliche Sprühgranulation**

Während sich bei der chargenweisen Prozessführung die Wirbelschichtmasse durch die Rohstoffeindüsung vergrößert, findet bei der kontinuierlichen Fahrweise ein gleichzeitiger Partikelaustrag statt.

Die Mechanismen der kontinuierlichen Sprühgranulation wurden an zwei unterschiedlichen Apparategrößen, d.h. im Labor und im Pilotmaßstab durchgeführt.

Um die Unterschiede zwischen der chargenweisen und der kontinuierlichen Betriebsweise herausstellen zu können, wurden die Experimente aus Abschnitt 0 mit vergleichbaren Prozessparametern unter Verwendung des seitlichen Austrages an der Laboranlage AGT 150 durchgeführt [107]. Der Zick-Zack-Sichter der AGT 150 wurde

dabei unklassierend verwendet. Der Verdüsungsluftdruck wurde auch für den kontinuierlichen Fall variiert.

Die Versuchsnummern der kontinuierlichen Versuche im Labormaßstab sind:

Versuchsnummer	Größenqualität	Verdünungsdruckniveau
04-02-18/12/2002-B	grob	niedrig
04-02-17/12/2002-A	grob	mittel
04-02-18/12/2002-A	grob	hoch
04-02-20/12/2002-A	fein	niedrig
04-02-19/12/2002-B	fein	mittel
04-02-19/12/2002-A	fein	hoch

Tabelle 2-6: Bezeichnung der Laborversuche im kontinuierlichen Betrieb

Weiterhin wurde eine Serie von Versuchen zur kontinuierlichen Prozessführung im Pilotmaßstab an der GF 20 – Anlage durchgeführt. Die Prozessparameter wurden vergleichbar zu den Laborversuchen eingestellt. Um den Einfluss der Eindüsungsmenge darzustellen, wurden zwei Versuche mit jeweils unterschiedlicher Sprührate und wechselnden Größenqualitäten der Startfüllung durchgeführt. Auch hier wurden zur besseren Kennzeichnung verschiedene Niveaustufen zur Sprühleistung definiert (niedrig / hoch).

Die Versuchsnummern der kontinuierlichen Versuche im Pilotmaßstab sind:

Versuchsnummer	Größenqualität	Sprühleistungsniveau
01-02-14/11/2001	fein	niedrig
01-02-08/11/2001	fein	hoch
01-02-13/11/2001	mittel	niedrig
01-02-06/11/2001 01-02-15/11/2001	mittel	hoch
01-02-12/11/2001	grob	niedrig
01-02-07/11/2001	grob	hoch

Tabelle 2-7: Bezeichnung der Pilotversuche im kontinuierlichen Betrieb

Dabei diene der Versuch 01-02-15/11/2001 als Wiederholung des Testes 01-02-06/11/2001 zur Ermittlung der Streuung von Versuchsergebnissen (als Aussage zur statistischen Sicherheit).

Die Tabellen im Anhang unter den Kapiteln 8.4.2 und 8.4.3 zeigen die Hauptprozessparameter der kontinuierlichen Versuche im Labormaßstab sowie diejenigen Tests an der Pilotanlage.

Zur Festlegung der Masse der Startfüllung für die beiden Anlagentypen wurde so vorgegangen, dass sich vergleichbare Schichthöhen im nicht fluidisierten Zustand ergeben.

## 2.4.4 Versuchsauswertung und Einflussanalyse unter Nutzung des Prozessmodells

Alle Versuche lassen sich sowohl einzeln als auch als Gesamtheit systematisch entsprechend der Ausführungen im Kapitel 2.3 auswerten.

In den folgenden Abschnitten wird diese Vorgehensweise anhand von einzelnen Versuchsauswertungen demonstriert.

Nach Abschluss der Datenvorverarbeitung für jedes einzelnes Experiment wird das neuronale Netz unter Verwendung der Software „NN-Tool 2000“ (Hersteller: Bärman Software, Düsseldorf) generiert.

Die Prognosen des Netzes können visuell durch Streudiagramme (sogenannte Scatterplots) eingeschätzt werden. Das sogenannte Lernset wurde aus 75% zufällig ausgewählten Datensätzen gebildet und wird in der sogenannten Lernphase des Netzes verwendet. Die verbleibenden 25% der Datensätze stellen das Testset dar und dienen zur Überprüfung der „Vorhersagegenauigkeit“ des Netzes. Die Abbildung 2-32 zeigt die Gegenüberstellung der „gemessenen Werte“ aus den Lerndatensätzen mit den vom Netz prognostizierten Werte beispielhaft für den Chargenversuch im Labormaßstab 04-02-27/11/2002.

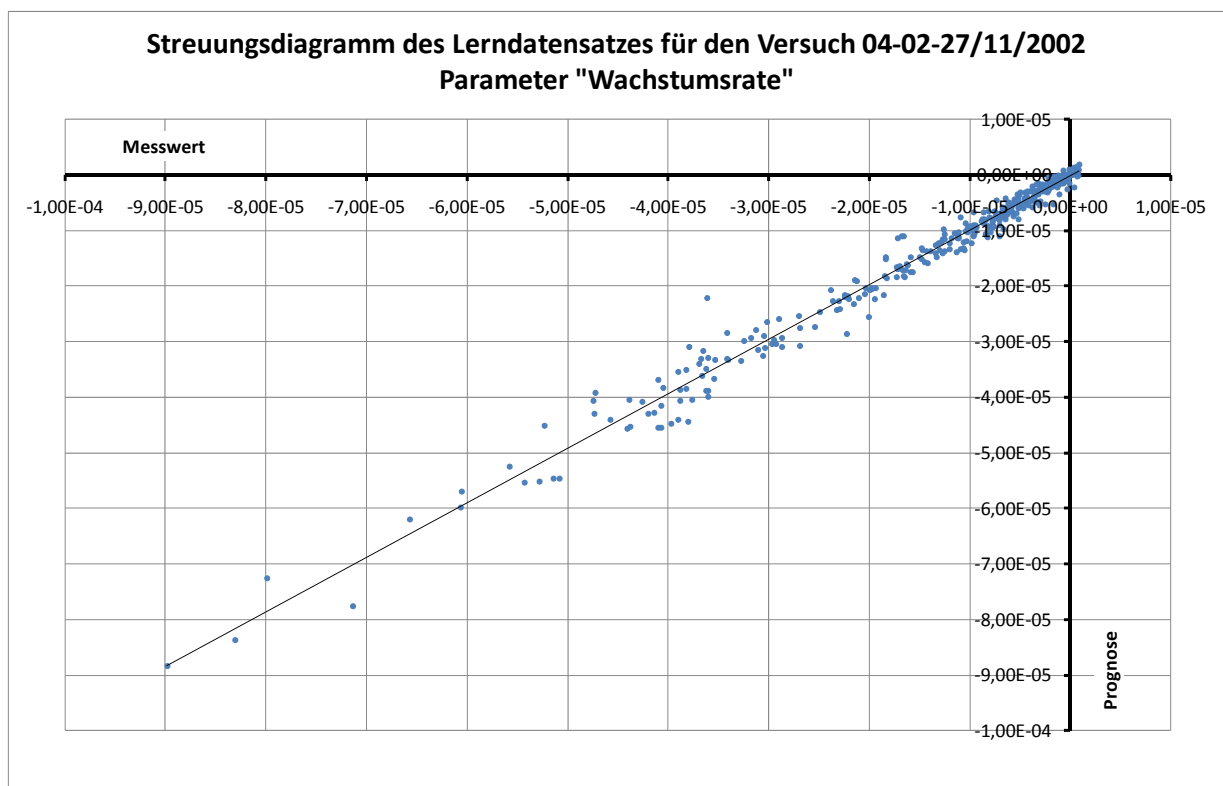


Abbildung 2-32: Streudiagramm des Lerndatensatzes für den Parameter „Wachstumsrate“ für Versuch 04-02-27/11/2002

In Abbildung 2-34 sind demgegenüber Prognosen des künstlichen neuronalen Netzes für den Testdatensatz aufgetragen. Da die Testdaten nicht bei der Erstellung des

Netzes herangezogen wurden, wird hierbei die „Vorhersagequalität“ für „unbekannte“ Daten überprüft.

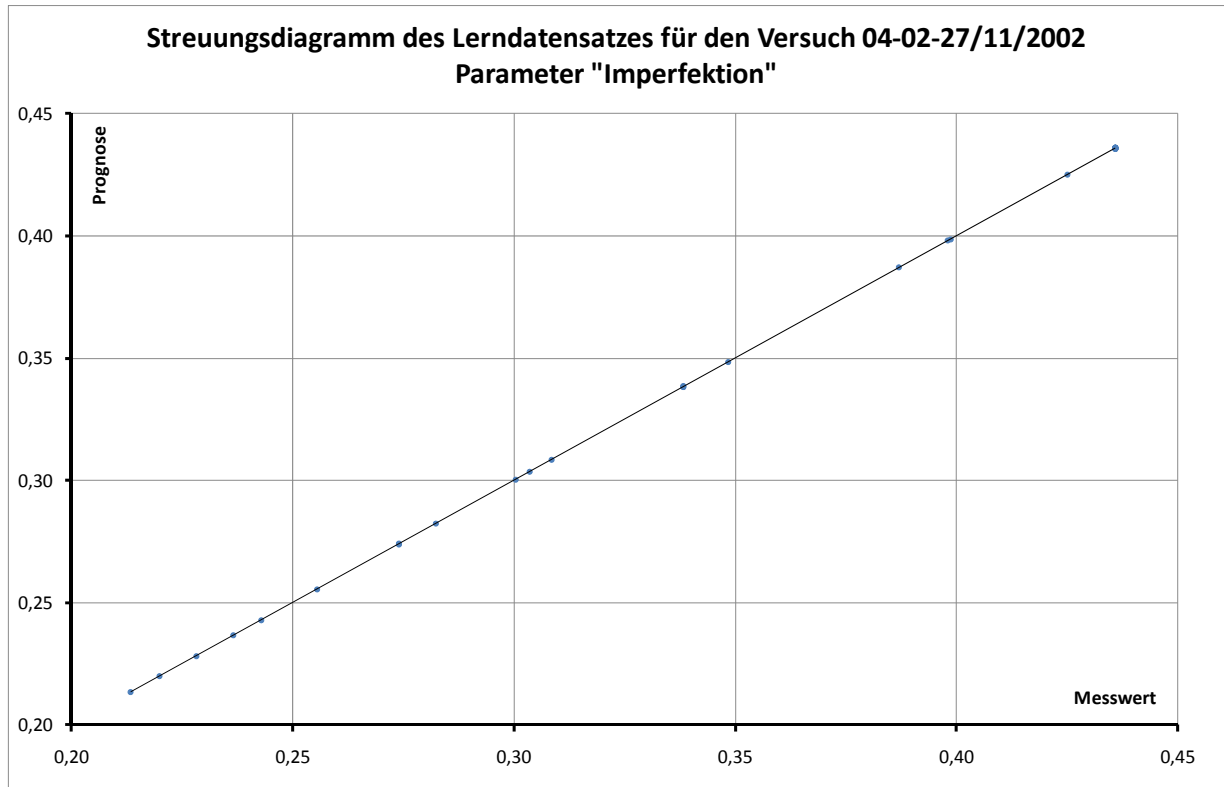


Abbildung 2-33: Streuungsdiagramm des Lerndatensatzes für den Parameter „Imperfektion“ für Versuch 04-02-27/11/2002

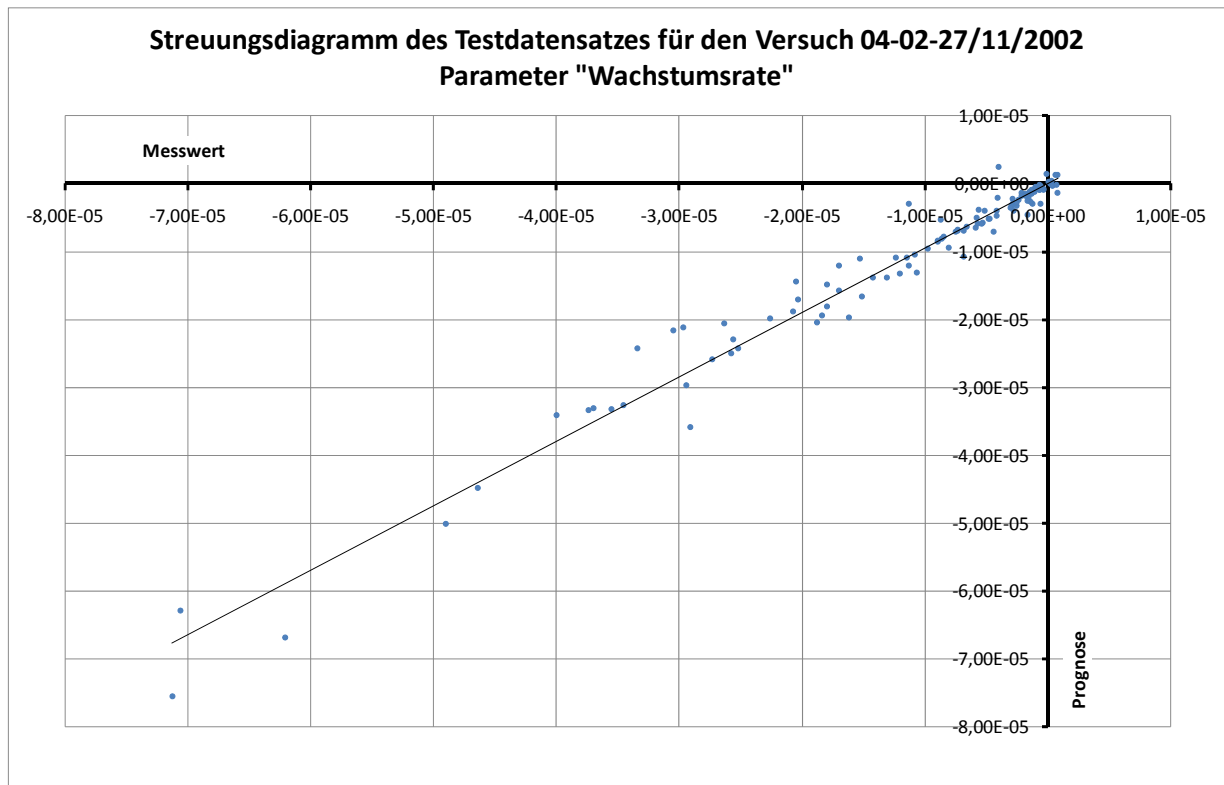


Abbildung 2-34: Streuungsdiagramm des Testdatensatzes für den Parameter „Wachstumsrate“ für Versuch 04-02-27/11/2002

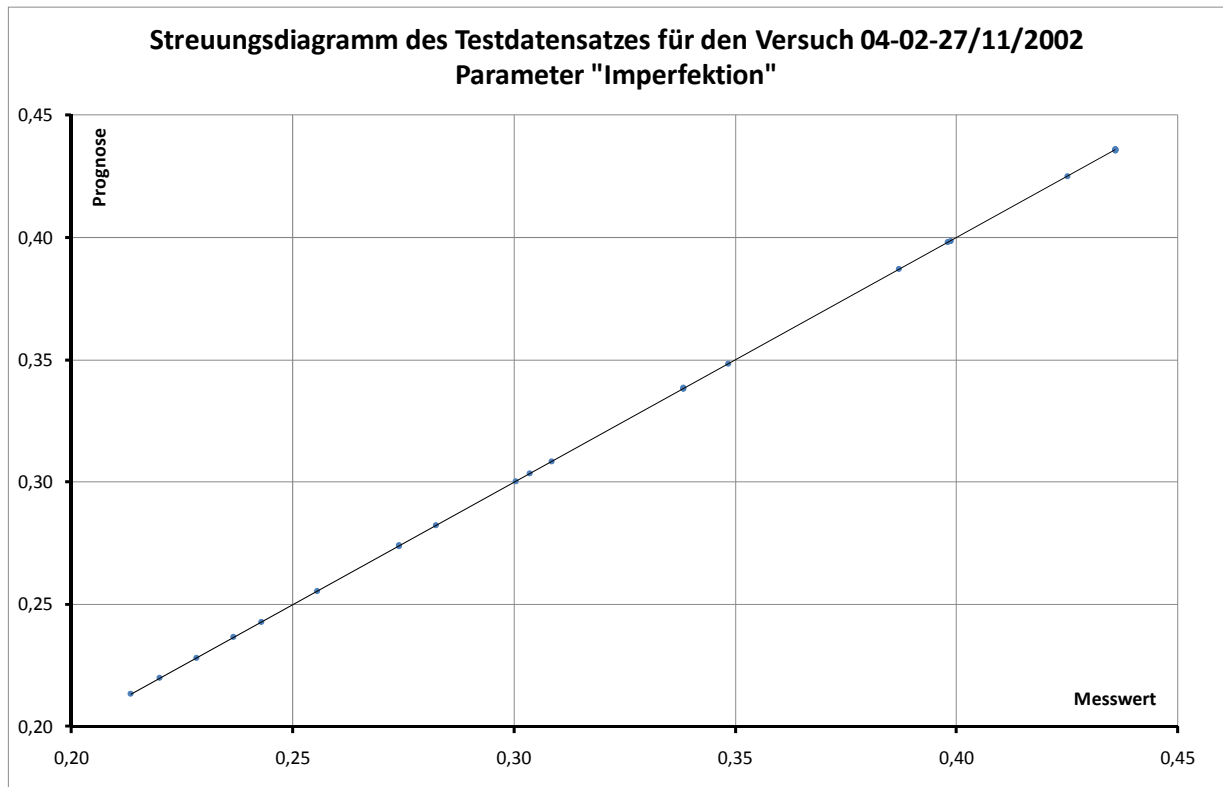


Abbildung 2-35: Streuungsdiagramm des Testdatensatzes für den Parameter „Imperfektion“ für Versuch 04-02-27/11/2002

### Chargenweise Sprühgranulation im Labormaßstab

Zunächst können die einzelnen Experimente dieser Gruppe einzeln ausgewertet werden. Als Beispiele dafür sind nachfolgend einige Ergebnisse der Einflussanalysen für den Versuch 04-02-27/11/2002 dargestellt. Hierbei handelt es sich um einen Versuch, bei dem ausgehend von einer feinkörnigen Startfüllung bei niedrigem Sprühdruk granuliert wird.

Die Abbildung 2-36 zeigt die Abhängigkeit der Wachstumsraten für die einzelnen Kornklassen (Partikelgröße) mit dem Medianwert des Gesamtpartikelgrößenspektrums als Parameter. Es zeigt sich, dass vermindert größere Partikel entstehen, wenn die Gesamtpartikelgrößenverteilung im Apparat größer ist. Gleichzeitig nimmt der Anteil an Feinmaterial in der Wirbelschicht unter diesen Bedingungen schneller ab. Dabei sind die Wachstumsraten der Fein- und Grobfraktionen auch in ihrem Betrag unterschiedlich.

Weiterhin zeigt die Analyse, dass die Wachstumsrate zwar von der Partikelgröße, jedoch scheinbar kaum von der Wirbelschichttemperatur abhängt (Abbildung 2-37). Diese Aussage trifft für den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten relativ eingeschränkten Wertebereich der Wirbelschichttemperatur zu, sollte jedoch nicht verallgemeinert werden. Aus der breiten praktischen Anwendung der Wirbelschichtgranulation ist allgemein bekannt, dass die Granulationskinetik sehr wohl von der vorherrschenden Temperatur im Prozessraum abhängt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Schichttemperatur nicht gezielt variiert.

Die Abhängigkeit der Wachstumsraten für einzelne Kornklassen von der Breite des jeweils insgesamt in der Wirbelschicht vorliegenden Partikelkollektivs verdeutlicht die Abbildung 2-38. Hier wird sichtbar, dass die Wachstumsraten bei kleineren Korngrößen

ßen je nach Größe der Imperfektion vom absoluten Betrag her variieren. Der Einfluss der Verteilungsbreite nimmt mit ansteigendem Partikeldurchmesser ab.

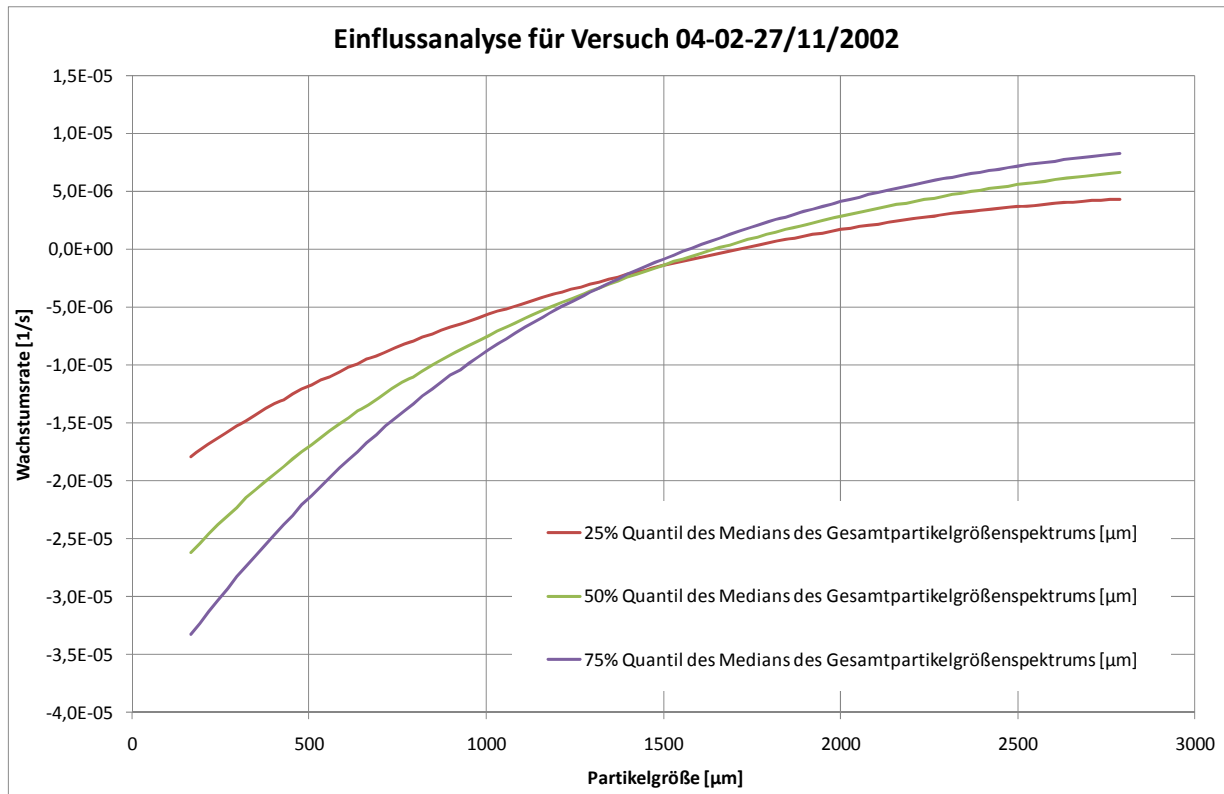


Abbildung 2-36: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Median der Gesamtverteilung“ für den Versuche 04-02-27/11/2009

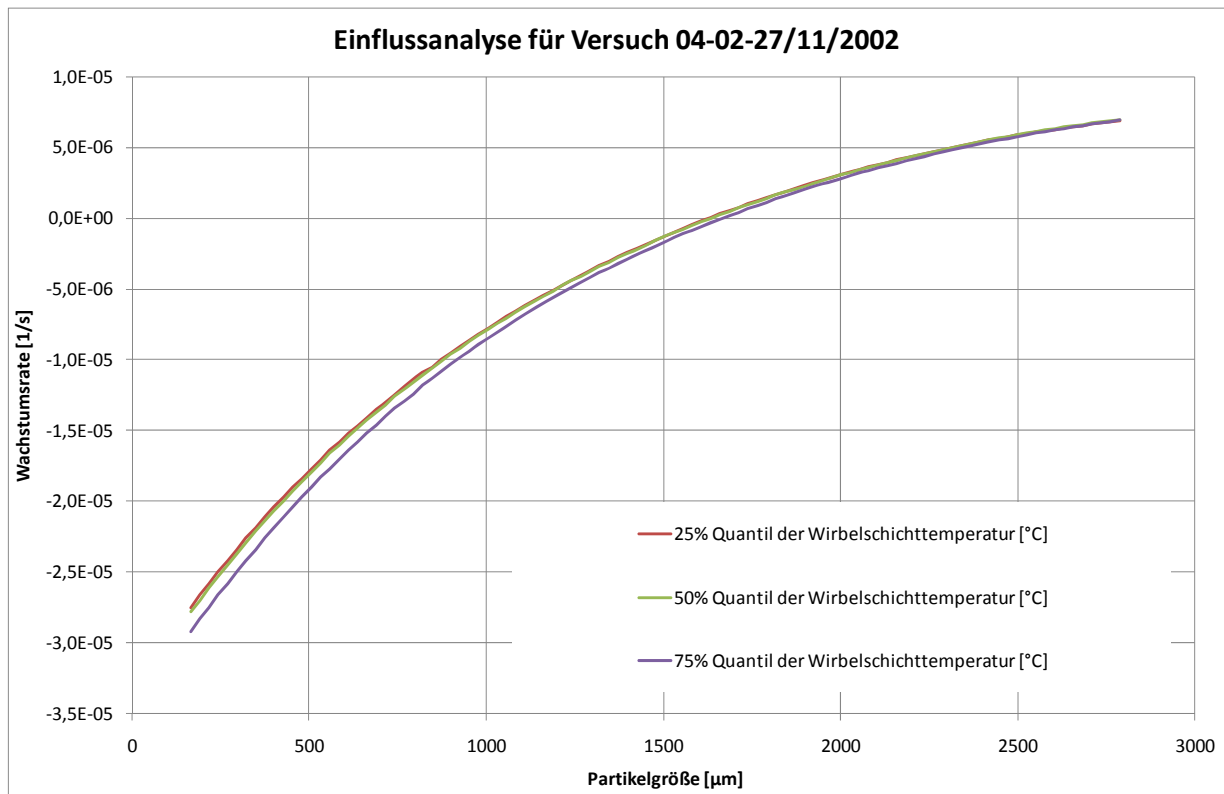


Abbildung 2-37: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Wirbelschichttemperatur“ für den Versuche 04-02-27/11/2009

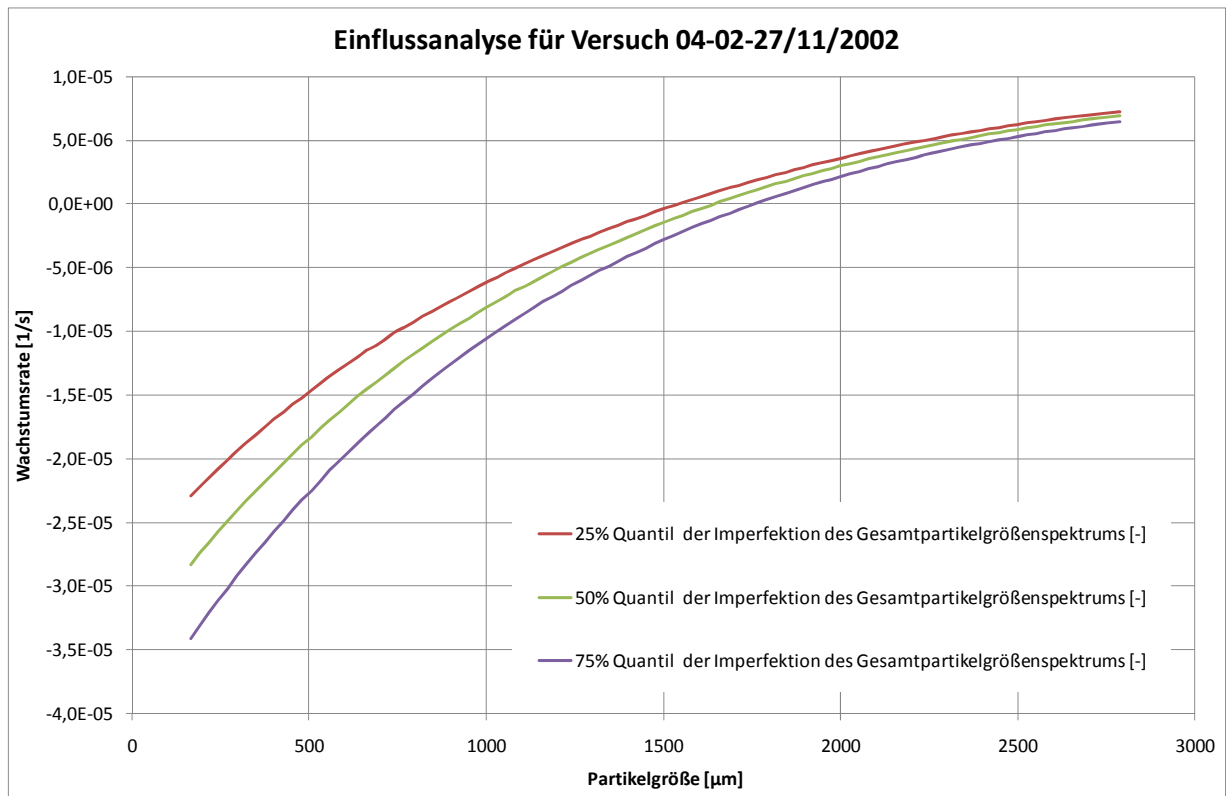


Abbildung 2-38: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Gesamtverteilungsbreite“ für den Versuche 04-02-27/11/2009

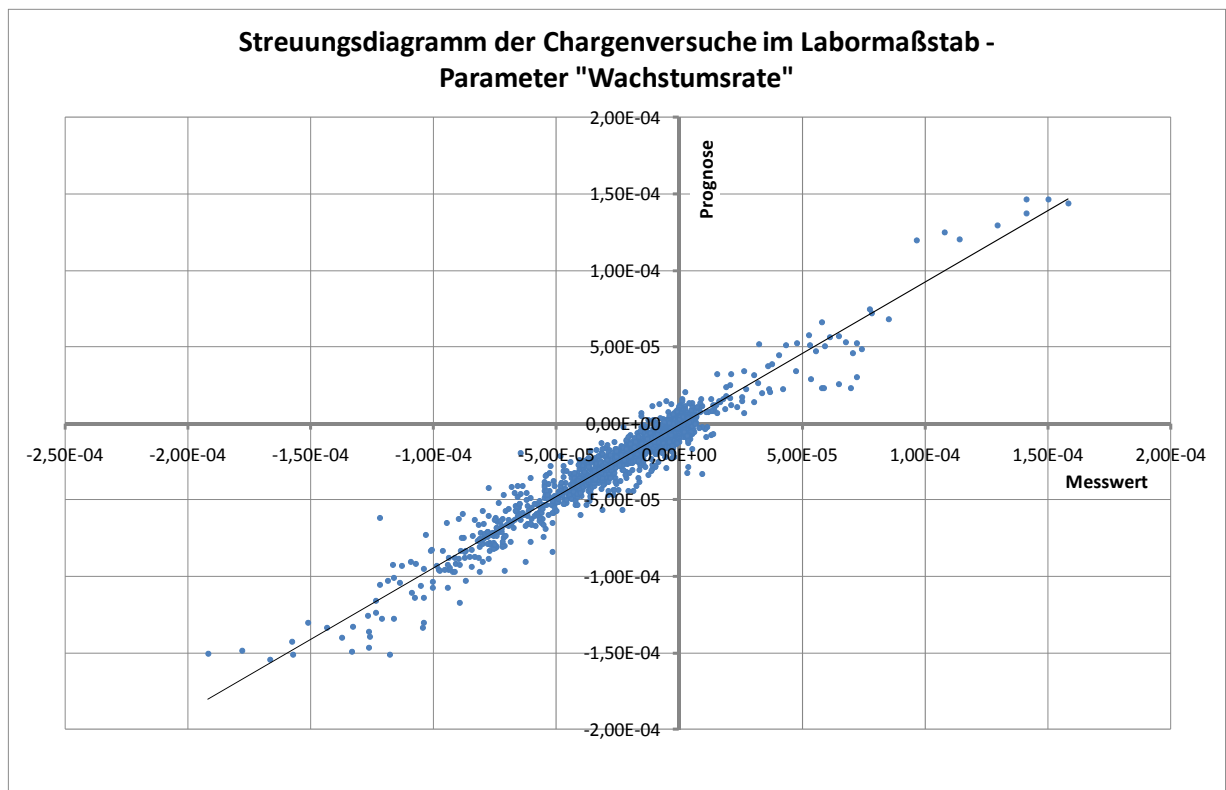


Abbildung 2-39: Streuungsdiagramm für den Parameter „Wachstumsrate“ der Chargenversuche im Labormaßstab

Im Weiteren wurden alle Versuchsdaten der Chargenversuche im Labormaßstab zusammengefasst und gemeinsam analysiert. Das Streudiagramm bezüglich der Wachstumsrate als Parameter zeigt die Abbildung 2-39. Die Analyse wurde basierend auf 2586 Datensätzen durchgeführt. Der relative Fehler bezüglich der Prognosegenauigkeit beträgt 1,36%.

Da die einzelnen Versuche ausgehend von Startfüllungen mit definierter Partikelgrößenverteilung durchgeführt wurden, sind qualitative Aussagen zur partikelgrößenabhängigen Wachstumsrate möglich. So beinhaltet die Abbildung 2-40 Kurvenscharen mit den Medianwerten des Gesamtpartikelgrößenspektrums als Parameter. Es zeigt sich hierbei nur eine sehr geringe Abhängigkeit vom Mittelwert der Gesamtverteilung. Jedoch wachsen größere Korngrößenklassen schneller im Vergleich zu den Feinfraktionen.

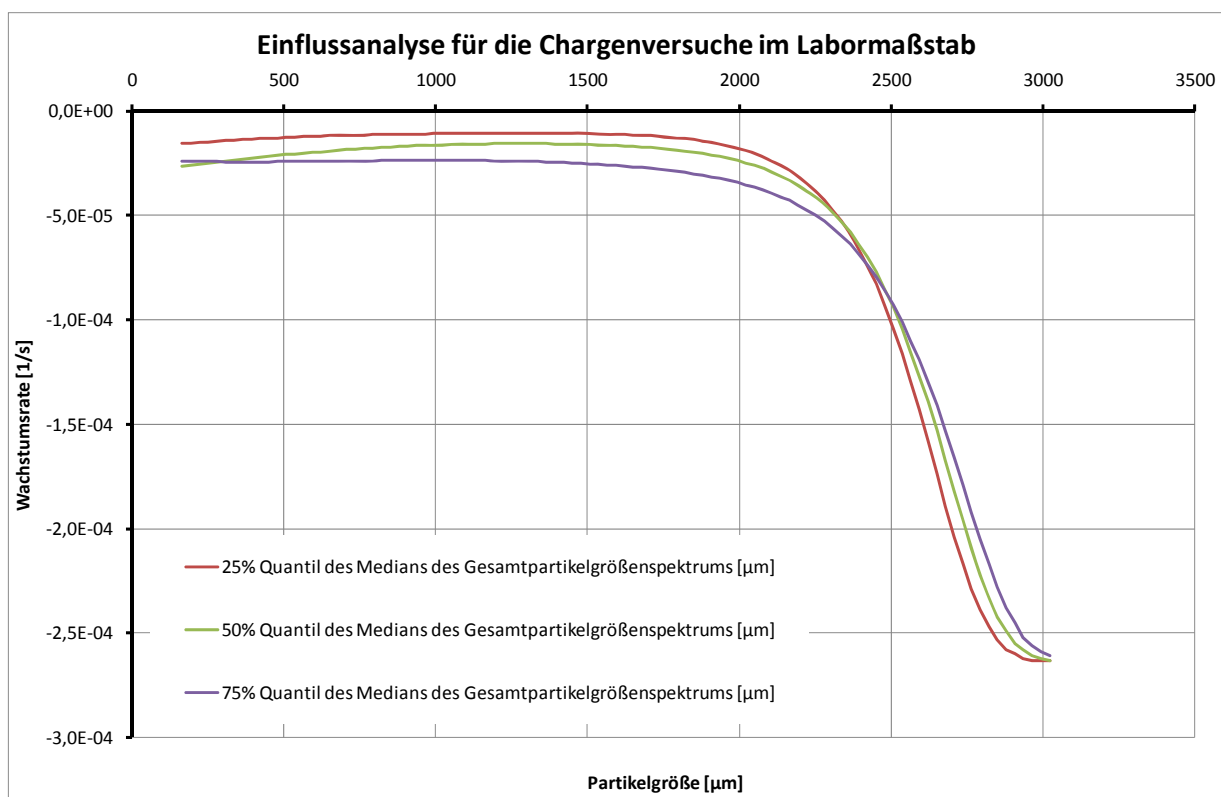


Abbildung 2-40: Gesamt-Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Median der Gesamtverteilung“ für die Chargenversuche im Labormaßstab

Die Verteilungsbreite hat nur bei größeren Partikeln einen leichten Einfluss auf die jeweilige Wachstumsrate der betrachteten Kornklasse (Abbildung 2-41). Im unteren Größenbereich zeigen sich kaum Unterschiede.

Einen merklich größeren Einfluss auf die Wachstumsrate hat der Sprühdruck. Die Abbildung 2-42 verdeutlicht dies. Auch hier kann wiederum festgestellt werden, dass dieser Parameter bei höheren Partikelgrößen einen größeren Einfluss besitzt.

Ein wesentliches Ergebnis der Gesamtanalyse der Labor-Chargenversuche wird in der Abbildung 2-43 gezeigt. Diese beinhaltet den Einfluss der flächenbezogenen spezifischen Sprührate auf die zeitliche Veränderung innerhalb einzelner Kornklassen. Mit ansteigender spezifischer Sprührate werden die Massenanteile der feineren Korngrößen im Gesamtgrößenspektrum reduziert. Gleichzeitig nehmen die Massenanteile



der größeren Kornfraktionen zu. Diese Abhängigkeiten deuten auf ein stärkeres Wachstum des Gutes in der Wirbelschicht bei höheren Sprühdichten hin.

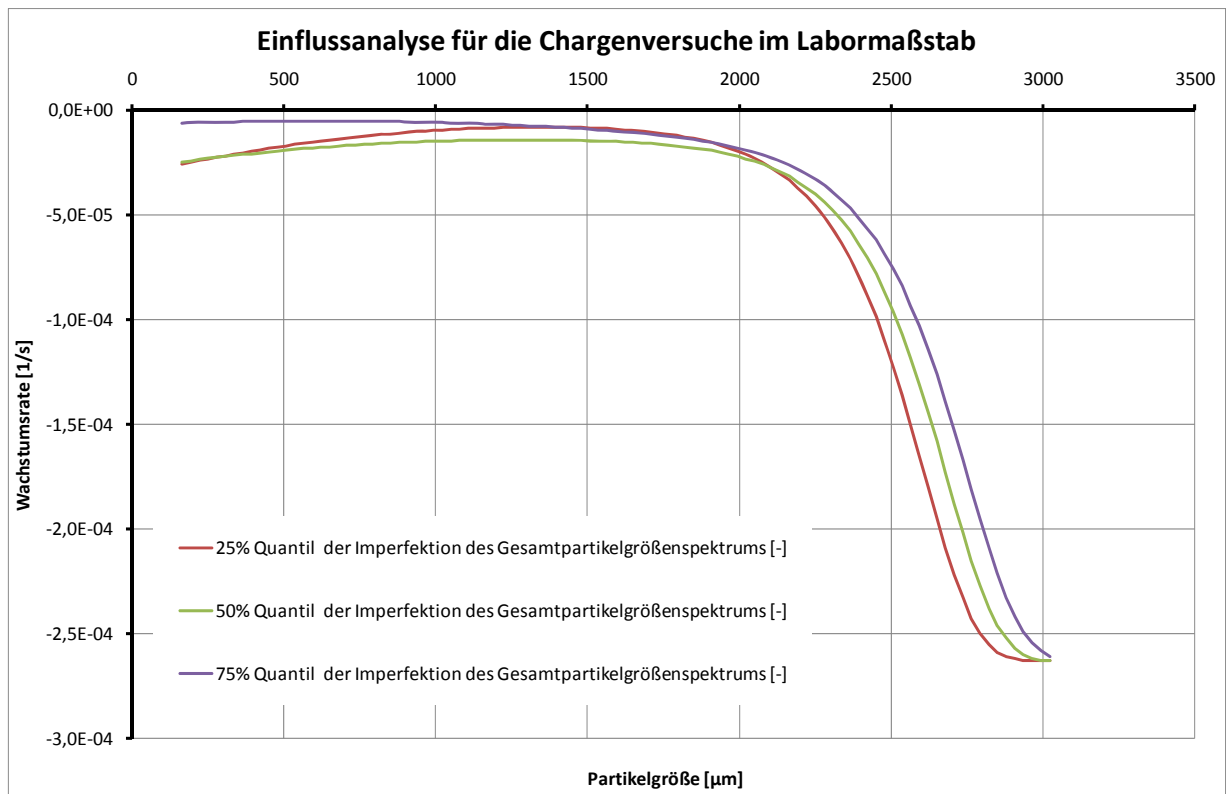


Abbildung 2-41: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Gesamtverteilungsbreite“ für die Chargenversuche im Labormaßstab

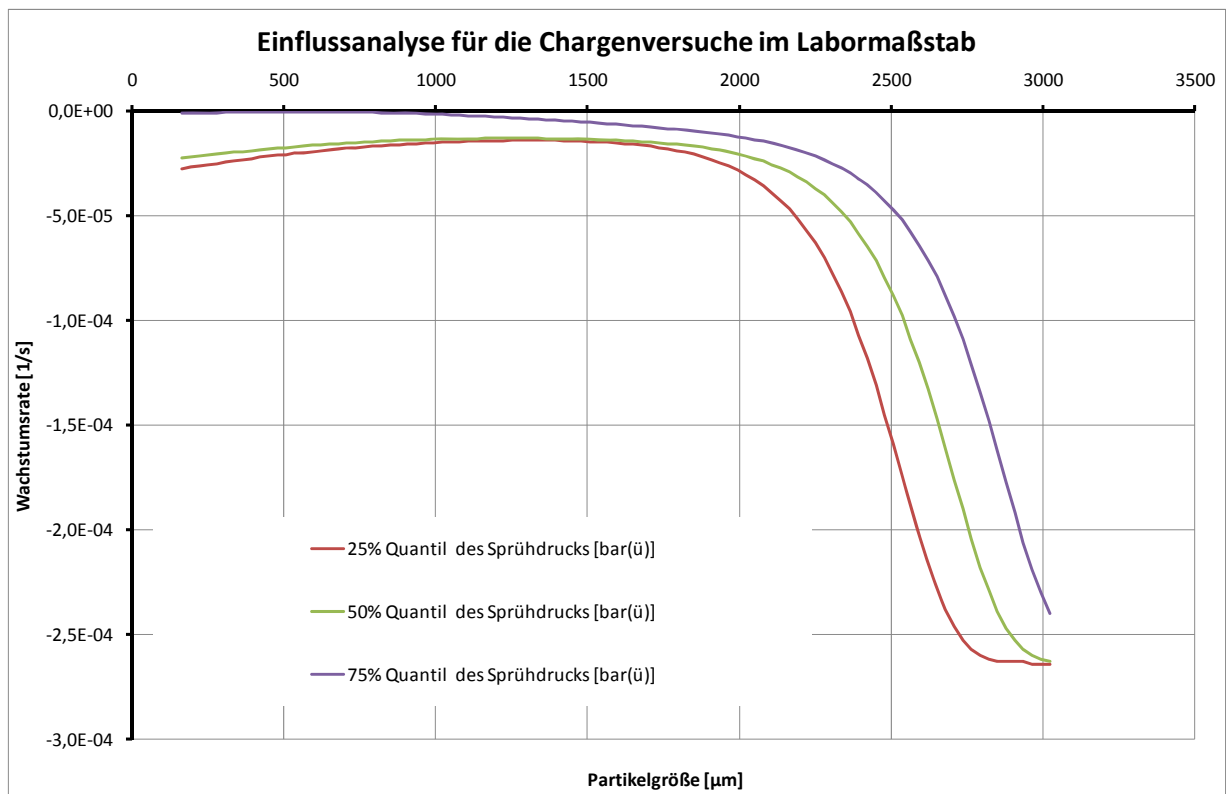


Abbildung 2-42: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Sprühdruk“ für die Chargenversuche im Labormaßstab

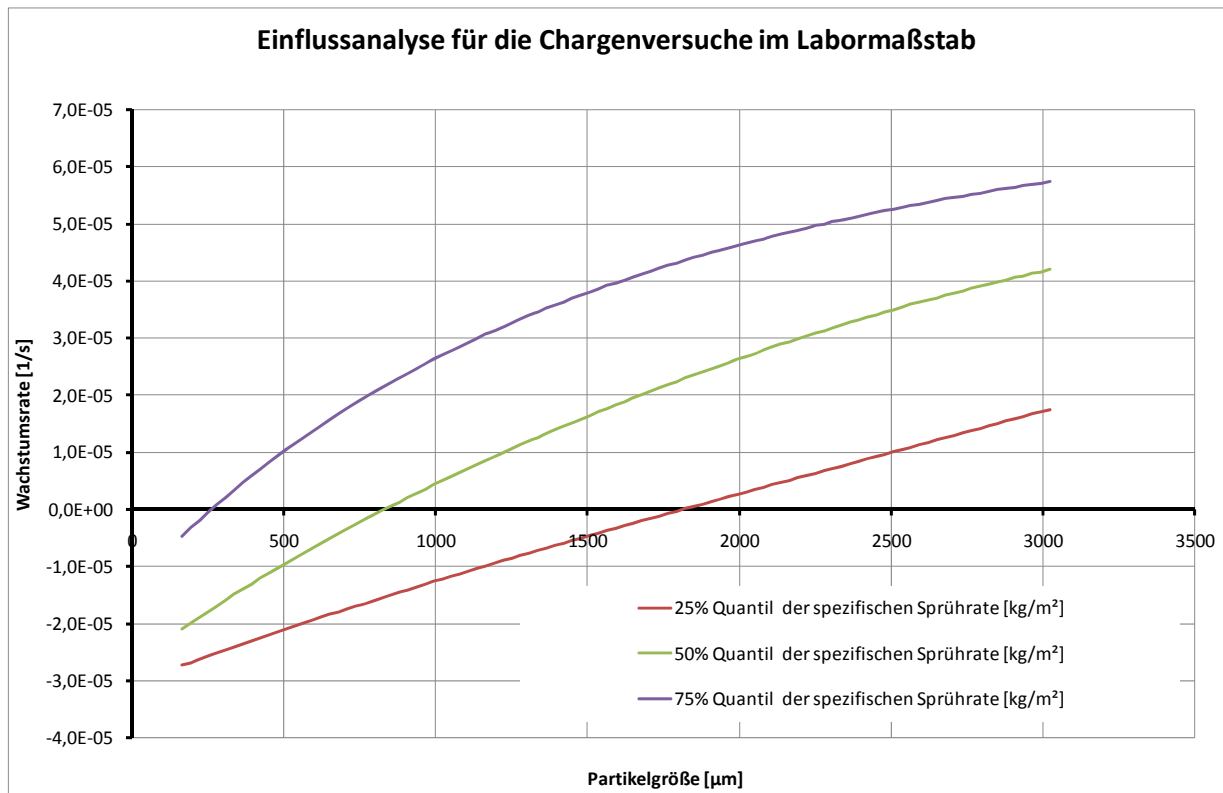


Abbildung 2-43: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „spezifischen Sprührate“ für die Chargenversuche im Labormaßstab

Die Analyse spiegelt auch die Erfahrungen aus der Praxis wider, dass eine Reduzierung der Schichtmasse im Prozessraum ebenso wie ein verstärktes Einsprühen zu einem schnelleren Anwachsen der Granulate führt.

Bei der Einschätzung des Wachstumsverhaltens ist in allen Fällen zu berücksichtigen, dass die hier vorgestellten Versuche über eine jeweils relativ lange Prozesszeit hinweg abliefen. Im Verlaufe der Prozessführung stieg somit die Wirbelschichtmasse kontinuierlich an, was beispielweise einen Einfluss auf die Eigenkeimbildung durch Sprühtrocknung hat.

Dieser Sachverhalt ist charakteristisch für Chargenversuche zur Sprühgranulation, da durch die Eindüsung der feststoffhaltigen Lösung immer mehr Masse zur Startfüllung hinzugefügt wird.

Im Falle einer kontinuierlichen Prozessführung besteht üblicherweise das Ziel, den ständigen Materialinhalt im Prozessraum konstant zu halten. Dadurch sollen stabile Bedingungen zur Granulation gewährleistet werden.

## Kontinuierliche Sprühgranulation

Vor Beginn und nach Ende eines jeden Versuches zur kontinuierlichen Sprühgranulation wurden die Massen des Wirbelschichtinhaltes erfasst. Weiterhin wurden während der Versuchsdurchführung die momentanen Sprühraten in kurzen Zeitintervallen gemessen, um Schwankungen oder Prozessstörungen (z.B. von möglichen Düsenverstopfungen) zu erkennen. Aus den Momentanwerten der Sprührate wurde unter Ver-

wendung des bekannten Trockenstoffgehaltes in der Sprühlösung der durch die Eindüsung theoretisch erzeugte Schichtmassenzuwachs berechnet. Von dieser zeitabhängigen Wirbelschichtmasse wurden die aus dem Prozessraum unklassiert entnommene Produktmasse abgezogen und damit die aktuell theoretische Schichtmasse berechnet. Der theoretische Wert der Schichtmasse wurde mit dem real gemessenen Wert aus den Experimenten zur Bestimmung der Verluste verglichen und ein Korrekturfaktor berechnet. Unter Annahme eines konstanten prozentualen Verlustes über die gesamte Versuchsdauer wurde anschließend die theoretisch berechnete Wirbelschichtmasse korrigiert. Dieser korrigierte Wert wird für die weitere statistische Auswertung verwendet.

Die unklassiert am Austrag entnommenen Proben wurden unter Nutzung des EKGM-Gerätes hinsichtlich der Partikelgrößenverteilung analysiert.

Zur Untersuchung von eventuellen Abhängigkeiten von der Größe des Wirbelschichtapparates wurden die Versuche sowohl im Labor- als auch im Pilotmaßstab durchgeführt.

Für die nachfolgend dargestellten Resultate wurden die Laborversuche gemeinsam analysiert. Dies entspricht der prinzipiellen Vorgehensweise analog zum vorherigen Abschnitt.

Das Streudiagramm bezüglich der Wachstumsrate weist einen relativen Fehler von 1,72% auf. Insgesamt wurden 3038 Datensätze bei der Auswertung berücksichtigt (Abbildung 2-44).

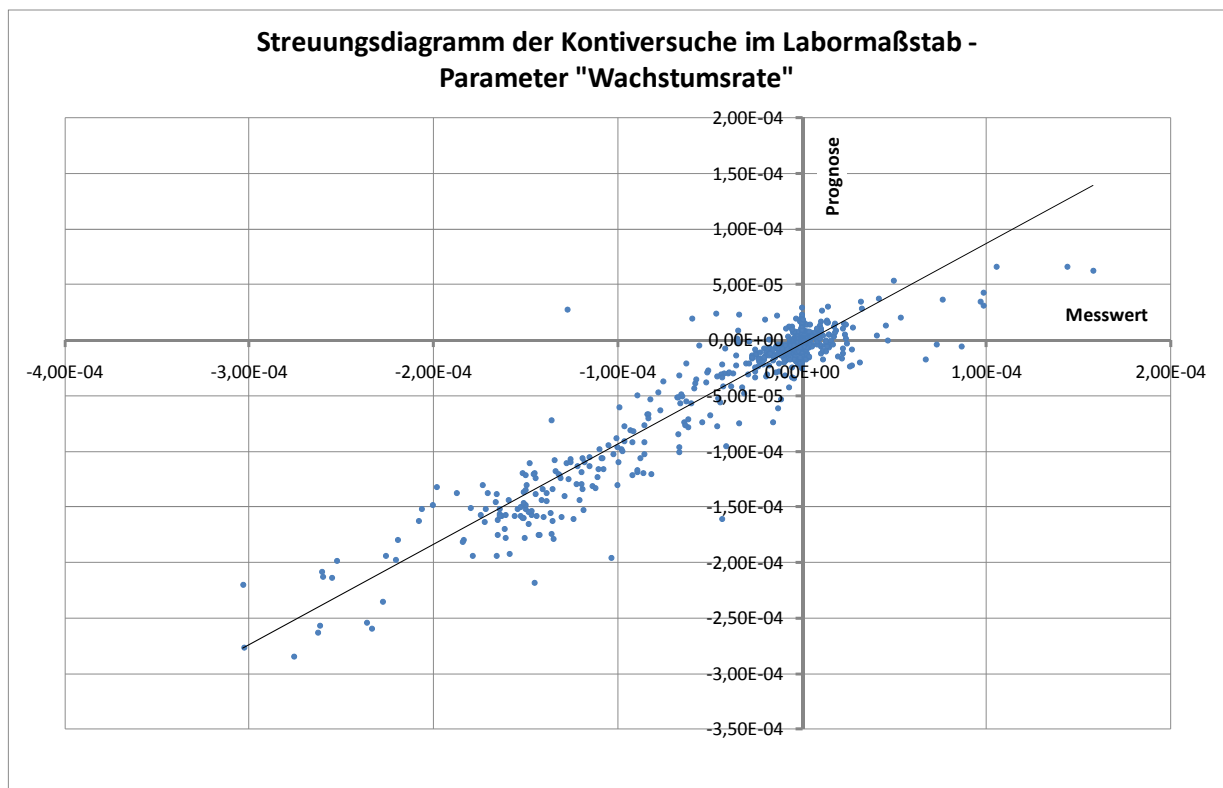


Abbildung 2-44: Streudiagramm für den Parameter „Wachstumsrate“ der Versuche zur kontinuierlichen Prozessführung im Labormaßstab

Auch bei den als kontinuierlichen Prozess durchgeführten Experimenten wurden analog zu Chargenversuchen die gleichen Parameter untersucht.

Es wurde eine signifikante Abhängigkeit der Wachstumsrate von der Partikelgröße nachgewiesen (Abbildung 2-45). Das Wachstum ist außerdem sehr stark vom Medianwert des im Prozessraum vorliegenden Gesamtpartikelgrößenspektrums abhängig. Dies trifft insbesondere für die größeren Kornklassen zu.

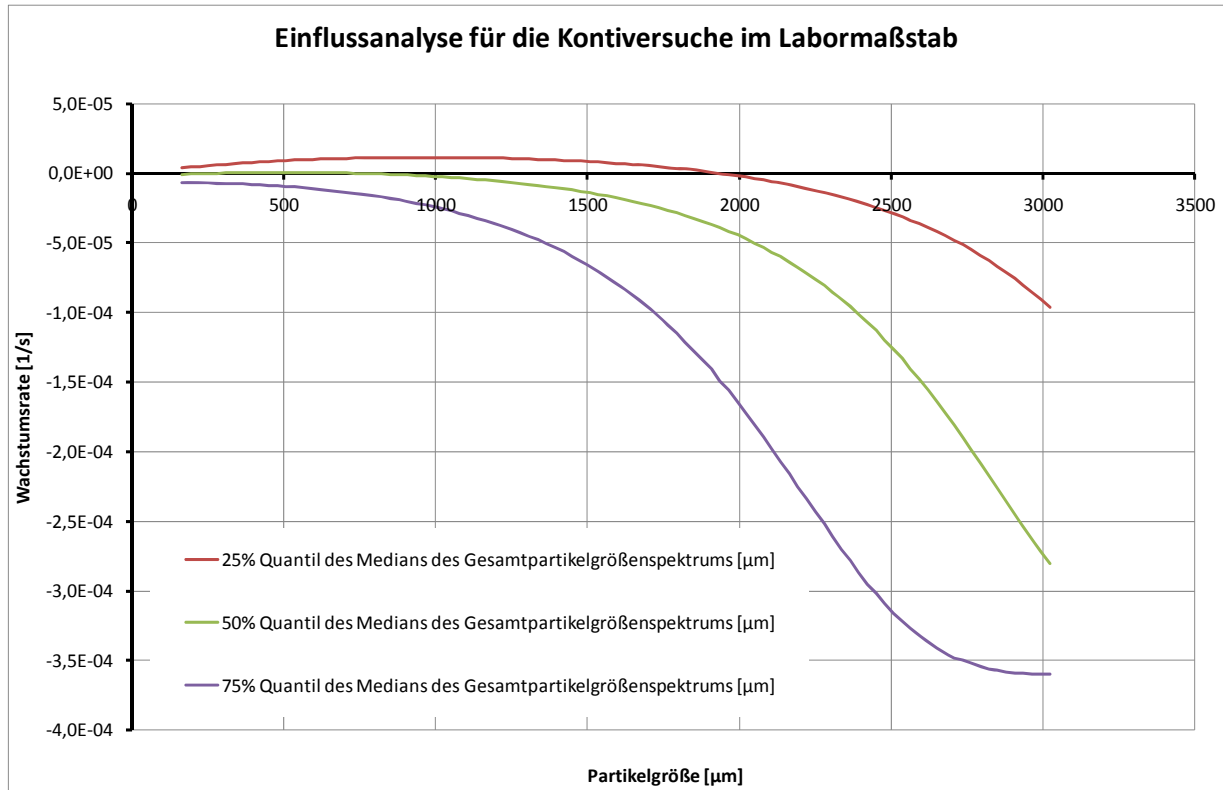


Abbildung 2-45: Gesamt-Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Median der Gesamtverteilung“ für die Kontroversuche im Labormaßstab

Auch die Abhängigkeiten der Wachstumsrate von der Breite der Kornverteilung in der Wirbelschicht kann nachgewiesen werden. In der Abbildung 2-46 wird dies dargestellt. In den feineren bis mittleren Korngrößen zeigen sich kaum Abhängigkeiten von der Verteilungsbreite. Demgegenüber ist die Imperfektion der Gesamtverteilung von signifikanter Bedeutung bei größeren Kornklassen.

Bezüglich des Parameters Sprühdruk zeigen sich unterschiedliche Wachstumsraten als Funktion der Partikelgröße in Abbildung 2-47. Eine Änderung des Sprühdrukkes führt zu einer leichten Verschiebung der Kurve.

Bei der Untersuchung der spezifischen Sprührate werden im Vergleich zu den Ergebnissen der Chargenversuche (siehe Abbildung 2-43) qualitativ abweichende Kurvenverläufe erkennbar. Bei kontinuierlicher Prozessführung weisen die Wachstumsraten negative Beträge für alle Partikelgrößen auf (Abbildung 2-48). Das bedeutet Verschiebungen des Korngrößenspektrums mit zunehmender Versuchsdauer.

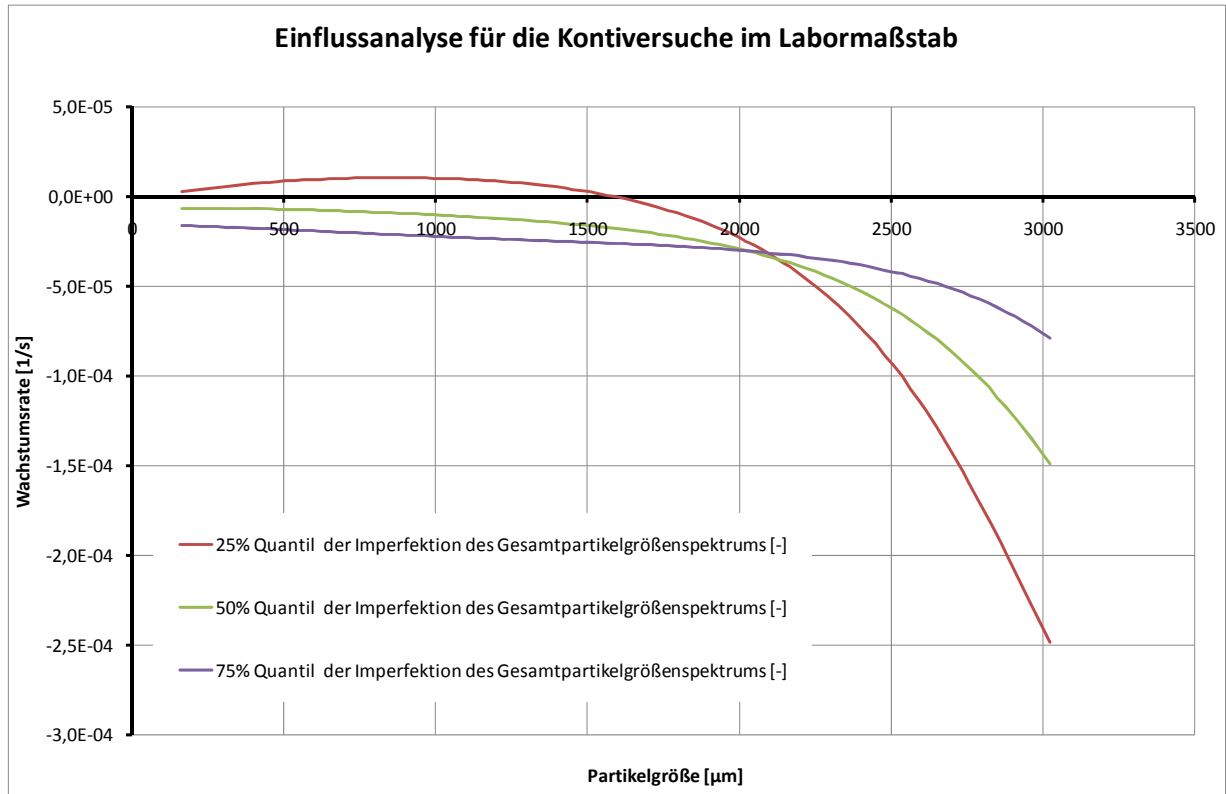


Abbildung 2-46: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Gesamtverteilungsbreite“ für die Kontiversuche im Labormaßstab

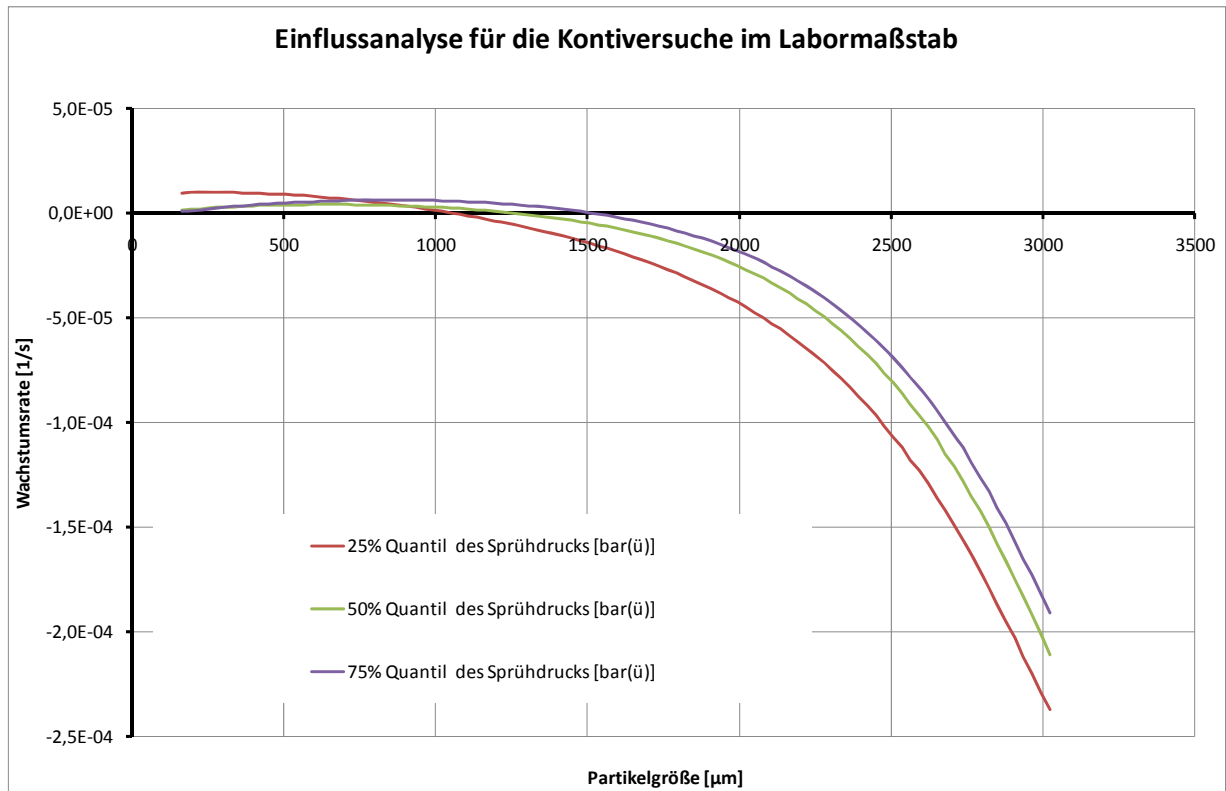


Abbildung 2-47: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Sprühdruk“ für die Kontiversuche im Labormaßstab

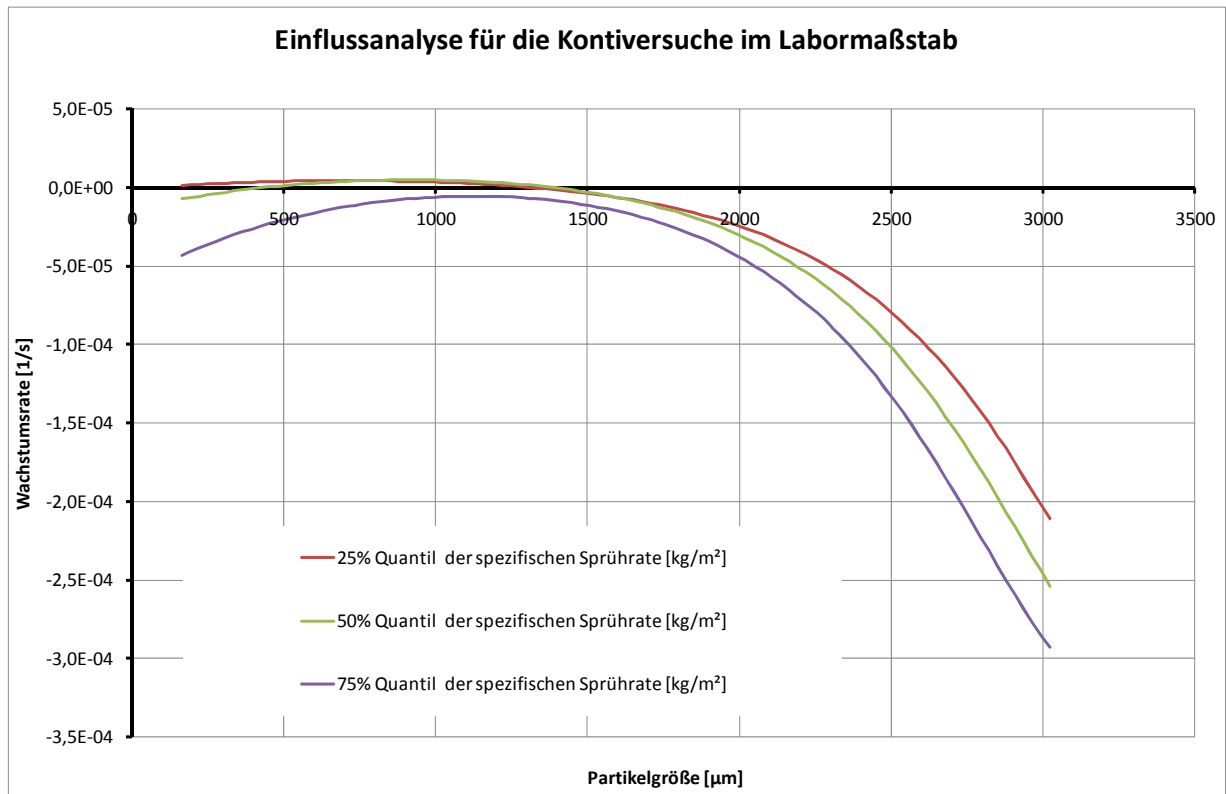


Abbildung 2-48: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „spezifischen Sprühdichte“ für die Kontroversuche im Labormaßstab

Zusätzlich zur den Laborversuchen an der AGT 150 wurden Pilotversuche am GF 20 durchgeführt. Auch diese Experimente wurden mit der gleichen Systematik analysiert. Die Abbildung 2-49 stellt das Streudiagramm für die Pilotversuche hinsichtlich der Wachstumsrate als Parameter dar.

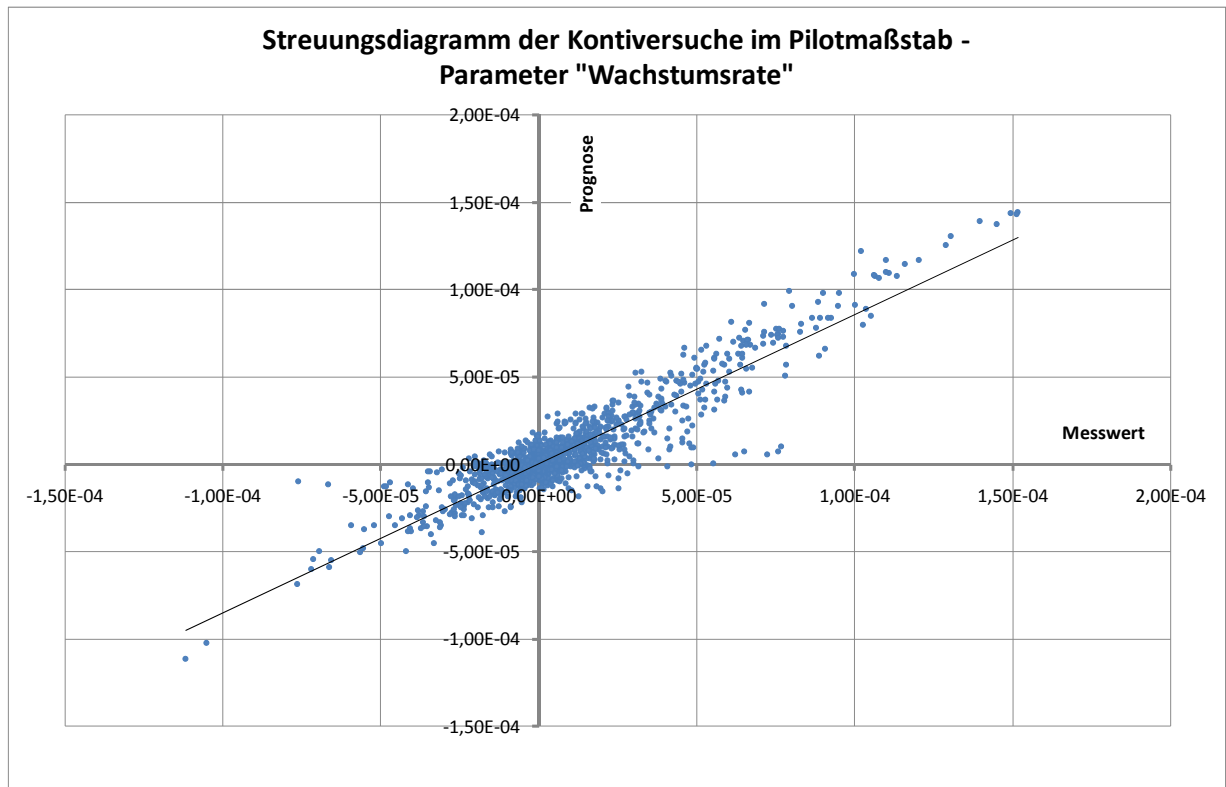


Abbildung 2-49: Streudiagramm für den Parameter „Wachstumsrate“ der Versuche zur kontinuierlichen Prozessführung im Pilotmaßstab

Die Prognosen des aus den Versuchsdaten erzeugten künstlichen neuronalen Netzes weisen eine ausreichende Vorhersagegenauigkeit bei einem relativen Fehler von 2,14% auf.

Die verschiedenen Einflussanalysen weisen qualitativ unterschiedliche Verläufe sowohl im Vergleich zu den Chargen- als auch zu den kontinuierlichen Versuchen auf.

Im Pilotmaßstab herrschen starke Abhängigkeiten der Wachstumsrate von der Partikelgröße und vom Medianwerte des Gesamtpartikelgrößenspektrums. Es ist charakteristisch, dass die Wachstumsraten der unteren Kornklassen positive Beträge der Wachstumsraten aufweisen (Abbildung 2-50). Daraus wird erkennbar, dass der Massenanteil an kleineren Partikeln im Prozess im untersuchten Parameterbereich stetig ansteigt.

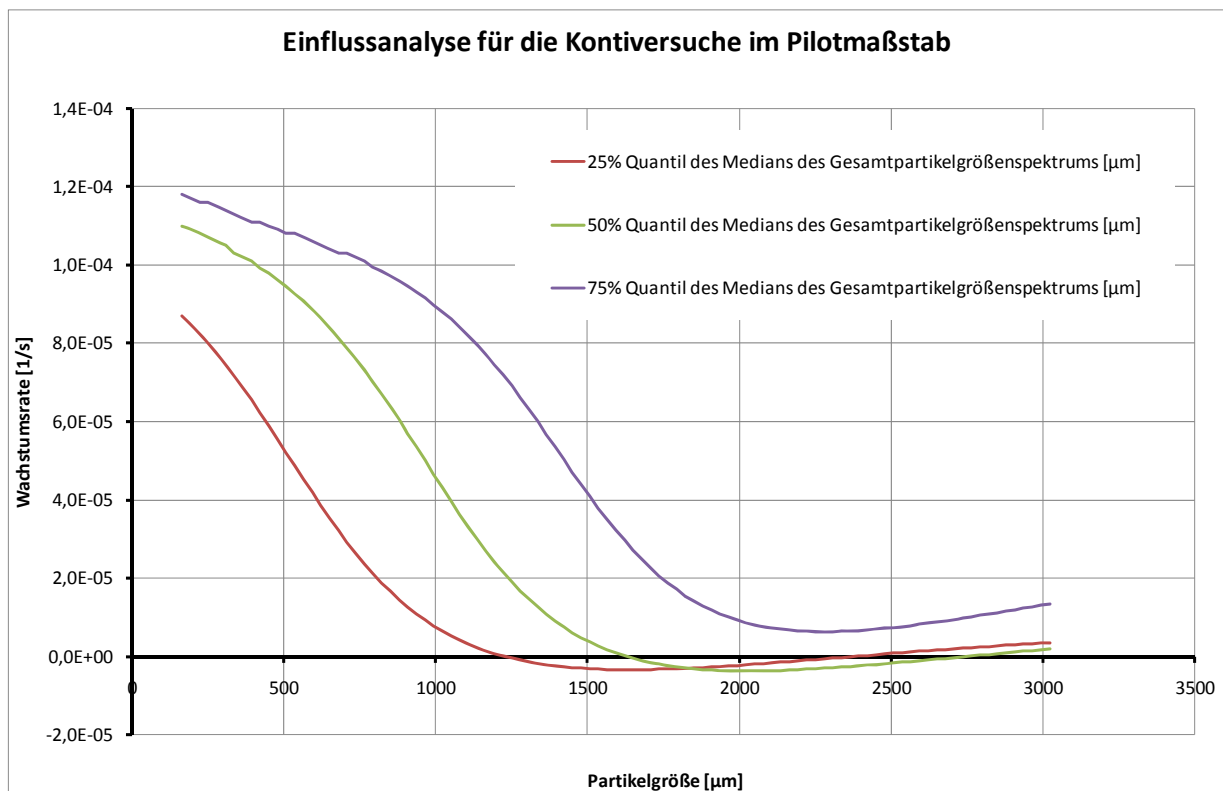


Abbildung 2-50: Gesamt-Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Median der Gesamtverteilung“ für die Kontroversuche im Pilotmaßstab

Qualitativ vergleichbare Tendenzen hinsichtlich der Wachstumsrate der unteren Kornfraktionen zeigen die Resultate in Abbildung 2-51. Die Imperfektion des Gesamtgrößenspektrums hat nur einen signifikanten Einfluss auf das Wachstumsverhalten der kleineren Fraktionen.

Bei Vorliegen von sehr breiten Korngrößenverteilungen im Apparat (gekennzeichnet durch hohe Werte der Imperfektion) steigen die Beträge der Wachstumsraten der Feinanteile an.

Auch der Einfluss der spezifischen Flüssigkeitseindüsung wurde analysiert, wie es in der Abbildung 2-52 dargestellt wird. Bei einer hohen flächenbezogenen Sprühmenge reduziert sich die Bildung von feinen Teilchen. Dies ist durch die reduzierte Wachstumsrate der kleinen Partikelgrößen mit zunehmendem Quantil der spezifischen Sprührate erkennbar.

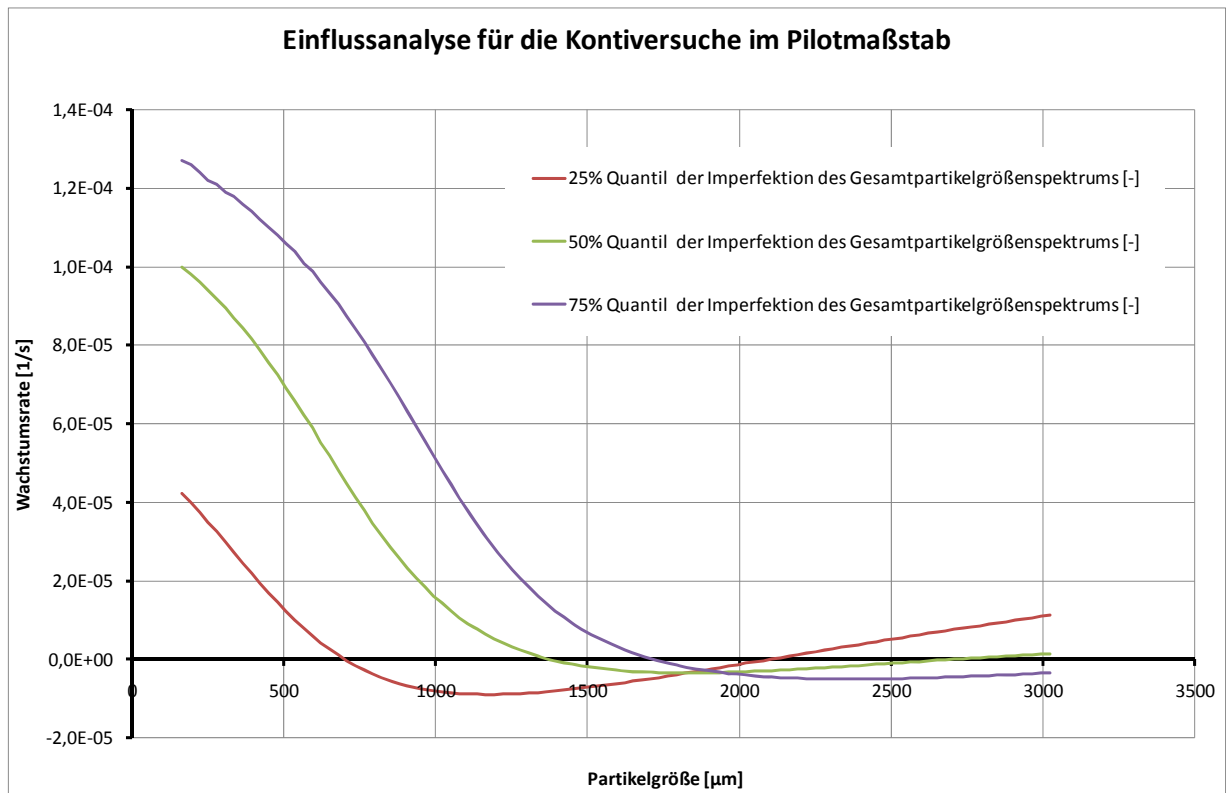


Abbildung 2-51: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „Gesamtverteilungsbreite“ für die Kontiversuche im Pilotmaßstab

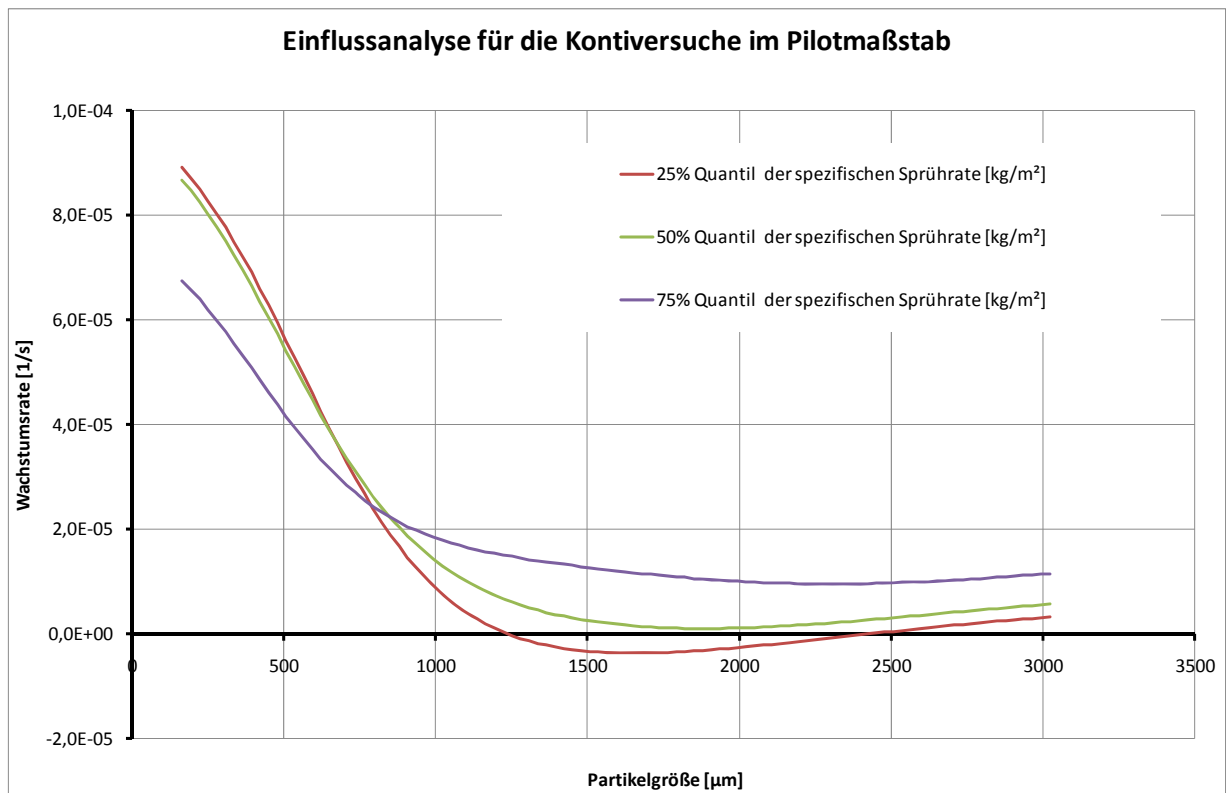


Abbildung 2-52: Einflussplots für den Parameter „Wachstumsrate“ in Abhängigkeit von „Partikelgröße“ und „spezifischen Sprühdichte“ für die Kontiversuche im Pilotmaßstab

Auch die Anteile an größeren Fraktionen wachsen schneller an, wenn die spezifische Sprühdichte zunimmt. Die absoluten Beträge sind jedoch deutlich geringer.



### **3 Experimentelle Untersuchungen zum Verweilzeitverhalten kontinuierlicher Wirbelschichttrinnen**

#### **3.1 Vorbetrachtungen**

Wie bereits in Abschnitt 1.3.3 einführend erläutert wurde, hängt das dynamische Verhalten von Wirbelschichtapparaten unter anderem sehr stark von den Mischungsvorgängen der dispersen Phase und somit von der räumlichen Dispersion ab.

Da Dispersionsvorgänge in diesem Zusammenhang in alle Raumrichtungen wirken, liegt es nahe, dass auch die Apparategeometrie in Form von Länge, Breite und Höhe selbst direkt das dynamische Verhalten mitbestimmt.

Zur Beschreibung der Partikeldispersion langgestreckter Wirbelrinnen ist zu beachten, dass zusätzlich zur Partikeldispersion infolge der aufsteigenden Gasblasen auch die Strömung der Teilchen vom Zuführungsort zum Feststoffaustrag berücksichtigt werden muss.

#### **3.2 Experimentelle Untersuchungen an der Pilotanlage „GF 20“**

Um verfahrens- und anlagentechnische Einflussgrößen systematisch herauszuarbeiten, wurden Experimente im kleintechnischen Maßstab an einer Wirbelrinne durchgeführt.

Das Zeitverhalten von durchströmten verfahrenstechnischen Apparaten wird üblicherweise experimentell bestimmt. Dazu können beispielsweise Tracer-Substanzen unter genau definierten Bedingungen in die Strömung gegeben werden. Am Austritt des Systems wird dann der zeitliche Verlauf der Tracer-Konzentration ermittelt und das Verweilzeitpektrum berechnet.

Zur Charakterisierung des Verweilzeitverhaltens der im Rahmen dieser Arbeit genutzten kleintechnischen Pilotanlage „GF 20“ wurden eine Reihe von experimentelle Untersuchungen durchgeführt [81].

Hierbei wurden zwei verschiedene Materialien als Tracer beziehungsweise als Grundmaterial verwendet. Diese Quelle bilden die Grundlage für die nachfolgenden Abschnitte.

In Abbildung 3-1 ist der grundlegende Versuchsaufbau dargestellt worden. Die eingekreisten Kennziffern verweisen auf kritische Punkte, die in nachfolgenden Abschnitten dieser Arbeit näher diskutiert werden.

Es bestand die Zielstellung, eine möglichst einfache und auch bei Bedarf im großtechnischen Maßstab durchführbare Methodik zu entwickeln und auf ihre Tauglichkeit praktisch zu untersuchen. Aus diesem Grund wurde ein relativ einfaches Stoffsystem „Grundstoff-Tracer“ verwendet. Es wurde angestrebt, die Auswertung des dynamischen Verhaltens des Wirbelschichtapparates ohne aufwendige Analyseverfahren und spezielle Kenntnisse „vor Ort“ zu ermöglichen.

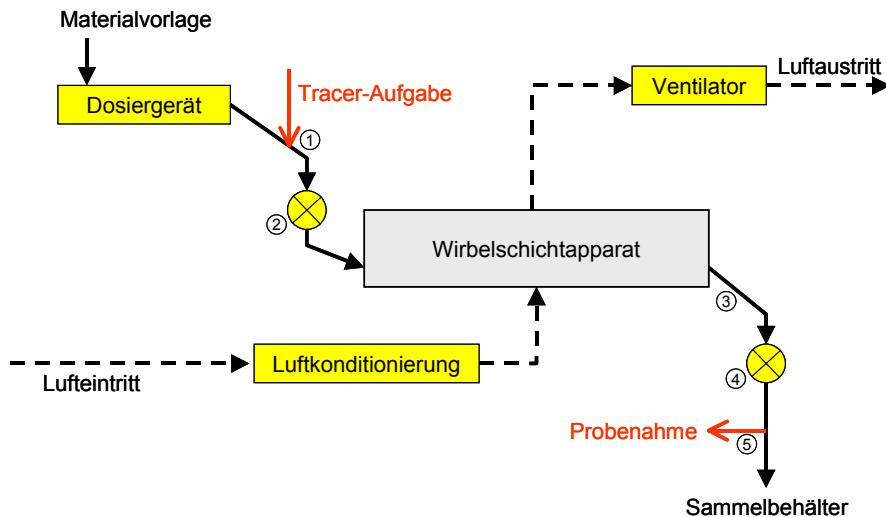


Abbildung 3-1 : Schema der Verweilzeituntersuchungen

Im Rahmen der Recherchen und Untersuchungen von *Kuske* [81] wurde der Einsatz von Phosphaten als Modellsubstanzen getestet. Von einer Produktionsanlage, die nach dem Prinzip der Wirbelschicht-Sprühgranulation arbeitet und unterschiedliche Phosphatqualitäten herstellt, waren Mononatriumphosphat-2-hydrat (Hersteller: Chemische Werke Piesteritz GmbH) (abgekürzt als: „Mona“) und Trinatriumphosphat-12-hydrat (Hersteller: Chemische Werke Piesteritz GmbH / CAS-Nr.: 7601-54-9) (abgekürzt als: „Trina“) in granularer Form verfügbar.

Auf Grund ihres unterschiedlichen pH-Verhaltens wurden diese beiden Substanzen sowohl als Grund- als auch als Tracer-Material verwendet.

Bei der Versuchsdurchführung wurden nach Aufgabe des Tracers in den konstanten Massenstrom des Grundmaterials Proben am Austrag des Wirbelschichtapparates entnommen. Diese Proben stellen Mischungen der beiden Phosphate dar. Zur Analyse des dynamischen Verhaltens des Apparates wurden die zu definierten Zeitpunkten genommen Proben entsprechend einer Durchführungsvorschrift aufbereitet und nachfolgend hinsichtlich ihres pH-Wertes analysiert.

Über Kalibrierkurven wurde der Gehalt an Tracer-Substanz im Gesamtaustrag aus dem Wert der pH-Wert-Messung bestimmt. Dazu wurden zuvor die dazu erforderlichen Regressionen ermittelt. In Abbildung 3-2 und Abbildung 3-3 wurden die beiden Abhängigkeiten grafisch dargestellt.

Die Hauptparameter der betrachteten Verweilzeitexperimente wurde in Tabelle 3-1 und Tabelle 3-2 zusammengefasst.

Bei den Versuchen in Tabelle 3-1 wurde „Mona“ als Tracer-Substanz eingesetzt. Die Pilotanlage wurde mit einem konstanten Massenstrom von 20 kg/h an „Trina“ betrieben.

Im Gegensatz dazu diente „Trina“ als Tracer bei den Experimenten von Tabelle 3-2. Der Grundstoff-Massenstrom, hier nun „Mona“, wurde beibehalten.

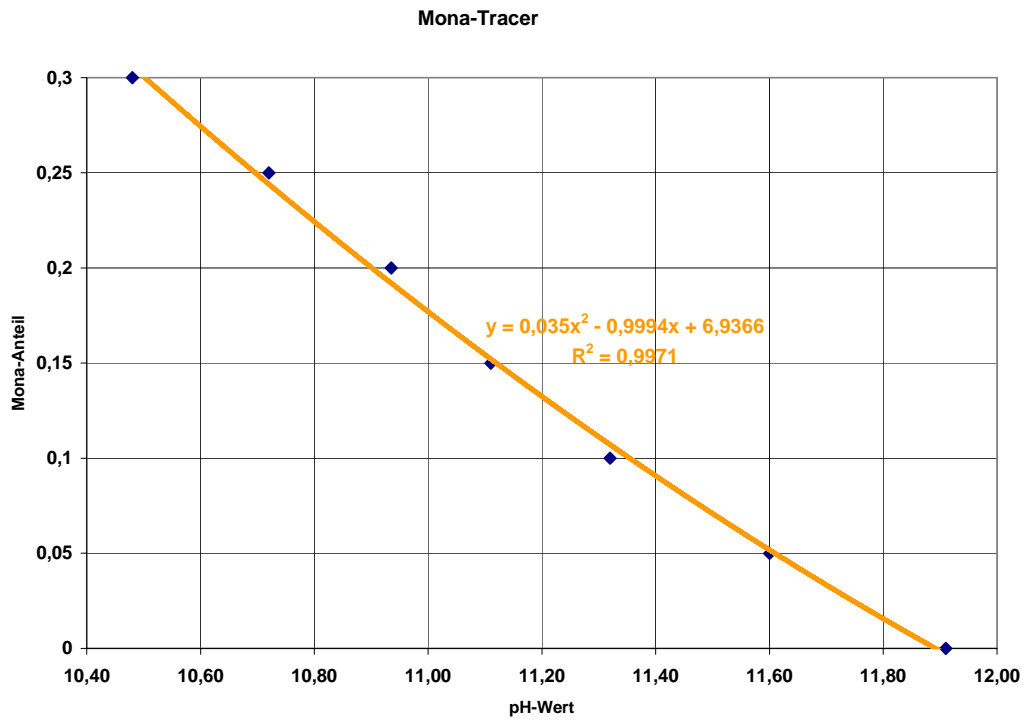


Abbildung 3-2: Kalibrierkurve für die Mononatriumphosphat-2-hydrat (Abk.: Mona) als Tracer

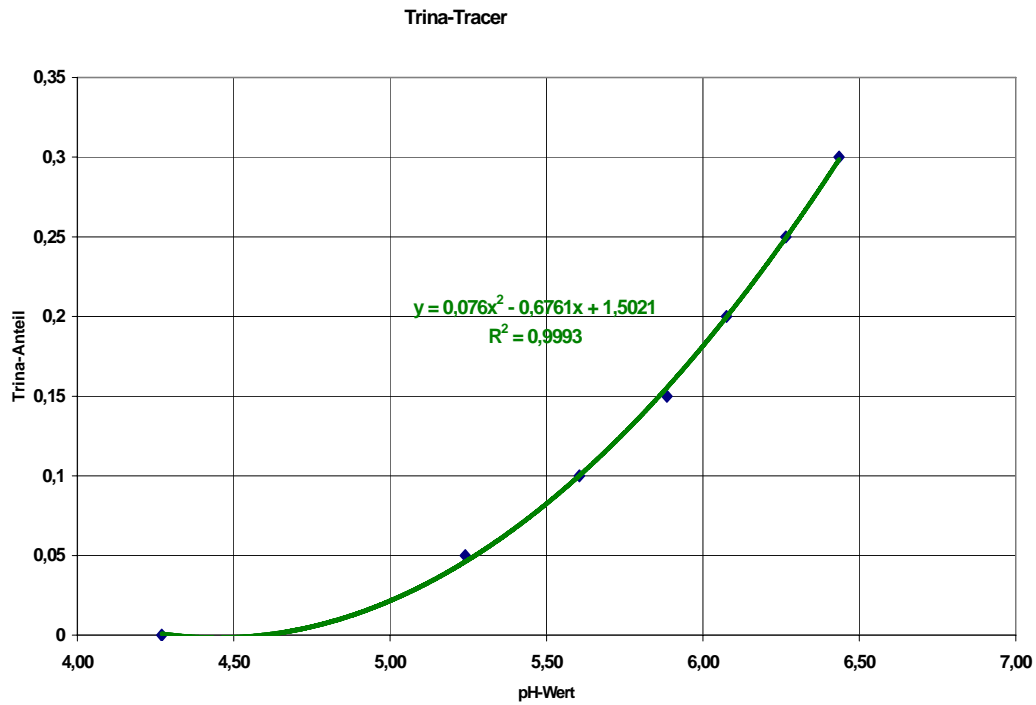


Abbildung 3-3: Kalibrierkurve für die Trinatriumphosphat-12-hydrat (Abk.: Trina) als Tracer

Nummer	051202-A	070103-A	070103-B	080103-A	080103-B
Grundstoff	Trina	Trina	Trina	Trina	Trina
Tracer	Mona	Mona	Mona	Mona	Mona
Tracerzugabe	5 kg	5 kg	5 kg	5 kg	5 kg
Schichtmasse	25 kg	25 kg	25 kg	25 kg	25 kg
Luftmenge	491,3 m <sup>3</sup> /h +2,7 / -4,3	504,9 m <sup>3</sup> /h +5,1 / -5,1	501,8 m <sup>3</sup> /h +4,5 / -5,8	701,6 m <sup>3</sup> /h +2,4 / -3,6	704,6 m <sup>3</sup> /h +3,7 / -3,8
Durchsatz Grundstoff	20 kg/h	20 kg/h	20 kg/h	20 kg/h	20 kg/h
Versuchsdauer	150 min	140 min	140 min	140 min	140 min
mittl. hydraul. Verweilzeit	75 min	75 min	75 min	75 min	75 min

Tabelle 3-1 : Hauptparameter der Verweilzeitexperimente – Teil 1

Nummer	090103-A	090103-B
Grundstoff	Mona	Mona
Tracer	Trina	Trina
Tracerzugabe	5 kg	5 kg
Schichtmasse	25 kg	25 kg
Luftmenge	502,2 m <sup>3</sup> /h +4,1 / -4,2	703,1 m <sup>3</sup> /h +5,2 / -4,0
Durchsatz Grundstoff	20 kg/h	20 kg/h
Versuchsdauer	140 min	140 min
mittl. hydraul. Verweilzeit	75 min	75 min

Tabelle 3-2 : Hauptparameter der Verweilzeitexperimente – Teil 2

In sämtlichen Versuchen wurde nach einem zuvor festgelegten Ablauf verfahren. Die Probenahme am Austrag erfolgten in gleichmäßigen Zeitintervallen. Die Probenmengen von etwa 1 kg wurden verschlossen und später für die anschließende Analyse mittels Probenteilung auf die Analysenmenge reduziert.

Die Messung des pH-Wertes erfolgte in einer 10%-igen Lösung. Diese wurde durch Auflösen von 10 g der entsprechenden Probe in 90 g Wasser konstanter Temperatur hergestellt. Messfehler und Schwankungen seitens der Analyse wurden durch Doppelbestimmung jeder Probe reduziert.



Abbildung 3-4: Messgerät WTW Typ pH 340 (Hersteller: WTW, Weilheim)

Zur Messung wurde ein Messgerät WTW Typ pH 340 (Hersteller: WTW, Weilheim) genutzt (Abbildung 3-4). Das Gerät wurde zusammen mit einer pH-Einstabmesskette mit integriertem Temperaturfühler vom Typ WTW SenTix 81 verwendet.

Diese Messeinrichtung besitzt einen Messbereich von pH=0...14 bei einer Temperatur von 0...100°C. Das Gerät wurde vor jeder Messreihe mit mehreren technischen Pufferlösungen (pH=7,00+/-0,02, pH=4,01+/-0,02, pH=10,00+/-0,02) kalibriert.

### 3.3 Auswertung der Verweilzeitexperimente

Zunächst wurden die Proben der einzelnen Experimente auf ihren jeweiligen Tracer-Anteil untersucht. Die Ergebnisse sind in den nachfolgenden Abbildungen dargestellt worden. Bei allen Versuchen wurden zunächst die Antwortfunktionen aufgenommen. In Abbildung 3-5 und Abbildung 3-6 wurden diese Funktionen dargestellt. Da zwei unterschiedliche Tracer-Substanzen verwendet wurden, fallen auch die zeitlichen Verläufe der Antwortfunktionen verschieden aus.

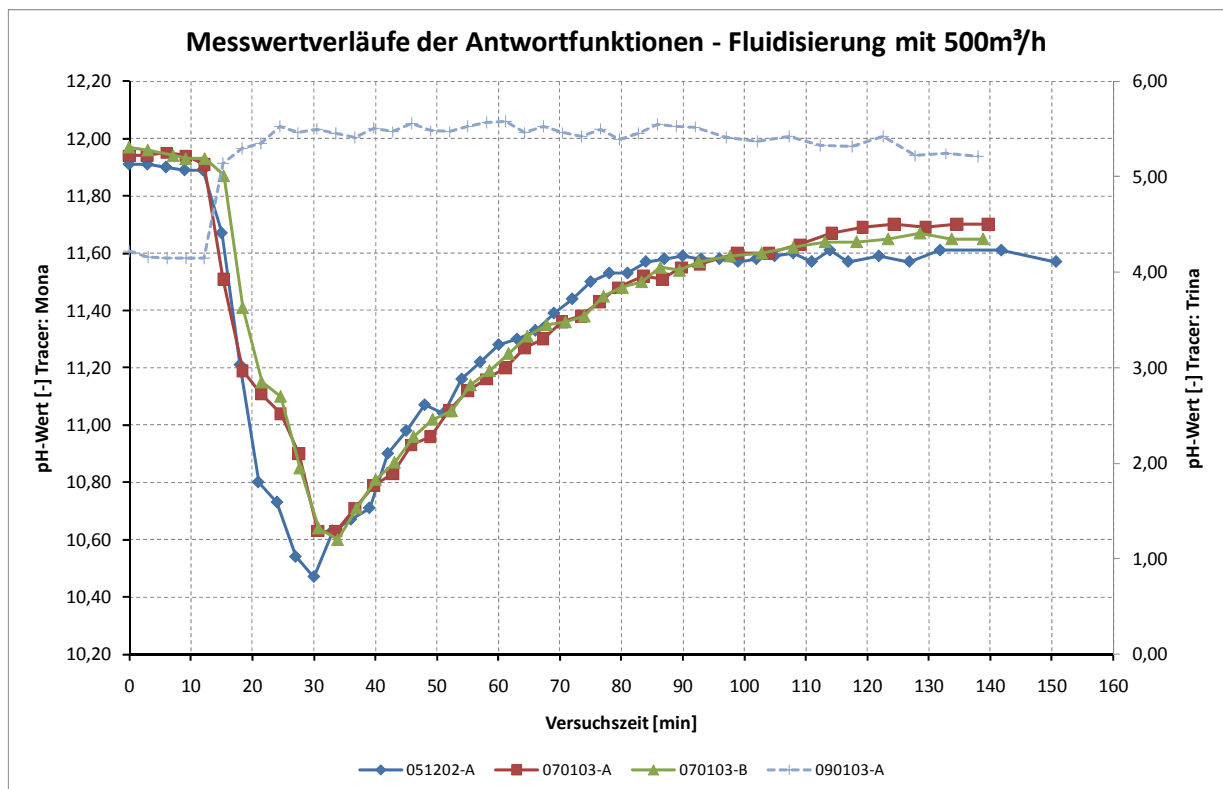


Abbildung 3-5: Messwertverläufe der Antwortfunktionen für die Fluidisierung mit 500 m³/h

Schon bei der analytischen Auswertung zeigt sich, dass sich die Prozessantworten der Experimente mit 500 m³/h bzw. 700 m³/h bei sonst vergleichbaren Parametern deutlich voneinander unterscheiden.

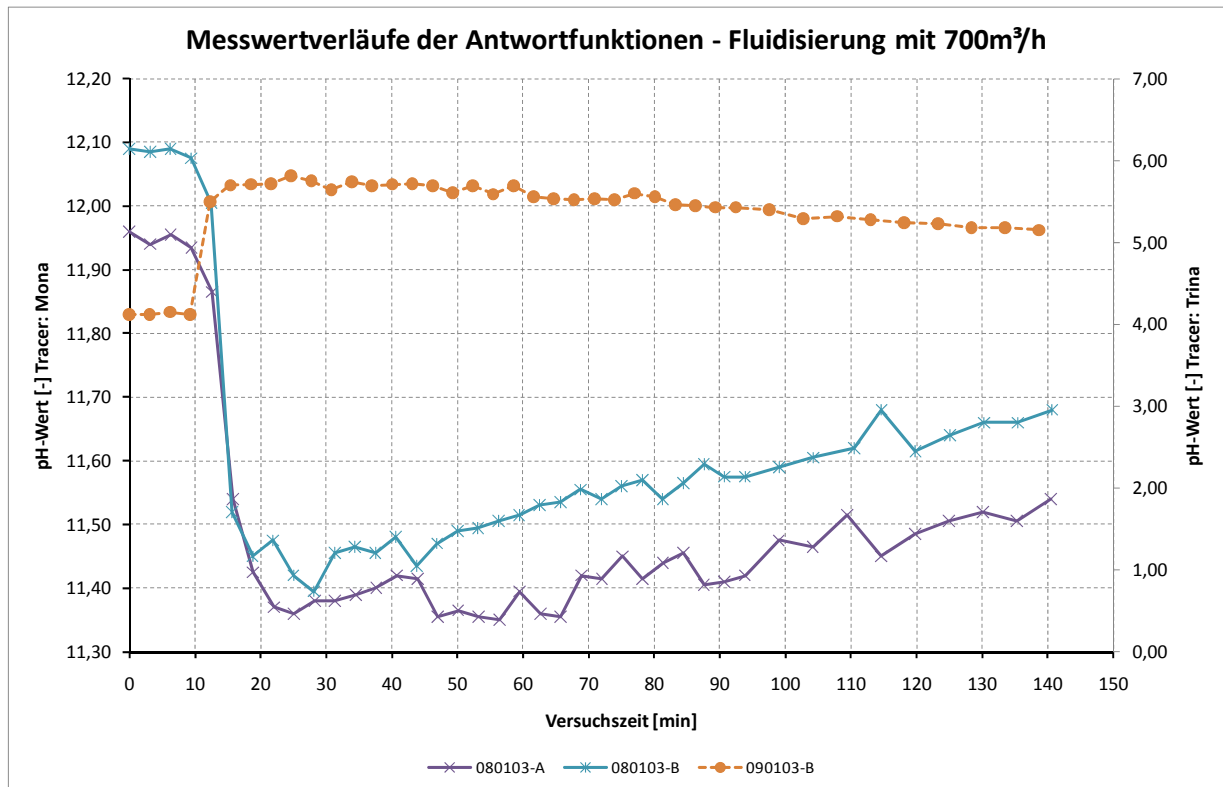


Abbildung 3-6: Messwertverläufe der Antwortfunktionen für die Fluidisierung mit 700 m³/h

Aus den Antwortfunktionen wurden die Massenanteile des Tracers im ausgetragenen Produktmassenstrom berechnet. Dazu wurden die entsprechenden Kalibrierkurven herangezogen (Abbildung 3-2, Abbildung 3-3). Auch bei dieser Darstellungsart der Antwortfunktionen gibt es signifikante Unterschiede der Antworten entsprechend der jeweiligen Prozessluftmenge.

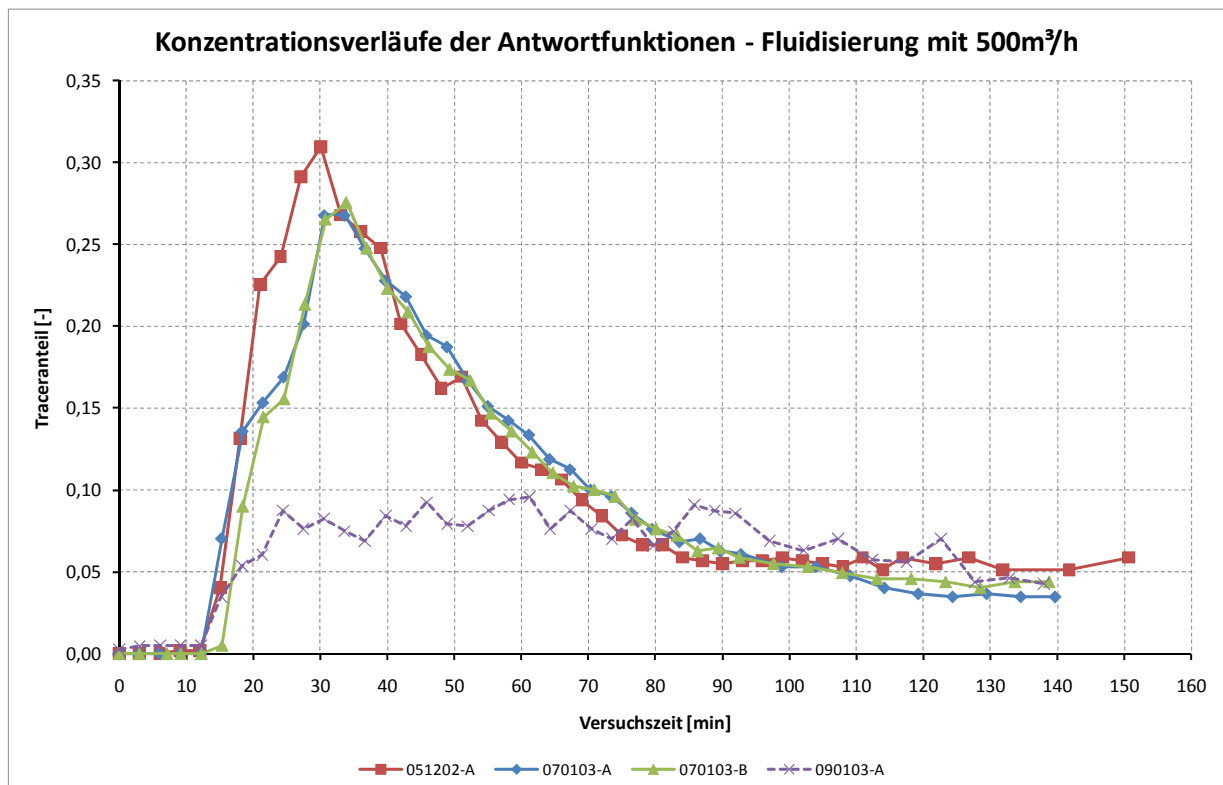


Abbildung 3-7: Konzentrationsverläufe der Antwortfunktionen für die Fluidisierung mit 500 m³/h

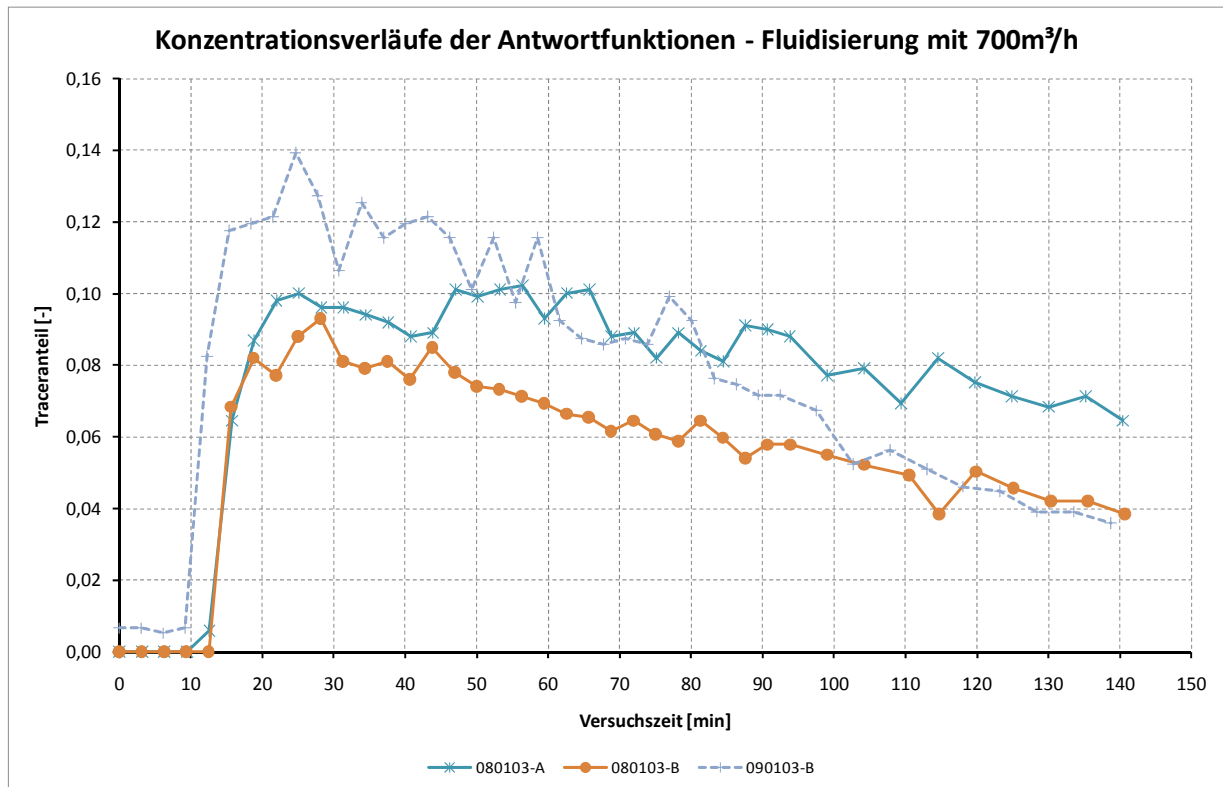


Abbildung 3-8: Konzentrationsverläufe der Antwortfunktionen für die Fluidisierung mit 700 m³/h

Aus den Konzentrationsverläufen wurden die Verweilzeitverteilungsdichten nach Formel 1-36 berechnet.

$$E(t) = \frac{\dot{n}}{n_0} = \frac{\dot{V} \cdot c(t)}{\int_0^{\infty} \dot{V} \cdot c(t) dt}$$

Formel 1-36

Die entsprechenden Ergebnisse wurden in Abbildung 3-9 und Abbildung 3-10 dargestellt.

Üblicherweise werden Verweilzeitspektren in dimensionsloser Form dargestellt. Unter Anwendung von Formel 1-34, Formel 1-35 und Formel 1-37 wurden diese berechnet und in Abbildung 3-11 und Abbildung 3-12 grafisch dargestellt.

Bei der Auswertung der einzelnen Experimente wird deutlich, dass nur die Kombination Mona als Tracer-Substanz und Trina als Grundstoff zu eindeutig auswertbaren Ergebnissen führt. Für die weitere Diskussion wird daher nur diese Materialkombination berücksichtigt.

Zunächst sind die gemessenen Verweilzeitverteilungsdichten mit auf Basis des Kaskadenmodells berechneten Werten verglichen. Die nachfolgenden Diagramme stellen die jeweiligen Kurven zusammengefasst dar. Für das Kaskadenmodell wurden unterschiedliche Zellenzahlen verwendet, die als Parameter in den entsprechenden Diagrammen erscheinen.

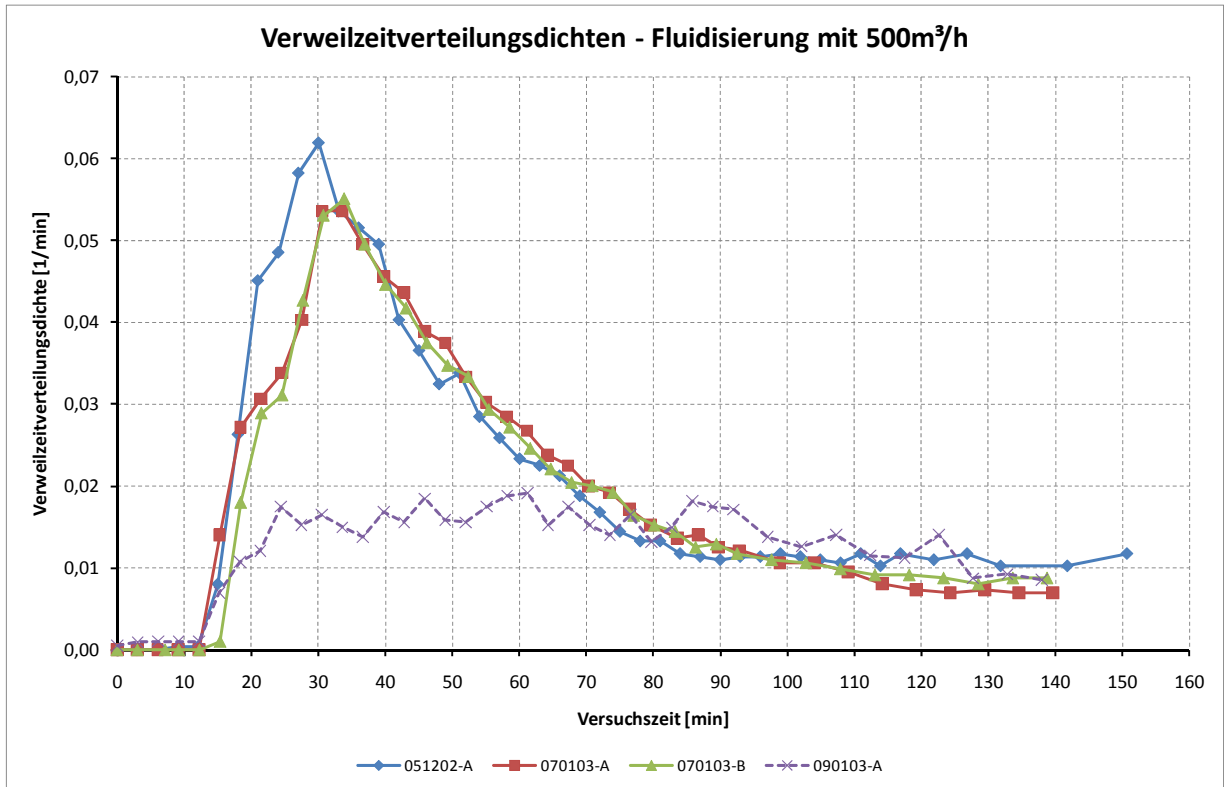


Abbildung 3-9: Verweilzeitverteilungsdichten der Versuche bei einer Fluidisierung mit 500 m³/h

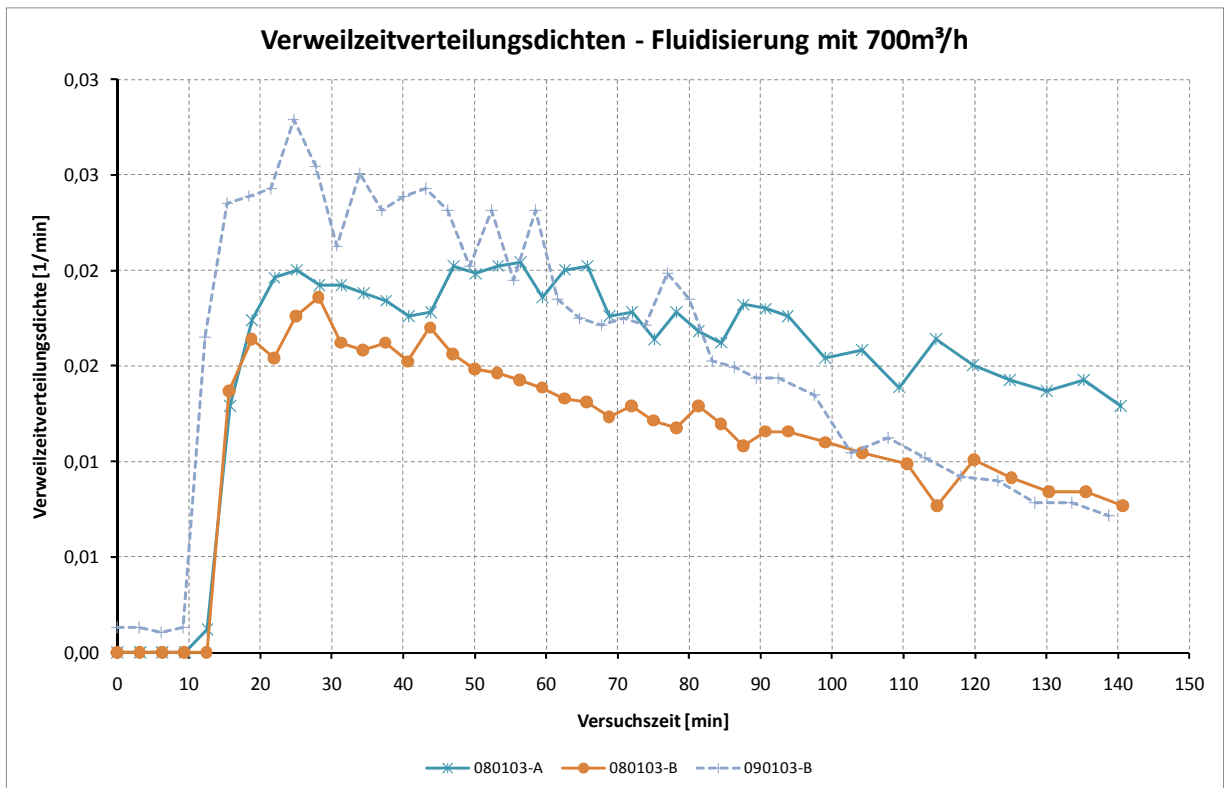


Abbildung 3-10: Verweilzeitverteilungsdichten der Versuche bei einer Fluidisierung mit 700 m³/h



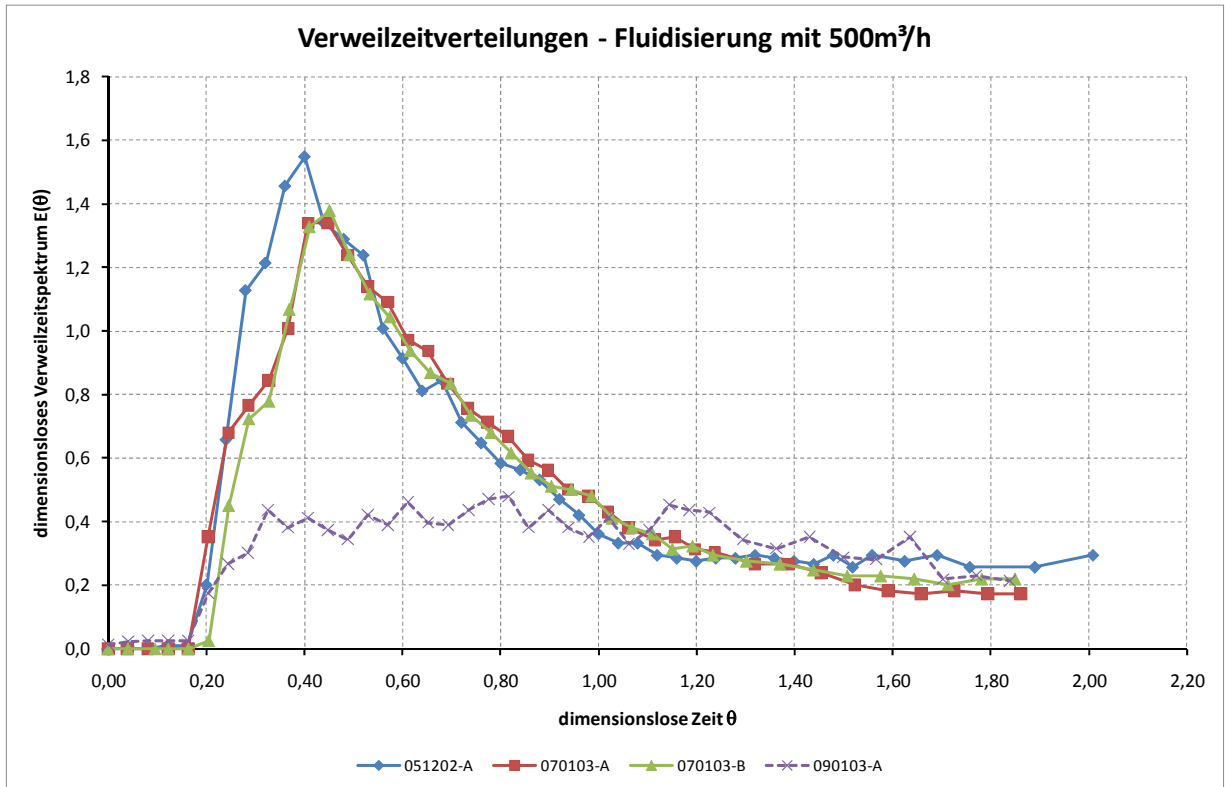


Abbildung 3-11: dimensionsloses Verweilzeitspektrum der Versuche bei einer Fluidisierung mit 500 m³/h

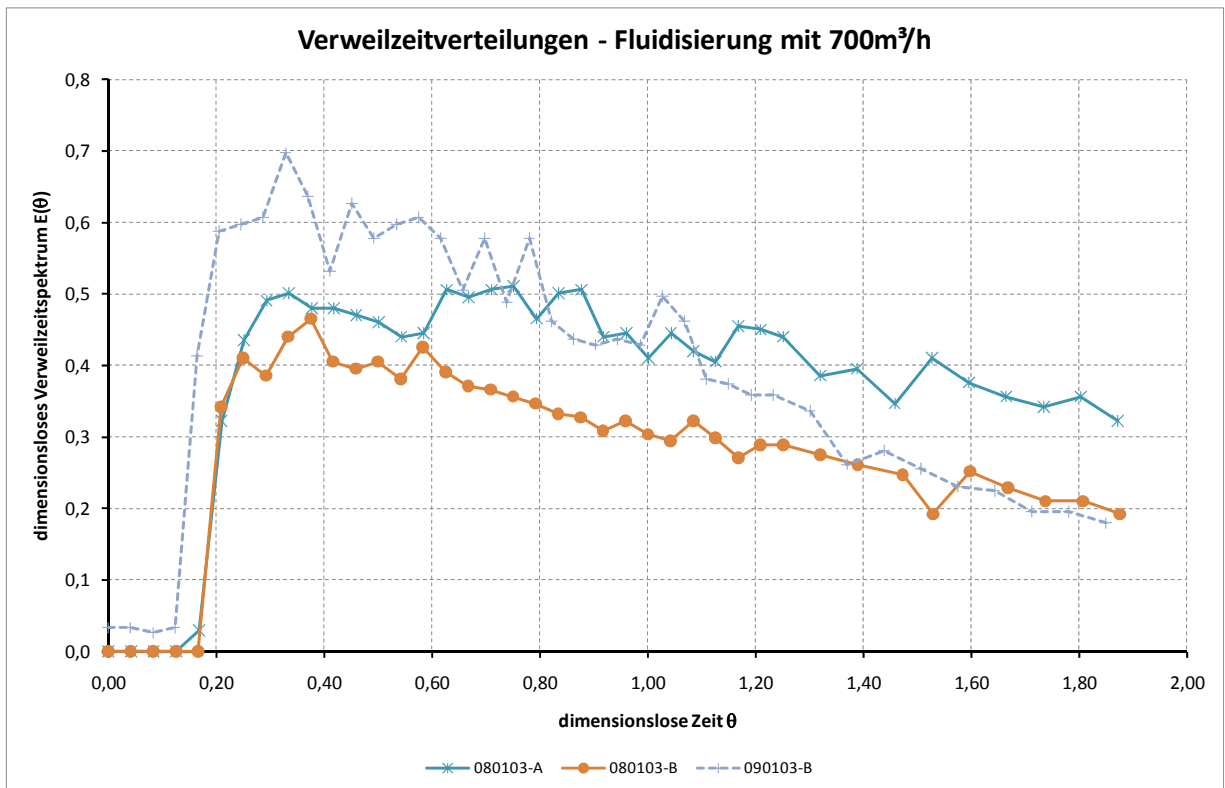


Abbildung 3-12: dimensionsloses Verweilzeitspektrum der Versuche bei einer Fluidisierung mit 700 m³/h

Den Ausgangspunkt bildet die Fluidisierung bei einer relativ geringen Luftmenge von 500 m<sup>3</sup>/h. In der Abbildung 3-13 werden die Resultate gezeigt. Es wird deutlich, dass sich die gemessenen Verteilungsdichten deutlich von den berechneten Werten unterscheiden. Es zeigt sich eine Verschiebung des Maximums in Richtung einer kürzeren Zeit um ca. 40 Minuten. Der Wert am Maximum liegt in der gleichen Größenordnung wie die berechneten für Zellenzahlen zwischen 12 und 14.

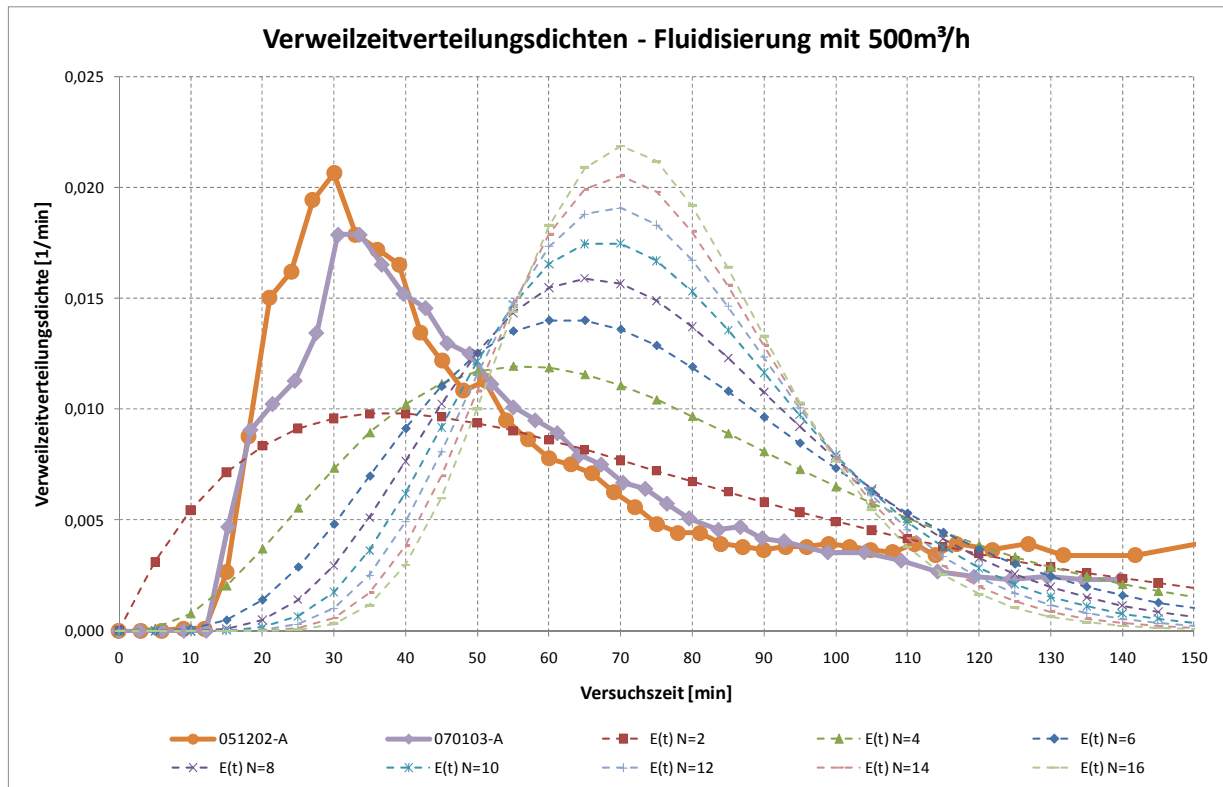


Abbildung 3-13: Verweilzeitverteilungsdichten der Versuche bei einer Fluidisierung mit 500 m<sup>3</sup>/h im Vergleich mit dem Kaskadenmodell

Es wird vermutet, dass die zeitliche Verschiebung durch die technische Ausführung des Anströmbodens als Conidur-Boden hervorgerufen wird. Dieser Typ erzeugt durch seine Konstruktion eine Umlenkung der Luftströmung direkt oberhalb des Bodens in Richtung des Feststoffaustrages und somit einen Transporteffekt.

Analoge Effekte zeigen sich natürlich auch in der dimensionslosen Darstellung der Verweilzeitverteilungen in der Abbildung 3-14.

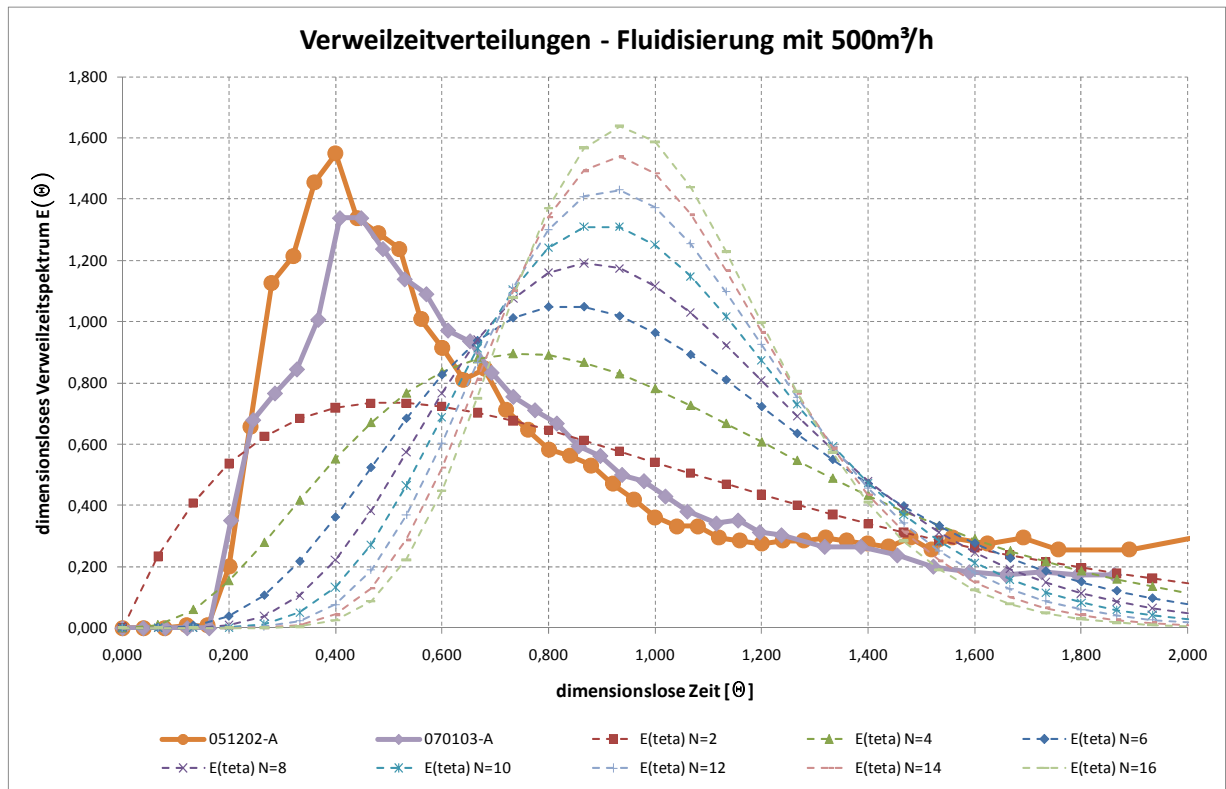


Abbildung 3-14: dimensionsloses Verweilzeitspektrum der Versuche bei einer Fluidisierung mit 500 m³/h im Vergleich mit dem Kaskadenmodell

Ein qualitativ und quantitativ anderes dynamisches Verhalten des rinnenförmigen Wirbelschichtapparates wird durch die Erhöhung der Prozessluftmenge von 500 m³/h auf 700 m³/h erzeugt. Wie in Abbildung 3-15 und Abbildung 3-16 deutlich wird, kommt es zu einer signifikanten Verbreiterung der Verweilzeitverteilung.

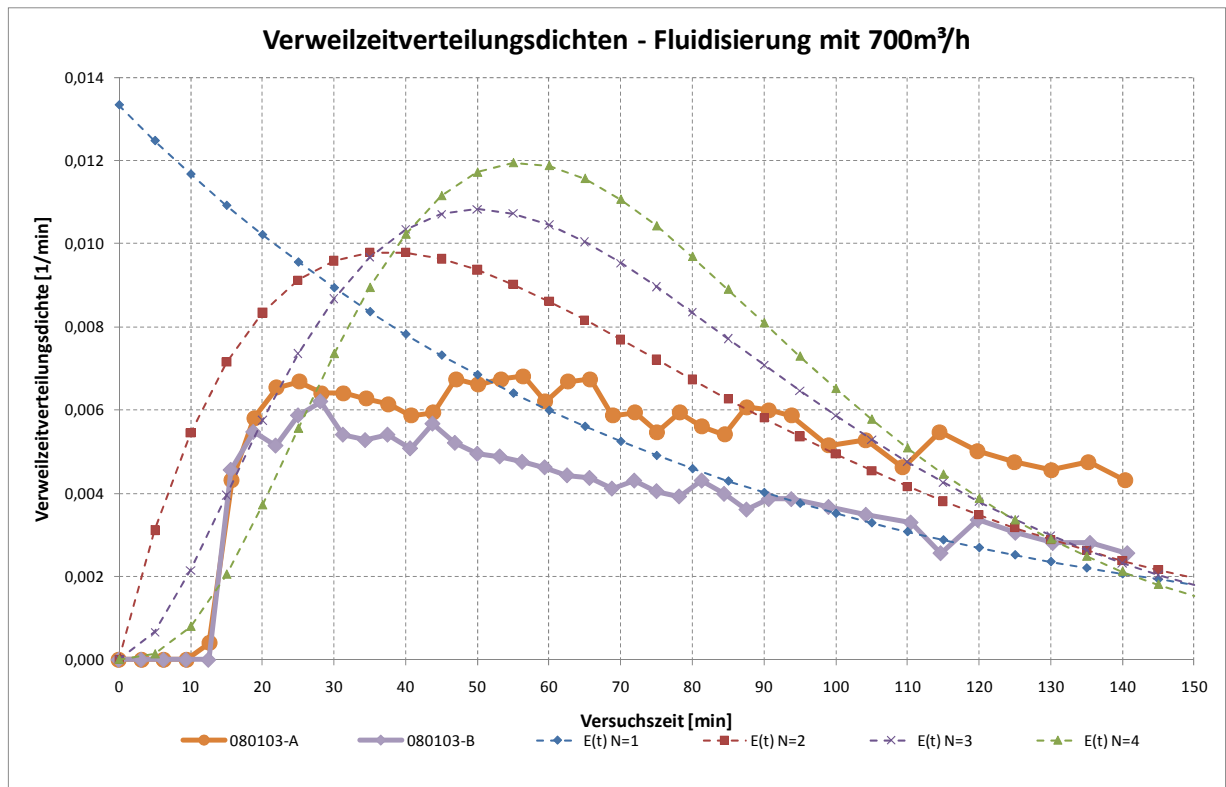


Abbildung 3-15: Verweilzeitverteilungsdichten der Versuche bei einer Fluidisierung mit 700 m³/h im Vergleich mit dem Kaskadenmodell

Im Vergleich zum bekannten Kaskadenmodell unterscheiden sich sowohl die Lage als auch der Betrag des Maximums der Messwerte im Vergleich zu den Berechnungen für unterschiedliche Zellenzahlen.

Es liegt die Vermutung nahe, dass es bedingt durch die auf 700 m<sup>3</sup>/h erhöhte Fluidisierungsgeschwindigkeit zu einer erhöhten horizontalen Dispersion in der Wirbelschicht kommt. Diese bewirkt eine Verbreiterung des Verweilzeitspektrums. Zusätzlich dazu verstärkt sich der Transporteffekt des Anströmbodens, da die Luft mit einer höheren Geschwindigkeit (und damit einem stärkeren Impuls) in den Prozessraum einströmt. Somit wird eine Verschiebung der Kurve hin zu kürzeren Zeiten erzeugt. Die mit dem Kaskadenmodell berechneten Verteilungen mit Zellenzahlen zwischen 1 und 2 bilden die experimentell ermittelten Kurvenverläufe noch am besten ab. Eine wirkliche Übereinstimmung ist jedoch nicht gegeben.

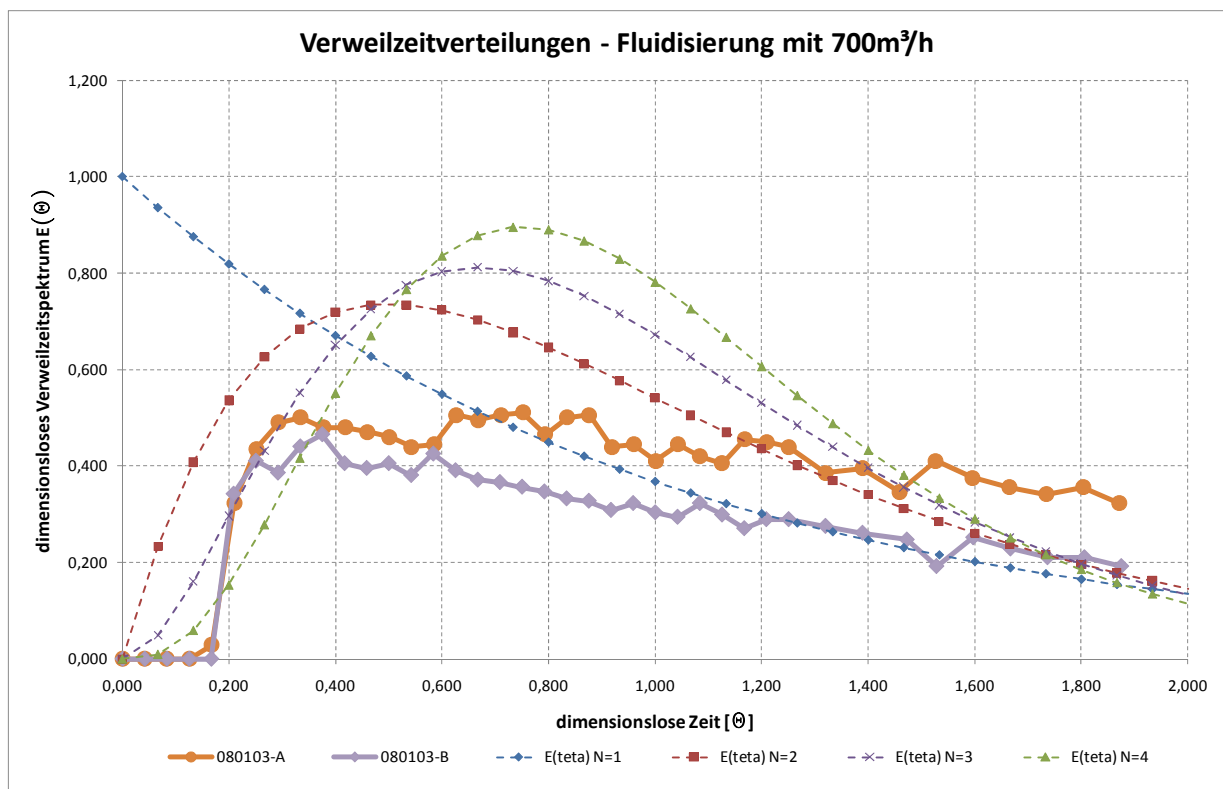


Abbildung 3-16: dimensionsloses Verweilzeitspektrum der Versuche bei einer Fluidisierung mit 700 m<sup>3</sup>/h im Vergleich mit dem Kaskadenmodell

An dieser Stelle ist auf einen wesentlichen Effekt hinzuweisen, der bei der Auswertung aller Experimente festgestellt wurde.

Bei der vorliegenden Bauform des Apparates kommt es am Feststoffaustrag zu einer signifikanten zeitlichen Verschiebung der Antwortfunktion. Der Grund dafür liegt in der geometrischen Ausführung des Austrages. In der Abbildung 3-17 wird dazu eine einfache Prinzipskizze gezeigt.

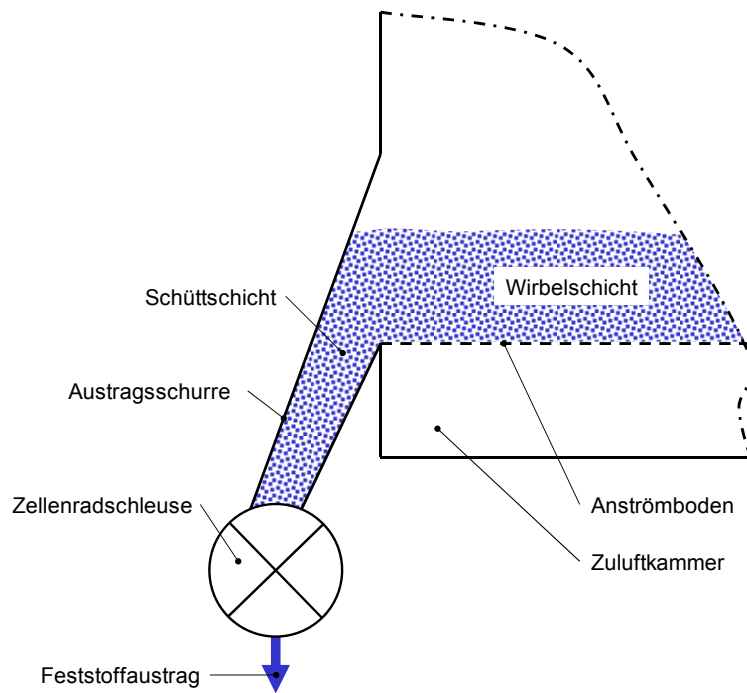


Abbildung 3-17: Prinzip des Feststoffaustrags

Im kontinuierlichen Betrieb des Apparates wird die Höhe der Wirbelschicht und somit die Wirbelschichtmasse (hold-up) möglichst konstant gehalten, indem die Drehzahl der Zellenradschleuse am Austrag entsprechend des zugeführten Feststoffmassenstroms geregelt wird. Aus technischen Gründen ist zwischen dem Austrittsquerschnitt des eigentlichen Prozessraumes und der austragsseitigen Zellenradschleuse ein, in der Praxis als Austragsschurre bezeichnetes, Übergangsgehäuse eingefügt. Diese Schurre ist bei der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Pilotanlage immer mit dem dispersen Feststoff gefüllt. Eine Fluidisierung innerhalb des Austragssystems kann vernachlässigt werden, da die Zellenradschleuse technisch für möglichst geringe Leckageströme ausgeführt wurde.

Demzufolge wird der Austrag des Tracers entsprechend des Nettovolumens des Austragssystems verzögert. Die Verzögerung beträgt im hier betrachteten Fall etwa 12 Minuten bei einem Feststoff-Massenstrom von 20 kg/h.

## 4 CFD-Modellierung von Wirbelschichttrinnen bei kontinuierlicher Betriebsweise

### 4.1 Ausgangspunkt und Methodenauswahl

Die fluiddynamischen Eigenschaften der Wirbelschicht bilden einen wesentlichen Aspekt bei der Dimensionierung von Wirbelschichtapparaten. Bei der technischen Realisierung von insbesondere großtechnischen Wirbelschichtprozessen ist die Kenntnis des hydrodynamischen Verhaltens des konzipierten Apparates für die Maßstabsübertragung erforderlich. Besonderes Interesse gilt dabei den Strömungsvorgängen der dispersen Feststoffphase innerhalb des Prozessraumes.

Zur Durchführung der hydrodynamischen Modellberechnungen wurde das kommerziell verfügbare CFD – Paket „FLUENT“ (Hersteller: Ansys Germany GmbH, Darmstadt) in der Version 6.2 verwendet. Dieses Software-System bietet unter anderem die Möglichkeit zur Simulation von Mehrphasensystemen, wobei die Modellierung auf unterschiedlichen Methoden basieren kann.

Für die im Rahmen dieser Arbeit durchzuführenden Berechnungen wurden die folgenden inhaltlichen Schwerpunkte zur Problemdefinition gesetzt:

- es sind die lokalen Konzentrationen der einzelnen Phasen im Prozessraum zu berechnen,
- gesucht sind die instationären Konzentrationsverläufe insbesondere am Austritt der dispersen Phase sowie die Mittelwerte der einzelnen Phasen im Prozessraum und
- Strömungen in Apparaten unterschiedlicher räumlicher Ausdehnung, beginnend vom Labor- bis hin zur industriellen Großanlage, sollen modelliert werden können.

Für die weiteren Schritte wird die folgende Annahme getroffen, dass alle am Prozess beteiligten Phasen vollständig ineinander mischbar sind.

Ausgehend von den zuvor dargestellten Punkten wurde der Euler-Euler-Ansatz für die hydromechanische Modellierung der Wirbelschichtrinne ausgewählt. Es existieren nach diesem Ansatz mehrere grundlegend verschiedene Mehrphasenmodelle, wie beispielsweise das VOF-Modell („volume of fluid“), das Mischungsmodell sowie das eigentliche Euler-Modell.

Zur Modellierung von Gas-Feststoff-Wirbelschichten ist das Euler-Modell besonders geeignet, da es auch für höhere Feststoffanteile einsetzbar ist. Die anderen beiden Modelle sind mehr geeignet für Betrachtungen, die sich mit der Position der Phasengrenzflächen befassen (VOF), bzw. bei Berechnungen ohne Berücksichtigung der Relativgeschwindigkeit zwischen den Gasen (Mischung) ([31]).

Das Euler-Modell ist das komplexeste Mehrphasenmodell. Es werden die Momenten- und Erhaltungsgleichungen für jede Phase gelöst, die durch Druck- und Austauschkoefizienten Gleichungen gekoppelt sind. Fluid-Feststoff-Systeme werden ausgehend von der Theorie des granularen Flusses modelliert. Diese hat ihren Ursprung in der kinetischen Gastheorie. Der Momentenaustausch zwischen den Phasen hängt von den Vermischungseigenschaften ab und ist somit abhängig vom Modell [31].

Die Modellauswahl kann durch verschiedene Kenngrößen objektiv unterstützt werden [31].

Partikelbeladung:

$$\beta = \frac{\alpha_F \cdot \rho_F}{\alpha_G \cdot \rho_G}$$

Formel 4-1

Materialdichteverhältnis:

$$\gamma = \frac{\rho_F}{\rho_G}$$

Formel 4-2

mittlerer Abstand zwischen den Partikeln der dispersen Phase:

$$\frac{L}{d_F} = \left( \frac{\pi}{6} \frac{1 + \kappa}{\kappa} \right)^{\frac{1}{3}}$$

Formel 4-3

mit:  $\kappa = \frac{\beta}{\gamma}$

Formel 4-4

Stokes-Zahl:

$$St = \frac{\tau_F}{t_S}$$

Formel 4-5

mit:  $\tau_F = \frac{\rho_F \cdot d_G^2}{18\eta_G}$

Formel 4-6

$$t_S = \frac{L_S}{V_S}$$

Formel 4-7

Die Stokes-Zahl charakterisiert die dynamische Wechselwirkung zwischen den Phasen der Strömung und somit die Impulsübertragung. Sie stellt das Verhältnis der dynamischen Antwort eines Partikels zur charakteristischen Zeitskala der Strömung dar. Bei Werten der Stokes-Zahl um „1“ liegen starke Wechselwirkungen zwischen den Phasen vor, und für jede Phase ist ein eigener Satz an Erhaltungsgleichungen zu lösen. Diese sind in diesem Fall über Phasenaustauschsterme miteinander gekoppelt. Bei sehr kleinen Stokes-Zahlen werden die Partikeln passiv in der kontinuierlichen Phase „mit bewegt“ [96].

## 4.2 Aufbau des Simulationsmodells

Der Wirbelschichtprozess wird unter Verwendung eines Euler-Euler-Ansatzes modelliert. Wie bereits zuvor erläutert wird zur Umsetzung das CFD-Programm „FLUENT“ (Hersteller: ANSYS Germany GmbH, Darmstadt) in der Version 6.2 verwendet.

In den nachfolgenden Abschnitten werden die dabei verwendeten Berechnungsgrundlagen dargestellt und die zur Lösung der Aufgabe erforderlichen Schritte näher erläutert.

Das Mehrphasensystem der in diesem Kontext behandelten Gas-Feststoff-Wirbelschicht besteht aus dem gasförmigen Fluidisierungsmedium (hier Luft) als kontinuierlicher (oder Träger-) Phase sowie dem Feststoff als der dispersen Phase.

#### 4.2.1 Prinzipielle Vorgehensweise zur CFD-Simulation

In Abbildung 4-1 sind die allgemeinen Schritte zum Aufbau einer CFD-Simulation dargestellt worden.

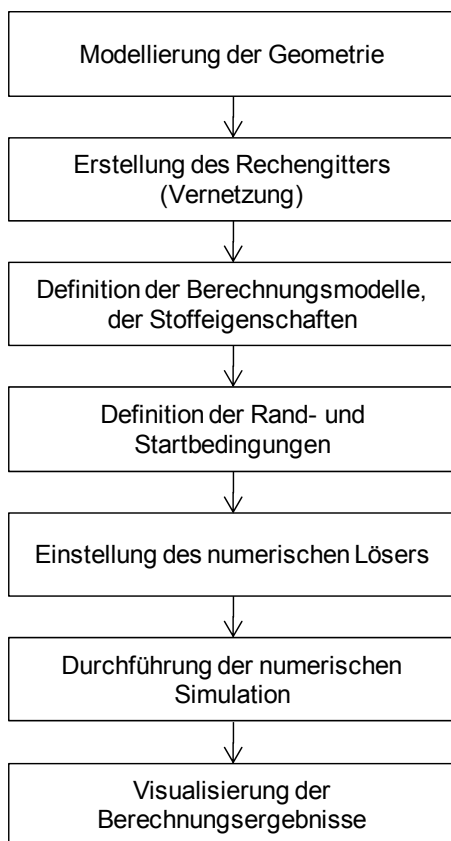


Abbildung 4-1: Vorgehensweise zur numerischen Simulation

Bei der Erstellung des Simulationsmodells des eigentlichen Prozessbereiches des kontinuierlichen Wirbelschichtapparates wurde schrittweise vorgegangen. Dabei bestand das Ziel darin, das Modell vom Einfachen zum Komplexeren systematisch aufzubauen, wobei jeweils der vorausgehende Schritt als Startsituation (zur Initialisierung) für den sich anschließenden Schritt diente. Im Rahmen dieser Arbeit wurde mit einer Apparategeometrie gearbeitet, aus der das Berechnungsgitter durch Vernetzung der dreidimensionalen Volumenelemente generiert wurde. In Abbildung 4-2 sind die konzipierten Simulationsschritte als vollständige Sequenz zusammengefasst worden. Entsprechend dieses Ablaufprogramms wurde unter Abschnitt 4.4 das Fluidisierverhalten rinnenförmiger Wirbelschichtapparate berechnet.



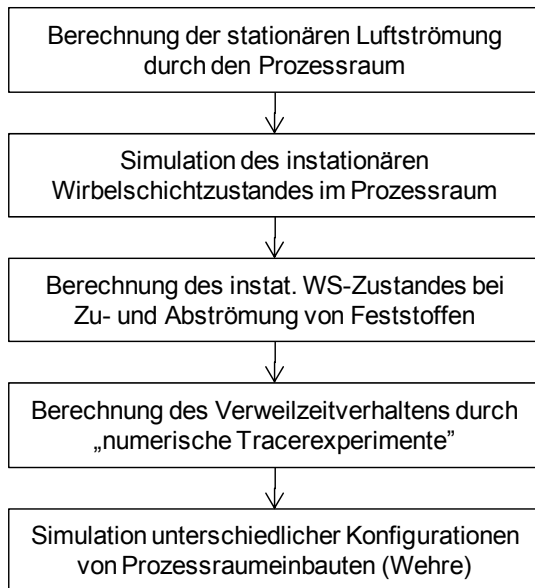


Abbildung 4-2: Ablauf der Mehrphasensimulation

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die ersten drei Schritte der Mehrphasensimulation bearbeitet. Die zwei nachfolgenden Simulationen wurden bereits im hier erstellten Modell vorbereitet und in das Netz integriert. Diese Schritte werden Inhalte weiterführender Arbeiten sein.

#### 4.2.2 Apparategeometrie und Vernetzung

Im Rahmen dieser Arbeit wird die strömungsmechanische Simulation einer Wirbelschichttrinne am Beispiel der kleintechnischen Wirbelschicht-Pilotanlage „GF 20“ (Hersteller: Glatt Ingenieurtechnik GmbH, Weimar) dargestellt. In Abschnitt 2.4.2 wird der Aufbau der Gesamtanlage detaillierter erläutert.

Im Punkt 8.2.1 des Anhanges sind zusätzlich dazu die wesentlichen Hauptabmessungen der für die nachfolgenden Betrachtungen benötigten Apparatebereiche zusammengefasst. Das im oberen Bereich des Apparates angeordnete Filtersystem wurde in der Abbildung nicht dargestellt, da es nicht Bestandteil des Berechnungsgebietes ist. Weiterhin wurden die Ausrüstungen zum Feststoffeintrag sowie zum Feststoffaustrag nicht explizit modelliert. Die Charakteristik dieser Komponenten wird im Berechnungsablauf durch geeignete Randbedingungen berücksichtigt.

Der untere Apparateteil wird im Wesentlichen durch die vier gleich großen Zuluftkammern, zusammen als Zuluftteil bezeichnet, gebildet. Diese Kammern werden oben vom Anströmboden abgeschlossen, der gleichzeitig die untere Abgrenzung des Prozessraumes bildet.

Der Feststoffaustrag ist an einer Stirnseite des Prozessraumes angeordnet und ermöglicht eine freie Strömung des fluidisierten Feststoffes über eine rechteckige Öffnung in die nachfolgenden Anlagenteile hinein.

#### Vollständiges Geometriemodell

Im ersten Teilschritt wurde ein vollständiges dreidimensionales Geometriemodell mit dem Programm „Gambit“ (Hersteller: ANSYS Germany GmbH, Darmstadt) erstellt. Dazu wurde das Gesamtvolumen des Apparates in Teilvolumina untergliedert. Diese Teilvolumina sowie deren Begrenzungsflächen werden später zur Definition von Rand- und Startbedingungen benötigt.

In der Abbildung 4-3 sind links das Drahtmodell und rechts eine schattierte Ansicht des Geometriemodells dargestellt. Insbesondere im Bereich des Prozessraumes ist eine relativ aufwendige Segmentierung ersichtlich. In diesem Bereich können durch Änderung von Randbedingungen beispielsweise Wehreinbauten mit Unter- oder Überläufen simuliert werden. Das Modell wurde derart aufgebaut, dass durch ein Umdefinieren von Flächensegmenten (z.B. in undurchlässige Wände) verschiedene technische Konfigurationen von Trennblechen im Bereich der Wirbelschicht modelliert werden können.

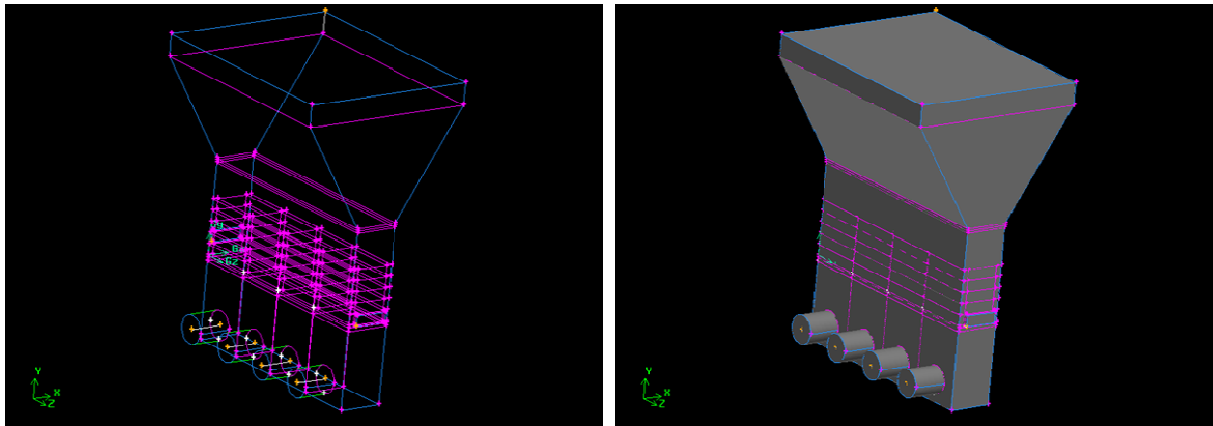


Abbildung 4-3: vollständiges Geometriemodell

Das vollständige Volumen wurde dann in „Gambit“ vernetzt. Einzelansichten des vernetzten Modells werden in der Abbildung 4-4 gezeigt.

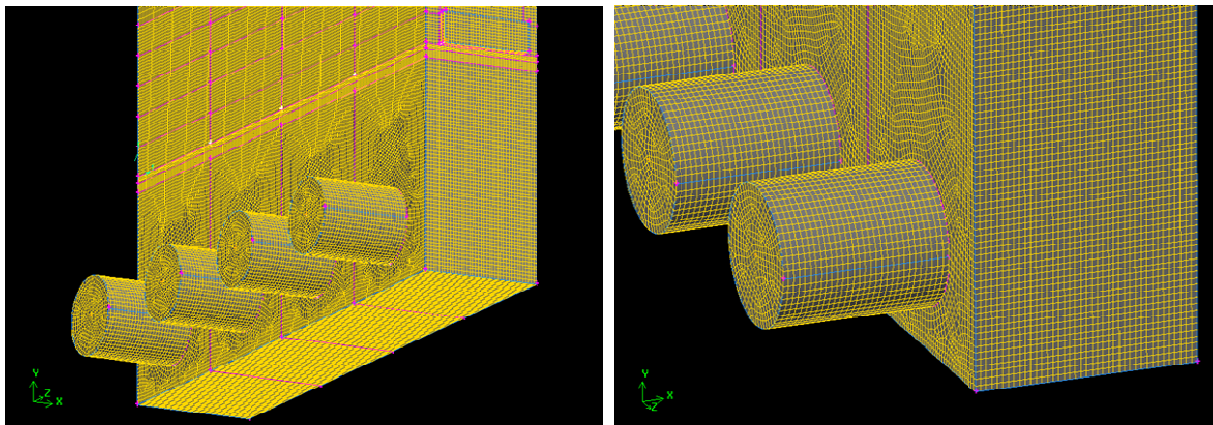


Abbildung 4-4: vernetztes vollständiges Geometriemodell

Das Geometriemodell aus Abbildung 4-3 und Abbildung 4-4 wurde für die Simulation der Luftdurchströmung in Abschnitt 4.3 verwendet.

### Vereinfachtes Geometriemodell

Ausgehend von den Ergebnissen aus der Simulation aus 4.3 ist es möglich und sinnvoll, für die Mehrphasenmodellierung zur Analyse der Partikelströmung im Prozessraum eine vereinfachte Geometrie zu verwenden.

Die Abbildung 4-5 zeigt die Gesamtansicht des vereinfachten Modells wie es in „Gambit“ erstellt wurde. Das Teilmodell entspricht in allen Details dem Prozessraumsegment des vollständigen Geometriemodells inklusive des Anströmbodens. Die Abbildung 4-6 zeigt zwei Detailansichten des vernetzten Modells. Links ist die Seite des

kontinuierlichen Partikelaustrags zu erkennen, rechts die des Feststoffeintrags. Die jeweiligen Flächen wurden mit einem rechteckigen Querschnitt modelliert, da die Ab- und Zuführung der dispersen Phase in der Praxis sehr häufig über sogenannte Schur- ren ausgeführt werden.

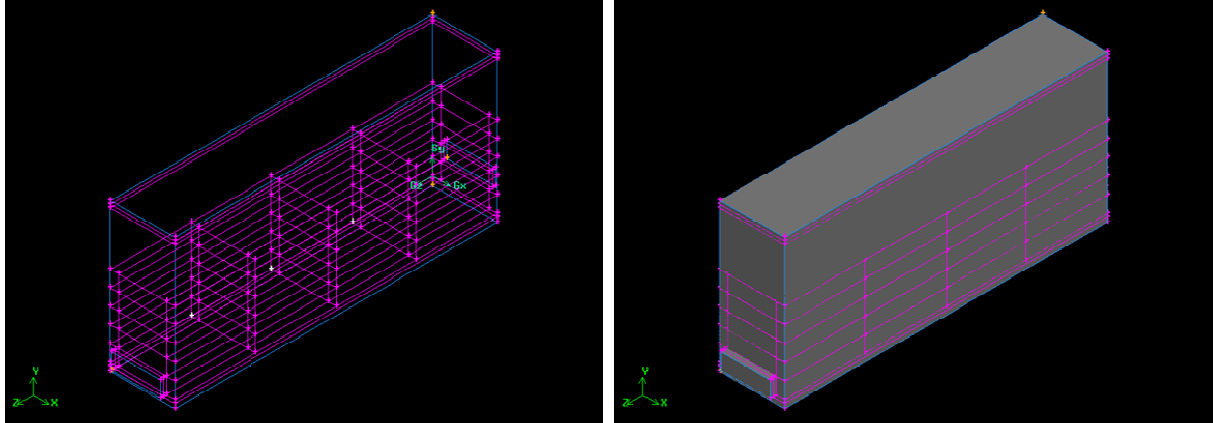


Abbildung 4-5: vereinfachtes Geometriemodell

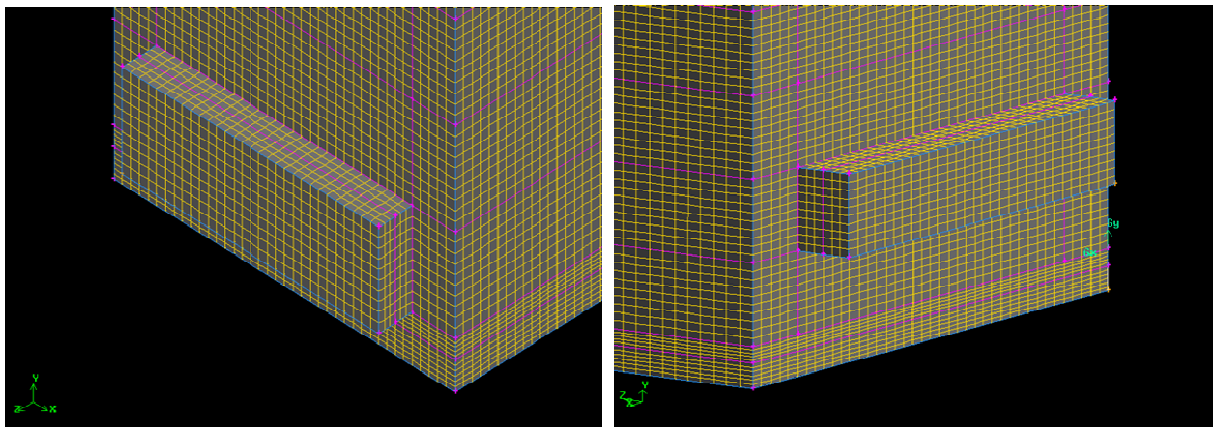


Abbildung 4-6: vernetztes vereinfachtes Geometriemodell

Das Modell wurde so aufgebaut, dass es aus einzelnen miteinander verknüpften Volumina besteht. Dadurch wurde es möglich, einzelne Begrenzungsflächen mit verschiedenen Randbedingungen zu versehen. Um die Übersichtlichkeit zu erhalten, wurden die wichtigsten Flächen mit Kennungen versehen. Diese Kennungen sowie die wesentlichen Maßangaben sind aus der Abbildung 4-7 zu entnehmen.

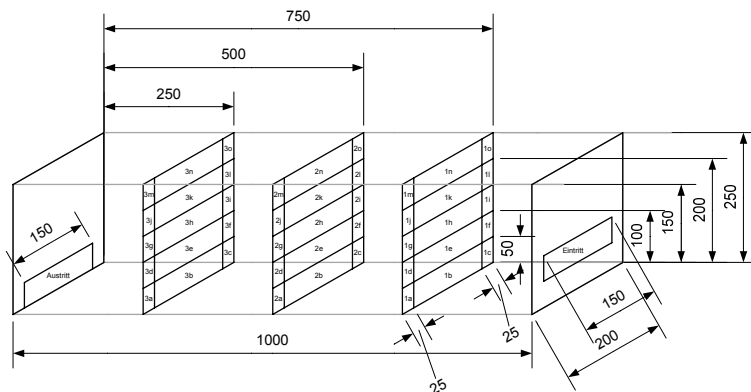


Abbildung 4-7: Segmentierung des Prozessraumes

Im einfachsten Fall sind die Flächen „1a“ bis „3o“ alle dem Fluidvolumen zugeordnet und somit für die Strömungsführung ohne Wirkung. Um beispielsweise Wehreinbauten zur Beeinflussung der Feststoffströmung abzubilden, werden die entsprechenden Teilflächen als „Wand“ definiert. Durch Verändern dieser Definitionen können sehr leicht unterschiedliche Konfigurationen von Einbauten innerhalb des Prozessraumes simuliert werden.

### 4.2.3 Bilanzierung

Für einen Mehrphasen-Euler-Euler-Ansatz müssen mehrere Sätze von Erhaltungsgleichungen zusätzlich eingeführt und die Erhaltungsgleichungen für Impuls, Masse und wenn erforderlich Energie der Ein-Phasen-Modelle angepasst werden. Weiterhin sind Volumenanteile der einzelnen Phasen zu definieren sowie die Mechanismen des Impuls-, Massen- und Energieaustausches zwischen den Phasen zusätzlich einzuführen ([31]).

Das Volumen  $V_q$  einer Phase  $q$  ist definiert zu:

$$V_q = \int_V \alpha_q dV \quad \text{Formel 4-8}$$

mit:  $\sum_{q=1}^n \alpha_q = 1$  bei  $n$  Phasen Formel 4-9

Die effektive Dichte einer Phase  $q$  berechnet sich mit  $\rho_q$  als physikalischer Dichte aus:

$$\hat{\rho}_q = \alpha_q \cdot \rho_q \quad \text{Formel 4-10}$$

Die Erhaltungsgleichung für eine mit der Geschwindigkeit  $v_q$  transportierte Bilanzgröße  $\Psi_q$  lautet in allgemeiner Form [96]:

$$\frac{\partial(\rho_q \cdot \Psi_q)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho_q \cdot \vec{v}_q \cdot \Psi_q) = \rho_q \cdot f_q + \nabla j_q \quad \text{Formel 4-11}$$

### 4.2.4 Modellierung des Mehrphasensystems „Wirbelschicht“

Im Rahmen dieser Arbeit wurde mit dem kommerziellen Programm „Fluent“ gearbeitet. In dieser Software ist eine Vielzahl von Modellen für unterschiedliche Anwendungsfelder von CFD hinterlegt worden. Darüber hinaus können diese Modelle angepasst oder auch zusätzliche Methoden benutzerdefiniert eingefügt werden.

Die hier betrachteten Simulationsrechnungen wurden mit den im Programm hinterlegten Standardmodellen durchgeführt, so dass an dieser Stelle auf eine explizite Beschreibung der Modellgleichungen verzichtet werden soll. Es werden die gewählten Modelle dargestellt und die Auswahlkriterien diskutiert. Für genauere Informationen über die Modelle, die zugrunde liegenden Berechnungsgleichungen wird auf [31] verwiesen.

## Viskosität

Es wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit mit dem Standard-k-ε – Modell für jede Phase einzeln gearbeitet.

### Definition der Phasen

Die Wechselwirkungen zwischen der homogenen Phase „Luft“ und der dispersen Phase „Feststoff“ (Partikel) wurde nach *Gidaspow* modelliert [31].

Für den Restitutionskoeffizienten wurde mit einem konstanten Wert von „0,9“ gearbeitet. Der Wert orientiert sich an Messungen sowie Berechnungen von *Antonyuk et al.* [5] für verschiedene Stoffsysteme. Diese Größenordnung des Koeffizienten ist häufig bei trockenen Systemen zu finden, wo die Stöße zwischen den Teilchen nicht durch einen Flüssigkeitsfilm beeinflusst werden.

Bei sämtlichen Simulationen wurde mit einem konstanten Partikeldurchmesser gearbeitet.

Die Viskosität der dispersen Phase wurde unter Berücksichtigung der Anteile aus Kollisionen, aus der Kinetik sowie aus der inneren Reibung des Schüttgutes definiert [31]. Für den kinetischen Teil wurde das Modell nach *Gidaspow* [31] für Wirbelschichten gewählt. Weiterhin ist der Anteil aus interpartikulärer Reibung nach *Schaeffer* [31] berücksichtigt worden, da in vielen Zonen der Wirbelschicht die maximale Packungsdichte erreicht wird (Porosität der Schüttung). Die Widerstandsfähigkeit des Schüttgutes gegenüber Kompression und Dehnung wurde durch das Modell nach *Lun et al.* [31] berücksichtigt.

Ein Maß für die kinetische Energie durch die Bewegung der Partikel ist die sogenannte „granulare Temperatur“ der dispersen Phase. Die Transportgleichung wurde ausgehend von der kinetischen Theorie hergeleitet. Der Diffusionskoeffizient für die granulare Energie wurde nach *Gidaspow* berechnet [31].

Als maximale Packungsdichte der dispersen Phase wurde ein konstanter Wert von 0,63 verwendet.

## 4.2.5 Rand- und Übergangsbedingungen

### Eintritt der Fluidisierungsluft

Im Rahmen dieser Arbeit werden die für die Gasanströmung dienenden Apparatebereiche bei der Modellierung nicht mit berücksichtigt. Diese Bereiche können auch losgelöst vom eigentlichen Wirbelschichtbereich modelliert und hinsichtlich einer gleichmäßigen Geschwindigkeitsverteilung unterhalb des Anströmbodens optimiert werden.

Die Gasanströmung wurde als gleichmäßig über den gesamten Prozessraumquerschnitt mit folgenden Parametern definiert:

Zur Spezifikation der Turbulenz an der Grenzfläche wurde der hydraulisch gleichwertige Durchmesser verwendet, der sich wie folgt berechnen lässt:

$$d_{hydr} = \frac{4 \cdot A}{U}$$

Formel 4-12

Weiterhin ist die Intensität von Rückströmungen an der Grenzfläche vorzugeben. Wie in Abschnitt 4.3 untersucht, liegt eine sehr gleichmäßige Anströmung des Prozess-

raumes vor. Die Vergleichmäßigung wird durch die ordnungsgemäße Funktion des Anströmbodens gewährleistet.

### Austritt der Fluidisierungsluft

Die Gasausströmung wurde als gleichmäßig über den gesamten Querschnitt definiert. In Fluent wird im Rahmen dieser Arbeit die Randbedingung „pressure outlet“ verwendet, wo ein Differenzdruck zum Systemdruck anzugeben ist.

Für die Fluidisierungsluft wird vorgegeben, dass am Austritt der Systemdruck herrscht.

$$P = 101325 \text{ Pa}$$

Bei der Definition der Turbulenz an der Ausströmung wurde analog zur Einströmung vorgegangen. Der Anteil an Rückströmungen unterhalb des Filtersystems ist sehr gering, da die im Apparat integrierten Filterelemente durch ihren von der Anströmgeschwindigkeit abhängigen Differenzdruck sehr stark zu Strömungsvergleichmäßigung beitragen. An der Grenzfläche wird eine Intensität von 5% vorgegeben.

### Kontinuierlicher Eintritt des Feststoffes

Der Feststoff wird bei einer kontinuierlichen Prozessführung an einer der beiden Stirnseiten des Prozessraumes zugeführt. Die Bedingungen am Eintrittsort hängen sehr stark von dessen technischer Ausführung ab. Häufig sind in der Praxis Eintragschurren oder Zuführungen durch pneumatischen Transport anzutreffen.

Wie im Abschnitt 4.2.2 erläutert bzw. in der Abbildung 4-7 dargestellt wurde, erfolgte die Erstellung und Vernetzung des Feststoffeintrags im Geometriemodell als einfache rechteckige Fläche. Unterschiedliche Ausführungen von Eintragsorganen lassen sich abbilden, indem die Strömung der dispersen Phase an der Eintrittsfläche durch dessen (vektorielle) Geschwindigkeit sowie durch dessen Volumenanteil definiert wird.

Im vorliegenden Fall hat der Feststoffeintrag eine Fläche von 50x150mm<sup>2</sup>. An der Pilotanlage wird der dem Prozessraum zuzuführende Feststoffmassenstrom über eine drehzahlveränderbare Dosierschnecke eingestellt. Eine Zellenradschleuse dient weiterhin als Druckabschlussorgan zur Umgebung. Zwischen der Zellenradschleuse und dem Prozessraum wurde ein Schlauchbogen montiert, wodurch der Feststoffstrom senkrecht zur Stirnwand des Prozessraumes eintreten kann.

Da der Eintrag der dispersen Phase über Geschwindigkeiten definiert werden soll, ist der bekannte Massenstrom entsprechend umzurechnen.

$$\dot{V}_{P, \text{ein}} = \frac{\dot{m}_{P, \text{ein}}}{\rho_P}$$

$$\dot{V}_{P, \text{ein}} = u_{P, \text{ein}} \cdot A_{Zu} \cdot y_{P, \text{ein}}$$

$$y_{P, \text{ein}} = \frac{\dot{m}_{P, \text{ein}}}{\rho_P \cdot u_{P, \text{ein}} \cdot A_{Zu}}$$

Formel 4-13

Somit kann der Volumenanteil festgelegt werden, wenn die Eintrittsgeschwindigkeit bekannt ist. Die Geschwindigkeit ist, wie schon zuvor dargestellt, von der technischen Realisierung der Zuführorgane abhängig.

Alternativ dazu kann auch die Geschwindigkeit vorgegeben werden, wenn der Volumenanteil der dispersen Phase an der entsprechenden Eintrittsfläche bekannt ist.

$$u_{P, \text{ein}} = \frac{\dot{m}_{P, \text{ein}}}{\rho_P \cdot y_{P, \text{ein}} \cdot A_{Zu}}$$

Formel 4-14

Durch den schrittweisen Aufbau der Simulation liegen die Eigenschaften der Wirbelschicht als Startbedingungen für die Simulation der kontinuierlichen Betriebsweise vor. Somit ist es möglich, einen mittleren Feststoff-Volumenanteil am Eintrittsflächen-segment zu ermitteln. Aufbauend auf diesen Wert wird für einen bestimmten Ein-tragsmassenstrom die zugeordnete Eintrittsgeschwindigkeit der dispersen Phase be-rechnet.

Diese Vorgehensweise ist gerechtfertigt, da sich der Eintrittsbereich innerhalb des Existenzbereiches der Wirbelschicht befindet. Die Eintrittshöhe liegt im Bereich von  $y=50\text{mm}$  bis  $y=100\text{mm}$ . Wie in Abschnitt 4.4 gezeigt wurde, expandiert die Wirbel-schicht über Werte von  $y=100\text{mm}$  hinaus. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass die Wirbelschicht bis in das offen mit der Wirbelschicht verbundene Eintrags-system hinein fluidisiert. Dies wird auch durch Beobachtungen am durchsichtigen Zu-führungsschlauch der Pilotanlage bestätigt. Somit wird im Rahmen dieser Arbeit der zeitlich mittlere Feststoffvolumenanteil gemeinsam mit der zugeordneten Eintritts-geschwindigkeit als Randbedingung für die Simulation verwendet.

### Kontinuierlicher Austritt des Feststoffes

Die Randbedingungen am kontinuierlichen Austrag werden prinzipiell analog zum Feststoffeintrag definiert.

In der Praxis wird der Abzug der dispersen Phase über eine dem kontinuierlichen Ein-trag stirnseitig gegenüber angeordneter Austragsschurre mit angeschlossener Zellen-radschleuse realisiert. Die Menge an ausgetragenen Feststoffen wird durch eine Drehzahlverstellung dieser Austrags-Zellenradschleuse eingestellt. Somit arbeitet die Schleuse unterhalb einer „stehenden“ Feststoffschüttung je nach technischer Ausfüh-rung mit bis zu 100% Füllungsgrad. Die Öffnung zwischen dem Prozessraum und der Austragsschurre liegt ebenso wie die Eintragsöffnung im fluidisierten Bereich der Wir-belschicht. Deshalb kann auch beim Austrag mit dem zeitlich und flächenbezogen gemittelten Feststoffvolumenanteil gemeinsam mit der zugeordneten Eintritts-geschwindigkeit (durch die internen Definitionen in „FLUENT“ als „velocity inlet“ als ne-gativ zu definieren) als Randbedingung für die Simulation gearbeitet werden. Die Ausbildung der nicht mehr fluidisierten Schüttung erfolgt erst in weiter außerhalb ge-legenen Bereichen der Schurre, wo die Fließgeschwindigkeit des Feststoffes durch den bis zur maximalen Packungsdichte ansteigenden Volumenanteil deutlich redu-ziert wird.

### Modellierung des Anströmbodens

Als Anströmböden werden in Wirbelschichtanlagen vorzugsweise poröse bzw. perforierte Bleche in einer Vielzahl von technischen Ausführungen eingesetzt. Ihnen allen ist gemeinsam, dass sie einen von der Strömungsgeschwindigkeit abhängigen Diffe-renzdruck besitzen.

Der bei den experimentellen Untersuchungen im Pilotmaßstab im Rahmen dieser Ar-beit benutzte Anströmboden vom Typ „Conidur“ (Hersteller: Hein & Lehmann) kann

durch die folgende Druckverlustkennlinie (in Form diskreter Messwerte) beschrieben werden.

Anströmgeschwindigkeit [m/s]	Druckverlust [Pa]
0,41	100
0,50	150
0,60	230
0,70	310
0,80	410
1,00	670
1,10	800
1,20	980
1,50	1550
2,00	2900
2,50	4700
3,00	6800

Tabelle 4-1: Druckverlustcharakteristik des Anströmbodens

Zur numerischen Simulation wird der Anströmboden als poröses Medium modelliert. Damit wird es möglich, dessen geschwindigkeitsabhängiges Differenzdruckverhalten realitätsnah abzubilden.

In „Fluent“ wurde das richtungsabhängige Verhalten bei der Definition des porösen Mediums „Anströmboden“ berücksichtigt, indem ausschließlich eine Durchströmung senkrecht zur Anströmbodenebene definiert wurde.

Das Differenzdruckverhalten einer porösen Platte in Durchströmungsrichtung kann folgendermaßen berechnet werden ([31]):

$$\Delta p = - \left( \frac{\mu}{\alpha} v + C_2 \frac{1}{2} \rho v^2 \right) \cdot \Delta h$$

$$\Delta p = - \frac{\mu \cdot \Delta h}{\alpha} \cdot v - \frac{C_2 \cdot \Delta h \cdot \rho}{2} \cdot v^2$$

$$\Delta p = - \frac{\mu \cdot \Delta h}{\alpha} \cdot v - \frac{C_2 \cdot \Delta h \cdot \rho}{2} \cdot v^2$$

Formel 4-15

Die beiden Parameter  $\mu$  und  $C_2$  werden aus den experimentellen Daten (siehe Tabelle 4-1) berechnet. Diese Kennlinie wird dazu durch eine quadratische Gleichung approximiert.

$$\Delta p = a_1 v + a_2 v^2$$

Formel 4-16

Durch einen Koeffizientenvergleich können die Koeffizienten berechnet werden.



$$a_1 = -\frac{\mu}{\alpha} \Delta h$$

Formel 4-17

$$a_2 = \frac{-C_2 \cdot \Delta h \cdot \rho}{2}$$

Formel 4-18

$$\alpha = -\frac{\mu}{a_1} \Delta h$$

Formel 4-19

$$C_2 = \frac{-2a_2}{\rho \cdot \Delta h}$$

Formel 4-20

In der Abbildung 4-8 wurden die Messwerte des realen Anströmbodens zusammen mit der Regressionskurve und der berechneten Differenzdruckkurve dargestellt.

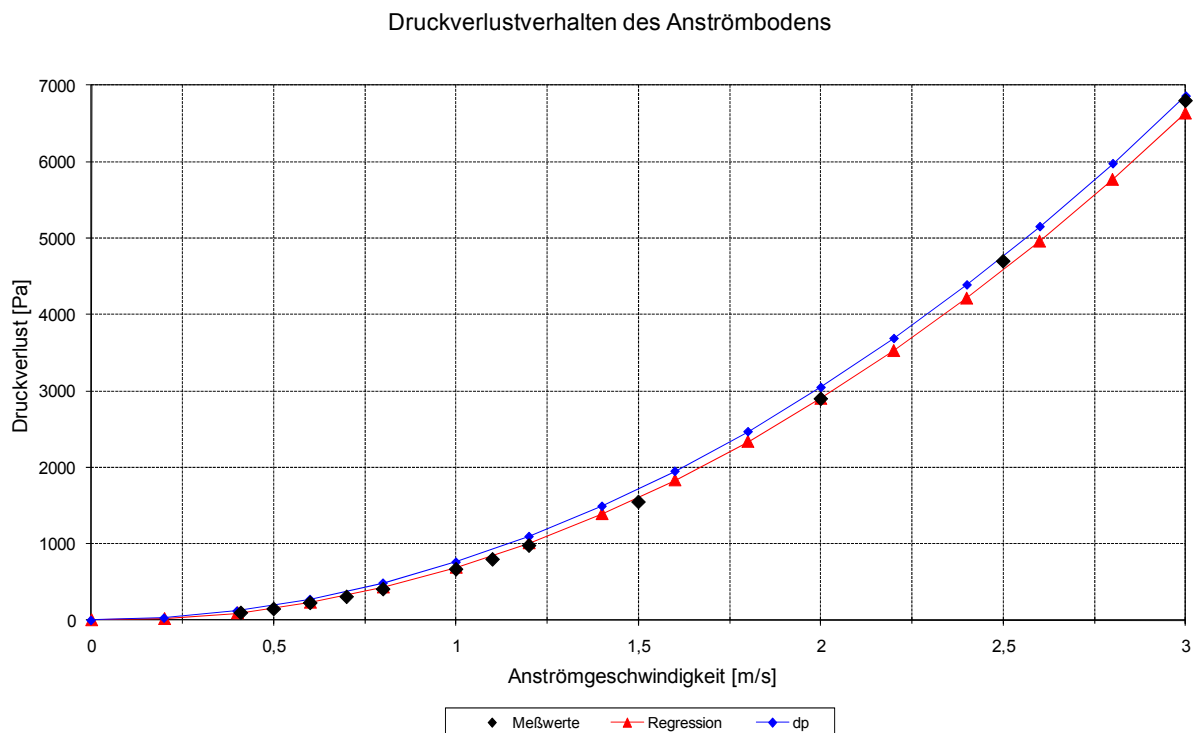


Abbildung 4-8: Differenzdruckverhalten des Anströmbodens

Insbesondere im Bereich bis etwa 1m/s, der für die Simulationen in den Kapiteln 4.3 und 4.4 benötigt wird, ist die Übereinstimmung ausreichend.

### 4.2.6 Numerische Lösung

Im Programmpaket „Fluent“ werden numerische Löser verwendet, um das bei der Problembeschreibung entstehende Differentialgleichungssystem lösen zu können.

In der Literatur lassen sich eine große Vielzahl von Veröffentlichungen zur Behandlung partieller Differentialgleichungen mit dem Differenzenverfahren finden. Beispielsweise sollen hier [24], [110], [118] und [125] genannt werden. An dieser Stelle wird für tieferegehende Informationen auf diese Quellen verwiesen.

Bei einem expliziten Verfahren werden für die Schätzung von  $f(u)$  für einen Zeitpunkt  $t_n$  ausschließlich Funktionswerte vergangener Zeitpunkte  $t_m$  ( $m \leq n$ ) verwendet. Der Nachteil der explizierten Verfahren besteht in den im Vergleich zu impliziten Verfahren schlechteren Stabilitätseigenschaften ([24], [123]).

Im Gegensatz dazu erfordern implizite Verfahren stets die Lösung eines Gleichungssystems, da zur Berechnung des Funktionswertes an einer Stelle zum betrachteten Zeitpunkt  $t_n$  auch Funktionswerte anderer (benachbarter) Stellen zum gleichen Zeitpunkt berücksichtigt werden. Dieses Gleichungssystem ist nichtlinear und somit nur näherungsweise lösbar.

### 4.3 Ergebnisse der CFD-Simulation der räumlichen Luftverteilung im vollständigen Geometriemodell zur Überprüfung der Apparategestaltung

Die Berechnung der räumlichen Luftverteilung im vollständigen Geometriemodell diente dazu, Angaben zur Strömungsgleichverteilung im Bereich des Prozessraumes der Pilotanlage zu gewinnen. Diese Aussagen waren notwendig, um das Geometriemodell für die Mehrphasensimulation auf den eigentlichen Prozessraum reduzieren zu können. Eine derartige Vereinfachung ist nur möglich, wenn es beispielsweise keinen Einfluss der Geometrie der Zuluftkammer auf die Strömungsverhältnisse im Prozessraum gibt.

Die Simulation wurde mit den in Tabelle 4-2 zusammengefassten Parametern durchgeführt.

Parameter:	Wert:	Bemerkungen:
Luftvolumenstrom	700 m³/h	gleichverteilt auf die 4 Zuluftkammern
Anströmboden	Typ: „Conidur“	gemäß Absatz 4.2.5
Systemdruck	101325 Pa	an der Luftaustrittsfläche oben

Tabelle 4-2: Simulationsparameter

Randbedingungen		
Randbedingungen:	Wert:	Bemerkungen:
Eintrittsgeschwindigkeit in die Zuluftrohre	3.961 m/s	für alle 4 Zuluftrohre senkrecht zur Eintrittsfläche
	Turbulenzintensität: 5 % hydraul. Durchmesser: 125 mm	
Druck am Luftaustritt	101325 Pa	gemäß Absatz 4.2.5
	Turbulenzintensität: 5 % hydraul. Durchmesser: 895 mm	
Lösereinstellungen		
Löser	stationär, segregiert	siehe [31]

Tabelle 4-3: Randbedingungen und Lösereinstellungen

Die nachfolgenden Abbildungen zeigen einige Ergebnisse der stationären Simulation für das vollständige Geometriemodell.

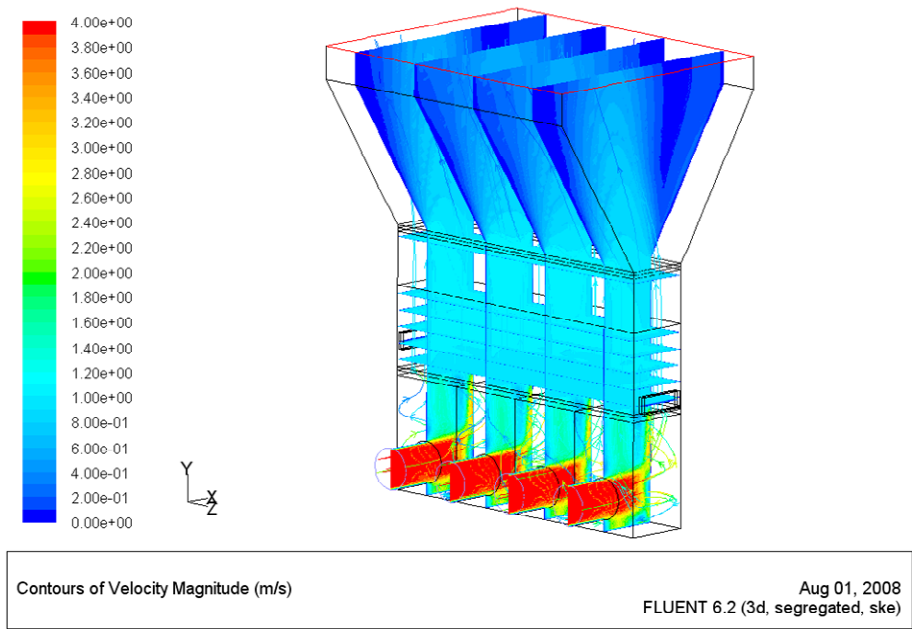


Abbildung 4-9: Ergebnisdarstellung für das vollständige Geometriemodell

Die Luftführung innerhalb der Apparategeometrie kann sehr übersichtlich durch Stromlinien veranschaulicht werden. Gemäß Abbildung 4-10 liegt im Bereich des Prozessraumes eine sehr gerichtete Luftströmung vor, wie sie für Wirbelschichtenanwendung auch erforderlich ist.

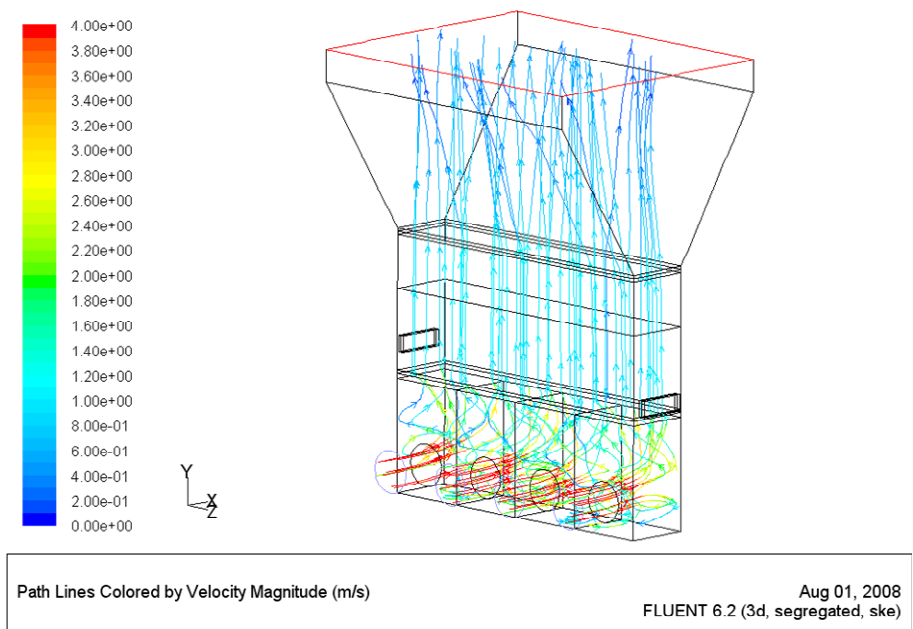


Abbildung 4-10: Stromlinien und Strömungsgeschwindigkeit

In die nächsten Darstellungen wurden Schnitte hineingelegt, um die lokalen Geschwindigkeitsprofile anschaulich zu machen.

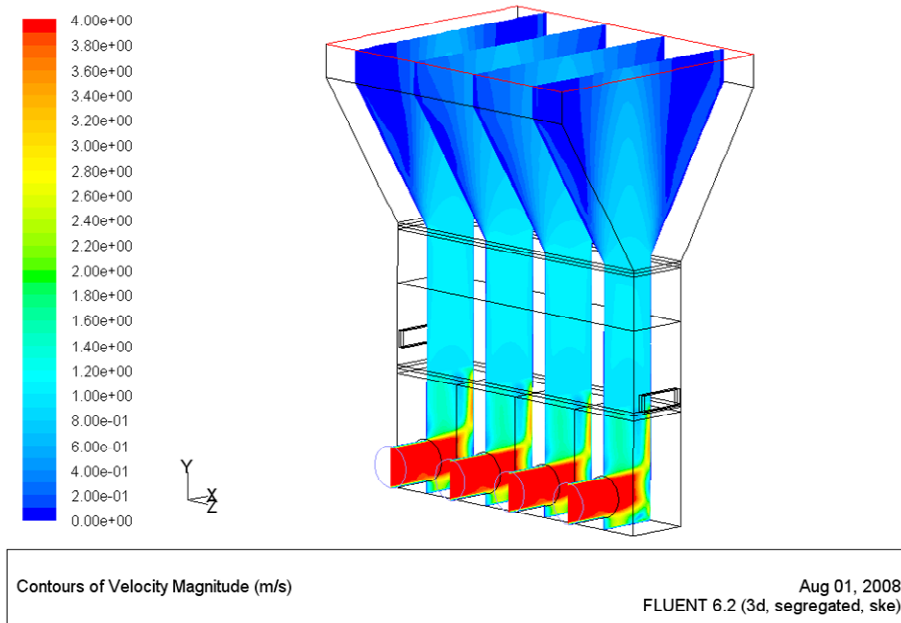


Abbildung 4-11: Geschwindigkeitsverteilung (Schnitte in verschiedenen XY-Ebenen)

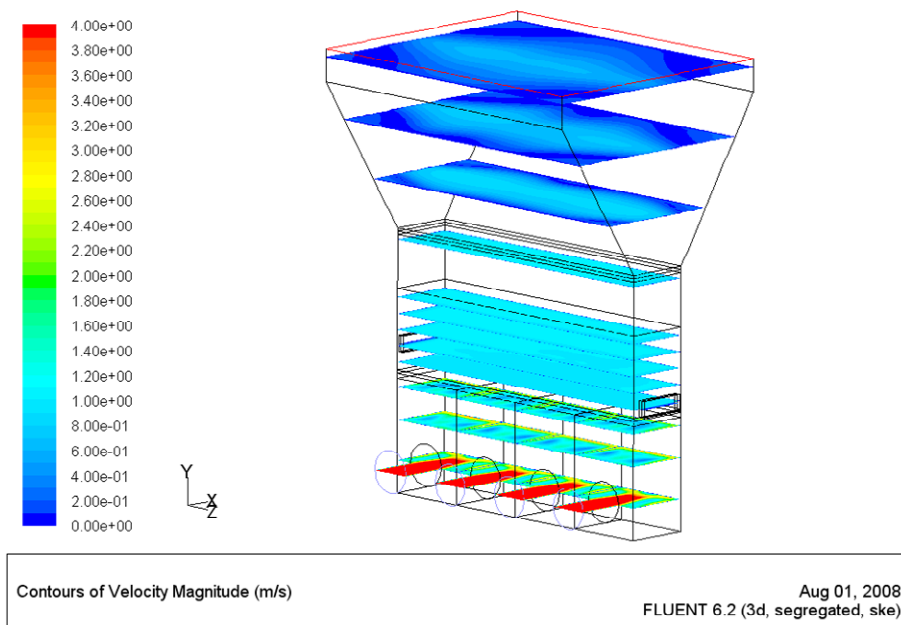


Abbildung 4-12: Geschwindigkeitsverteilung (Schnitte in verschiedenen XZ-Ebenen)

Die Ergebnisse wurden in Fluent berechnet und anschließend unter Verwendung des gleichen Programms zur besseren Veranschaulichung visualisiert. In der Abbildung 4-11 ist sehr deutlich die Wirkung des Anströmbodens zu erkennen. Unterhalb des Bodens liegt eine starke Verwirbelung der durch die Zuluftrohre in die einzelnen Zuluftkammern einströmenden Luftmengen vor. Aus der Abbildung 4-12 kann abgelesen werden, dass in sämtlichen horizontalen Schnittebenen oberhalb des Anströmbodens eine sehr gleichmäßige Geschwindigkeitsverteilung vorliegt. Dies kann durch den ausreichend hohen Differenzdruck des Anströmbodens für die Geometrie der Pilotanlage begründet werden (Abbildung 4-13).

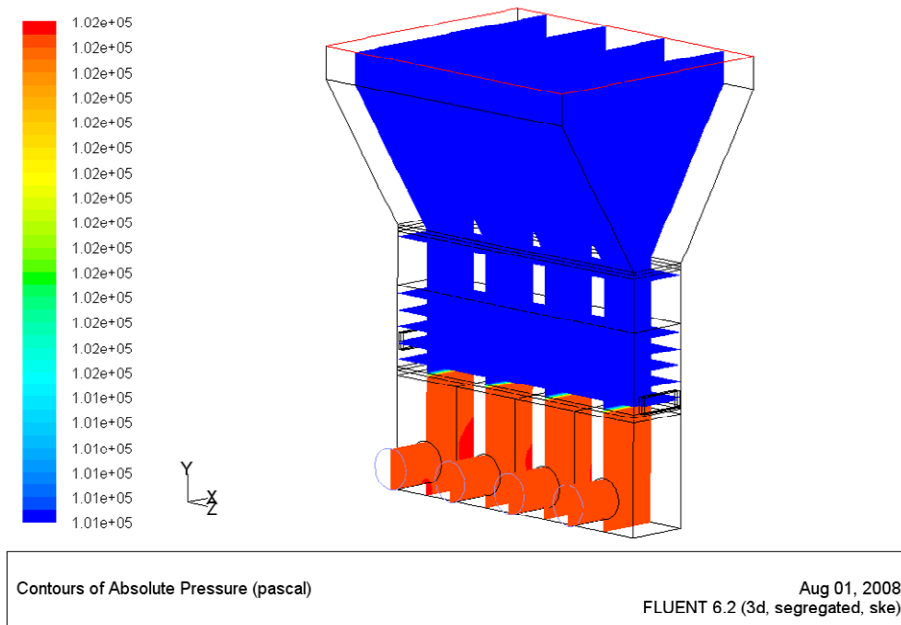


Abbildung 4-13: Druckprofil in der Gesamtanlage

Um die Luftgeschwindigkeitsverteilung im eigentlichen Prozessraum quantitativ bewerten zu können, wurde dieser Anlagenbereich näher analysiert. Dazu wurde, wie in Abbildung 4-14 gezeigt, der innerhalb der Gesamtanlage vorliegende Geschwindigkeitsbereich schrittweise eingegrenzt. Dabei wurde so vorgegangen, dass nur der Geschwindigkeitsbereich übrig blieb, der wesentlich im Bereich oberhalb des Anströmbodens auftritt. Die Geschwindigkeiten außerhalb des analysierten Bereiches wurden ausgeblendet. Die Darstellung zeigt, dass sich das Geschwindigkeitsfeld sehr gut einengen lässt und nur vernachlässigbar wenige Bereiche außerhalb des Prozessraumes vergleichbare Luftgeschwindigkeiten aufweisen.

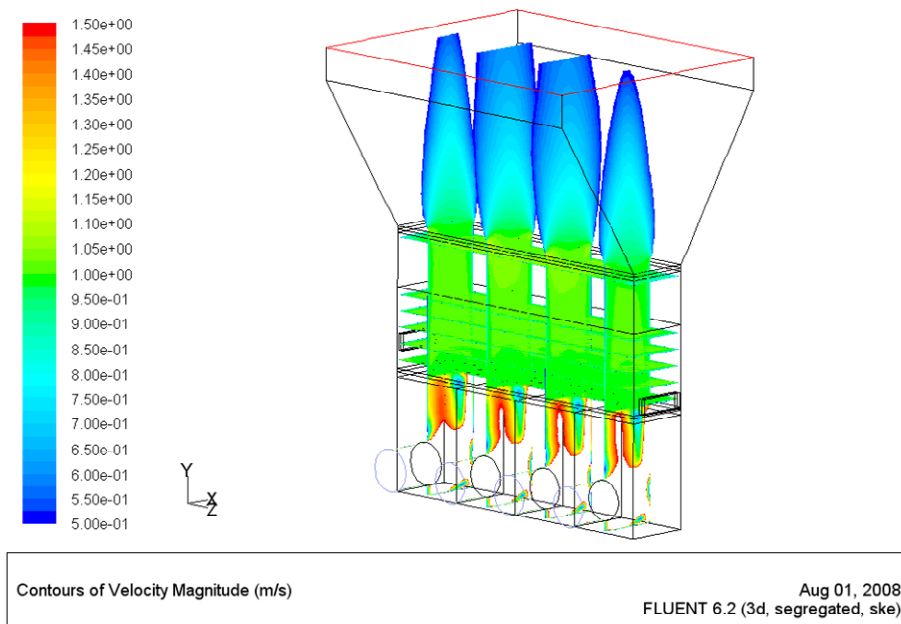


Abbildung 4-14: Geschwindigkeitsverhältnisse im Bereich des Prozessraumes

Aufbauend auf diese Analyse, wurde die Geschwindigkeitsverteilung im betrachteten Volumen statistisch untersucht. Hierfür wurden die jeweilig vorliegenden Geschwindigkeiten für jede einzelne Zelle des Gitters im betrachteten Gebiet ausgelesen. Da

das Rechenetz in diesem Bereich mit einer konstanten Gittergröße erstellt wurde, kann die Strömungsverteilung sehr einfach über eine Häufigkeitsanalyse bewertet werden.

In der Abbildung 4-15 wurde das Ergebnis dieser Analyse grafisch dargestellt. Es ist klar nachgewiesen, dass der Wert der Luftgeschwindigkeit nur eine sehr geringe Streuung aufweist.

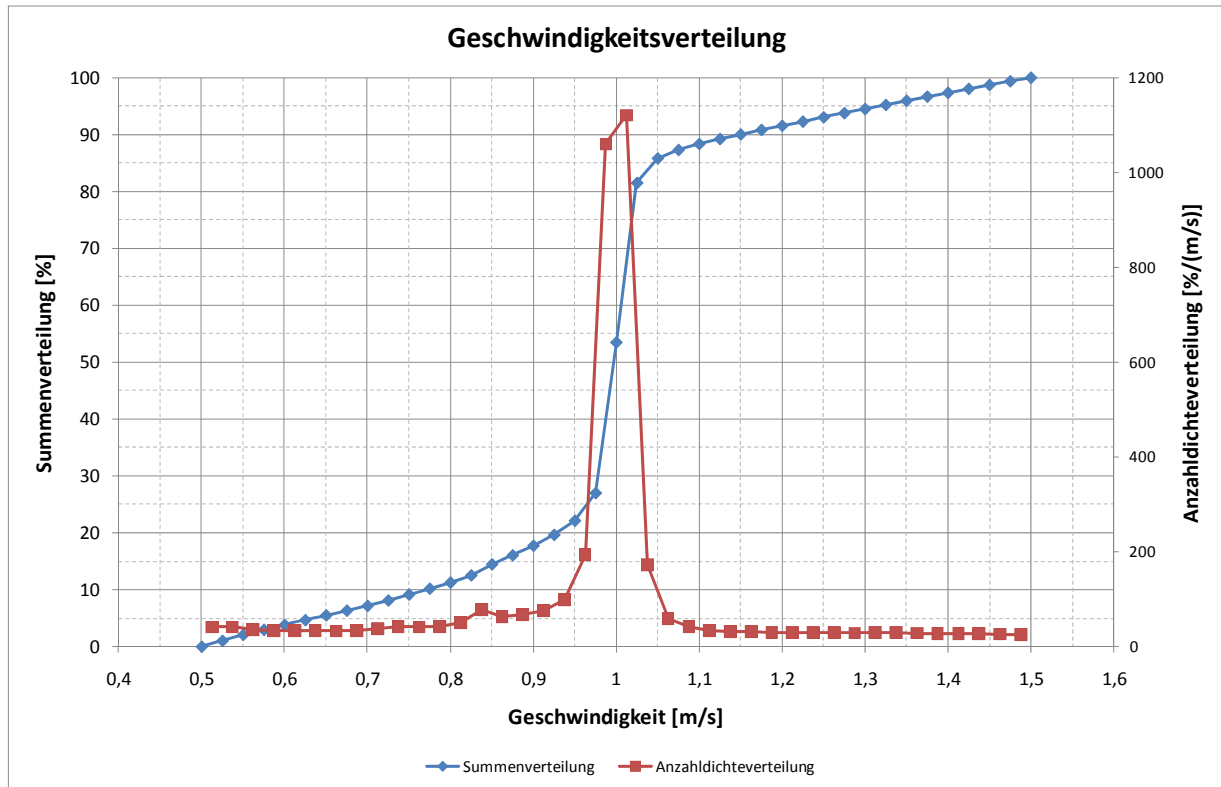


Abbildung 4-15: Geschwindigkeitsverteilung im Prozessraum

Daraus kann für die weitere Modellierung der Mehrphasenströmung im Prozessraum geschlussfolgert werden, dass das Geometriemodell auf den eigentlichen Prozessraum eingeschränkt werden kann. Dies führt zu einer deutlichen Reduzierung des Berechnungsaufwandes, da die Anzahl der Gitterzellen deutlich geringer wird. Für die Simulation der Mehrphasenströmung kann mit einer konstanten Anströmgeschwindigkeit über den Prozessraumquerschnitt gearbeitet werden.

#### 4.4 Ergebnisse der CFD-Simulation zum Fluidisationsverhalten rinnenförmiger Wirbelschichtapparate

Entsprechend der allgemeinen Vorgehensweise, wie sie unter 4.2.1 erläutert wurde, wurden mehrere Simulation für das vereinfachte Geometriemodell durchgeführt. Die Simulationsparameter der folgenden Beispiele orientieren sich an den in [81] in den Experimenten genutzten Parametern<sup>1</sup>. Bei den Untersuchungen in [81] wurde insbesondere die Luftmenge zur Fluidisierung variiert und dabei die Wirbelschichtmasse und der Feststoffdurchsatz konstant gehalten.

<sup>1</sup> Versuch 051202-A entspricht der Simulation „A“ und Versuch 080103-A der Simulation „B“ (Versuchsdaten aus [81])

Für die Zuordnung der einzelnen Simulationsrechnungen bzw. deren Teilschritte wurden die einzelnen Phasen gemäß Abbildung 4-16 bezeichnet.

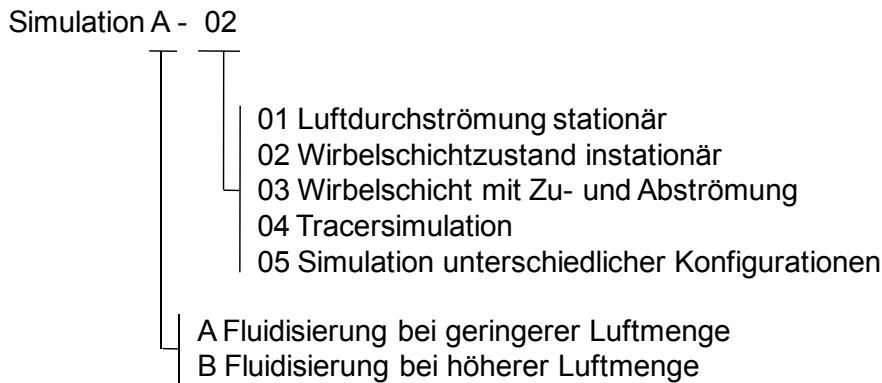


Abbildung 4-16: Bezeichnung der Simulationen

### 4.4.1 Fluidisierung bei geringer Prozessluftmenge

Die erste Simulation behandelt den Wirbelschichtzustand bei sehr geringer Intensität der Partikelbewegung. Dies bedeutet, dass die Vermischung der Wirbelschichtmasse nicht ideal sein wird.

Den Ausgangspunkt bildete die reine Luftdurchströmung des leeren Prozessraumes mit Luft. Das berechnete Strömungsfeld ist zur Initialisierung der sich anschließenden Simulation des Wirbelschichtzustandes erforderlich.

Die Simulationsparameter sind in Tabelle 4-4 zusammengefasst.

Parameter:	Wert:	Bemerkungen:
Luftvolumenstrom	500 m³/h	gleichverteilt über den gesamten Prozessraum
Temperatur im Prozessraum	60°C	berücksichtigt durch die Gasdichte und die dyn. Viskosität
Anströmboden	Typ: „Conidur“	gemäß Absatz 4.2.5
Systemdruck	101325 Pa	an der Luftaustrittsfläche oben

Tabelle 4-4: Simulationsparameter für „Simulation A – 01“

Diese Parameter der CFD-Simulation müssen in entsprechende Randbedingungen überführt werden. Diese Eingaben sind in Tabelle 4-5 aufgelistet worden.

Randbedingungen		
Randbedingungen:	Wert:	Bemerkungen:
Eintrittsgeschwindigkeit in den Prozessraum unterhalb des Anströmbodens	0,69 m/s	für alle 4 Zuluftrohre senkrecht zur Eintrittsfläche; gemäß Absatz 4.2.5
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Druck am Luftaustritt	101325 Pa	gemäß Absatz 4.2.5
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
poröses Medium	gasdurchlässig nur vertikal	gemäß Absatz 4.2.5
Lösereinstellungen		
Löser	stationär, segregiert	siehe [31]

Tabelle 4-5: Randbedingungen und Lösereinstellungen für „Simulation A – 01“

Nach Berechnung der stationären Lösung für die Parameter aus Tabelle 4-4 und Tabelle 4-5 erfolgte die Simulation der eigentlichen Wirbelschicht in der Pilotanlage.

Dazu wurde von einer bekannten Wirbelschichtmasse ausgegangen. Abweichend von den Messungen in [81] wurde bei der Simulation von einer Masse von 25 kg ausgegangen. Bei den Experimenten betrug die Schichtmasse jeweils 35 kg. Der Unterschied ist dadurch begründet, dass der Feststoffaustrag an der realen Versuchsanlage über eine seitlich angebaute Austragsschurre mit daran angeflanschter Zellenradschleuse erfolgte. Beim Beladen der Anlage mit 35 kg Startmaterial laufen etwa 10 kg unmittelbar in das Austragssystem und sind somit für den unmittelbaren Aufbau des Wirbelschichtvolumens verloren. Die von der Einfüllmenge abzuziehende Menge wurde durch Ausmessen des Austrags bestimmt und durch Nachmessen und Berechnen der Schichthöhe im Prozessraum überprüft.

Zur Überprüfung und Einschätzung der simulierten Parameter der Wirbelschicht wurden die CFD-Ergebnisse mit einigen in der Praxis etablierten Beziehungen verglichen. Dazu wurden die folgenden Parameter der Wirbelschicht berechnet.

Existenzbereich der Wirbelschicht:

$$Ar = \frac{g \cdot d_P^3 \cdot (\rho_P - \rho_G)}{v_G^2 \cdot \rho_G} \quad Ar = 30941 \quad \text{Formel 4-21}$$

$$Re_{WP} = \frac{Ar}{1400 + 5,22\sqrt{Ar}} \quad Re_{WP} = 19,6 \quad \text{Formel 4-22}$$

$$w_{WP} = \frac{Re_{WP} \cdot v_G}{d_P} \quad w_{WP} = 0,42 \frac{m}{s} \quad \text{Formel 4-23}$$

$$Re_{AP} = \frac{Ar}{18 + 0,61\sqrt{Ar}} \quad Re_{AP} = 249,9 \quad \text{Formel 4-24}$$

$$w_{AP} = \frac{Re_{AP} \cdot v_G}{d_P} \quad w_{AP} = 5,25 \frac{m}{s} \quad \text{Formel 4-25}$$

Ausdehnungsverhalten der Wirbelschicht:

$$\varepsilon = \left( \frac{18 \cdot Re + 0,36 \cdot Re^2}{Ar} \right)^{0,21} \quad \varepsilon = 0,484 \quad \text{Formel 4-26}$$

$$\varepsilon = \frac{V_G}{V_{WS}} = \frac{V_{WS} - V_P}{V_{WS}}$$

$$H_{WS} = \frac{V_P}{(1 - \varepsilon) \cdot A_{WS}} \quad H_{WS} = 141 \text{ mm} \quad \text{Formel 4-27}$$

Die Simulation A – 02 wurde gemäß den folgenden Aufstellungen durchgeführt.



Parameter:	Wert:	Bemerkungen:
Luftvolumenstrom	500 m <sup>3</sup> /h	gleichverteilt über den gesamten Prozessraum
Temperatur im Prozessraum	60°C	berücksichtigt durch die Gasdichte und die dyn. Viskosität
Wirbelschichtmasse	25 kg	reduziert im Vergleich zu [81]
Partikelgröße	877 µm	mittlerer oberflächengleicher Durchmesser
Feststoffdichte (Trina)	1720 kg/m <sup>3</sup>	Literaturangabe
Anströmboden	Typ: „Conidur“	gemäß Absatz 4.2.5
Systemdruck	101325 Pa	an der Luftaustrittsfläche oben

Tabelle 4-6: Simulationsparameter für „Simulation A – 02“

Randbedingungen		
Randbedingungen:	Wert:	Bemerkungen:
Eintrittsgeschwindigkeit in den Prozessraum unterhalb des Anströmbodens	0,69 m/s	für alle 4 Zuluftrohre senkrecht zur Eintrittsfläche
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Druck am Luftaustritt	101325 Pa	gemäß Absatz 4.2.5
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Volumenanteil Feststoff im Prozessraum bei t=0 s	0,484	gleichverteilt im Volumen y=0...150 mm
Lösereinstellungen		
Löser	instationär, segregiert	siehe [31]
Zeitschrittweite	0,005 s	konstante Schrittweite

Tabelle 4-7: Randbedingungen und Lösereinstellungen für „Simulation A – 02“

Die Simulation wurde zum Zeitpunkt „0“ gestartet und die instationäre Lösung bis zum Zeitpunkt  $t = 10\text{s}$  berechnet.

Einige Resultate dieser Simulationsphase werden in den nachfolgenden Abbildungen gezeigt. Darüber hinaus wurden weitere Ergebnisdarstellungen im Anhang 8.7.1 zusammengefasst.

In der Abbildung 4-17 werden Schnittdarstellungen gezeigt, die den Volumenanteil der dispersen Phase „Feststoff“ zeigen. Die einzelnen XY-Schnittebenen liegen bei  $z = [10, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 990]$  mm. Zusätzlich ist der Feststoffvolumenanteil auch in Abbildung 4-12 dargestellt. Hier liegen die horizontalen Schnittebenen bei  $y = [25, 75, 125, 175, 225, 275, 325, 375, 425]$  mm. Es ist erkennbar, dass der Wirbelschichtzustand nicht sehr aufgelockert ist. Daraus folgt auch ein relativ hoher Anteil an beruhigten Zonen im Bereich der Wirbelschicht, durch niedrige Partikelgeschwindigkeiten gekennzeichnet.

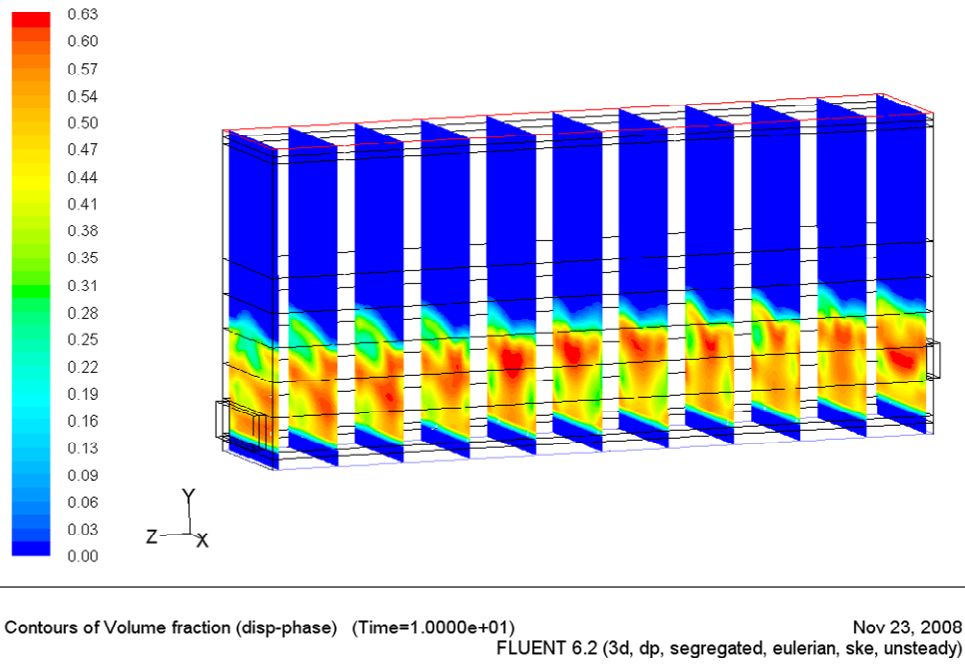


Abbildung 4-17: Konturplots (XY-Schnitte) des Partikelvolumenanteils für „Simulation A – 02“

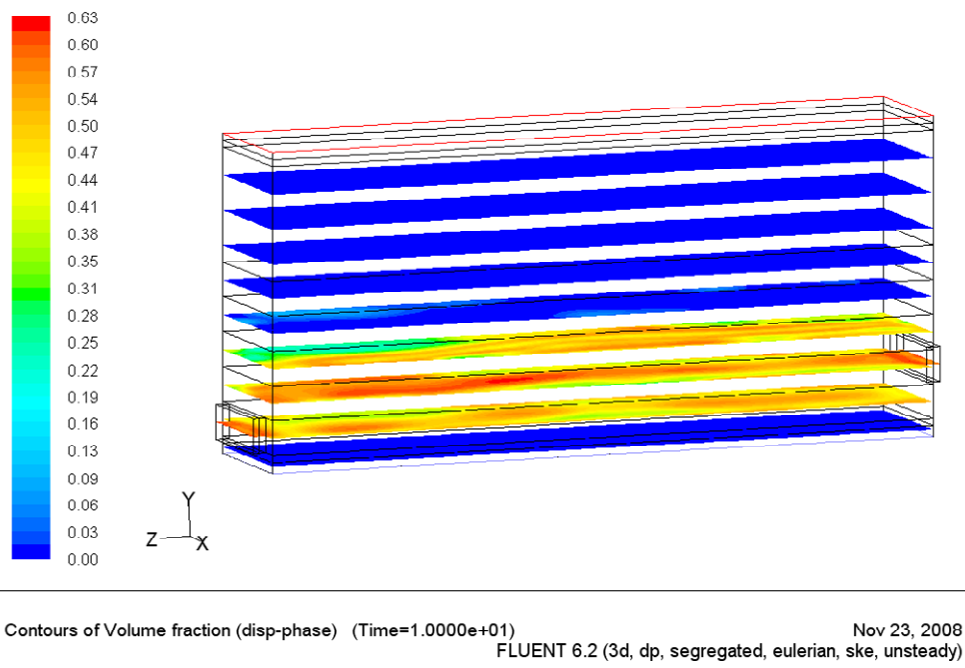


Abbildung 4-18: Konturplots (XZ-Schnitte) des Partikelvolumenanteils für „Simulation A – 02“

Ein interessantes Ergebnis der Simulation, insbesondere im Vergleich mit den oben berechneten Wirbelschichtparametern, ist die Wirbelschichthöhe. Um die Expansion der Schicht bestimmen zu können, wurde der Feststoffvolumenanteil über der Schichthöhe (y-Koordinate) aufgetragen und in Abbildung 4-19 dargestellt. In diesem Diagramm wurde die Verteilung des Volumenanteils für drei Schnittebenen  $z = [200, 500, 800]$  mm gezeigt. Es ist klar erkennbar, dass die Feststoffkonzentration bei einer Schichthöhe von etwa 150 mm deutlich abnimmt. Diese Grenze schwank zwischen den drei Schnitten etwas, liegt jedoch in diesem Bereich. Somit lässt sich eine verhältnismäßig gute Übereinstimmung mit dem überschlägig berechneten Wert von

141 mm und den Messungen aus [81] von 105 mm ruhende Schichtoberseite. Alle Werte liegen im Schwankungsbereich der Simulation.

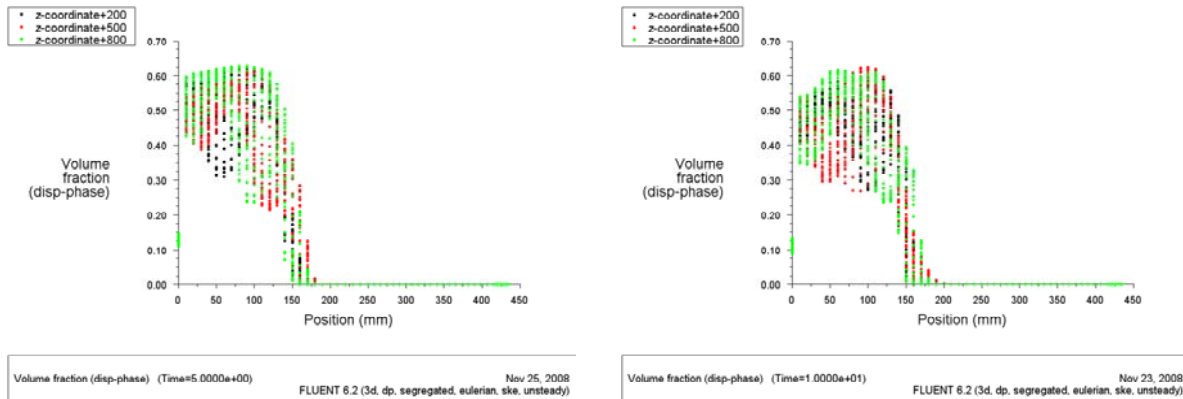


Abbildung 4-19: Feststoffvolumenanteil als Funktion der Wirbelschichthöhe für „Simulation A – 02“ nach 5s und 10s

Die klare Abgrenzung des Wirbelschichtvolumens ist auch erkennbar, wenn die Geschwindigkeit der dispersen Phase wie in der Abbildung 4-20 visualisiert wird.

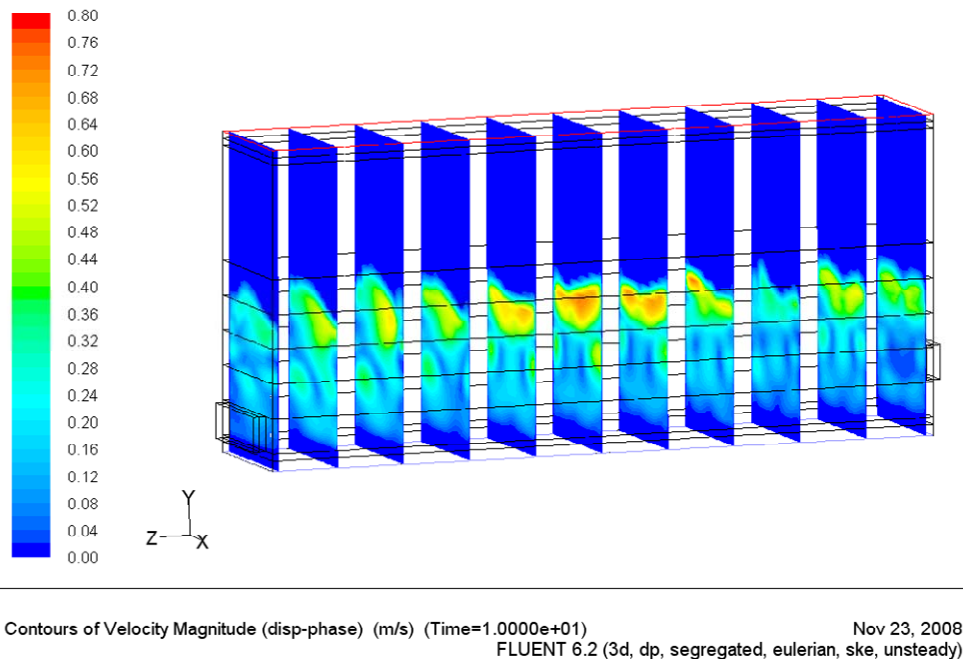


Abbildung 4-20: Konturplots der Geschwindigkeit der dispersen Phase für „Simulation A – 02“

Es ist festzustellen, dass die Partikel nur relativ langsam durch das Fluidisierungsmittel bewegt werden und somit viele Bereiche mit geringen Geschwindigkeiten existieren. Etwas höhere Werte treten nur auf, wenn Gasblasen an der Wirbelschichtoberfläche aufreißen und Partikel hochgeschleudert werden.

Im Anhang befinden sich unter 8.7.1 weitere Ergebnisdarstellungen für den Zeitpunkt  $t = 5s$ .

Aufbauend auf die Resultate von „A-02“ wurde die Simulation um einen kontinuierlichen Feststoffeintrag und einen kontinuierlichen Feststoffaustrag erweitert. Auf diese Weise wurde der kontinuierliche Betrieb als Simulation „A-03“ abgebildet. Die Parameter sind in Tabelle 4-8 und Tabelle 4-9 zusammenfassend dargestellt.

Parameter:	Wert:	Bemerkungen:
Luftvolumenstrom	500 m <sup>3</sup> /h	gleichverteilt über den gesamten Prozessraum
Temperatur im Prozessraum	60°C	berücksichtigt durch die Gasdichte und die dyn. Viskosität
Wirbelschichtmasse	25 kg	reduziert im Vergleich zu [81]
Partikelgröße	877 µm	mittlerer oberflächengleicher Durchmesser
Feststoffdichte (Trina)	1720 kg/m <sup>3</sup>	gemäß [81]
Eintrittsmassenstrom Feststoff	20 kg/h	gleichverteilt über den Eintrittsquerschnitt
Austrittsmassenstrom Feststoff	20 kg/h	gleichverteilt über den Austrittsquerschnitt
Anströmboden	Typ: „Conidur“	gemäß Absatz 4.2.5
Systemdruck	101325 Pa	an der Luftaustrittsfläche oben

Tabelle 4-8: Simulationsparameter für „Simulation A – 03“

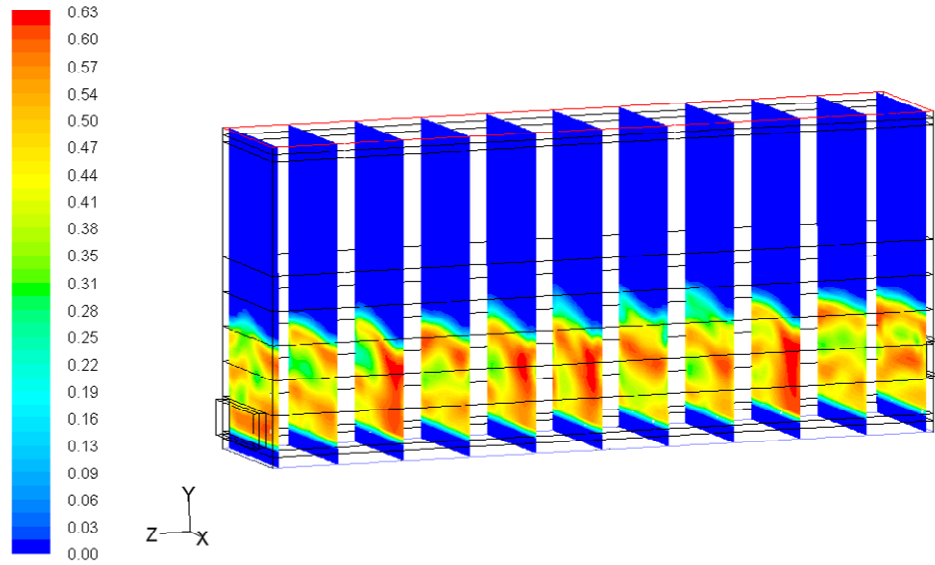
Der Feststoffein- bzw. -austrag wurde entsprechend der Erläuterungen im Abschnitt 4.2.5 definiert.

Dabei wurden die instationären Ergebnisse während der Simulation „A-02“ aufgezeichnet und statistisch ausgewertet.

Randbedingungen		
Randbedingungen:	Wert:	Bemerkungen:
Eintrittsgeschwindigkeit in den Prozessraum unterhalb des Anströmbodens	0,69 m/s	für alle 4 Zuluftrohre senkrecht zur Eintrittsfläche
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Druck am Luftaustritt	101325 Pa	gemäß Absatz 4.2.5
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Volumenanteil Feststoff am Feststoffeintrag	0,214	gleichverteilt über die Eintrittsfläche
Eintrittsgeschwindigkeit des Feststoffes	0,0020 m/s	gleichverteilt über die Eintrittsfläche
Volumenanteil Feststoff am Feststoffaustrag	0,224	gleichverteilt über die Austrittsfläche
Austrittsgeschwindigkeit des Feststoffes	0,0019 m/s	gleichverteilt über die Austrittsfläche
Löseereinstellungen		
Löser	instationär, segregiert	gemäß [31]
Zeitschrittweite	0,005 s	konstante Schrittweite

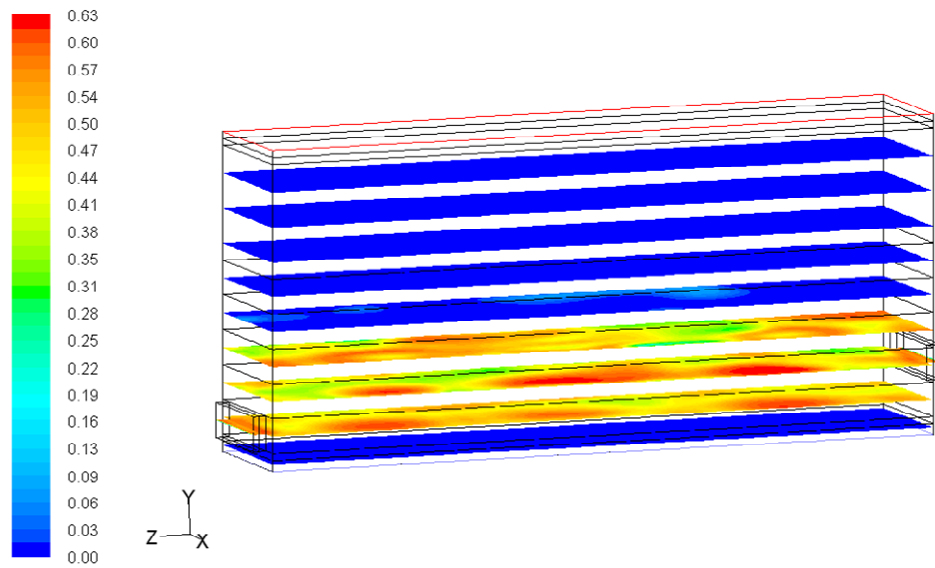
Tabelle 4-9: Randbedingungen und Löseereinstellungen für „Simulation A – 03“

Die Simulation wurde bis zu einem Zeitpunkt von  $t = 60$  s durchgeführt.



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

Abbildung 4-21: Konturplots (XY-Schnitte) des Partikelvolumenanteils für „Simulation A – 03“



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

Abbildung 4-22: Konturplots (XZ-Schnitte) des Partikelvolumenanteils für „Simulation A – 03“

Wie bereits im vorausgegangen Schritt wurde auch das Expansionsverhalten betrachtet. Auch hier zeigt sich eine qualitative Übereinstimmung mit den überschläglich berechneten Werten und den Beobachtungen am realen Apparat.

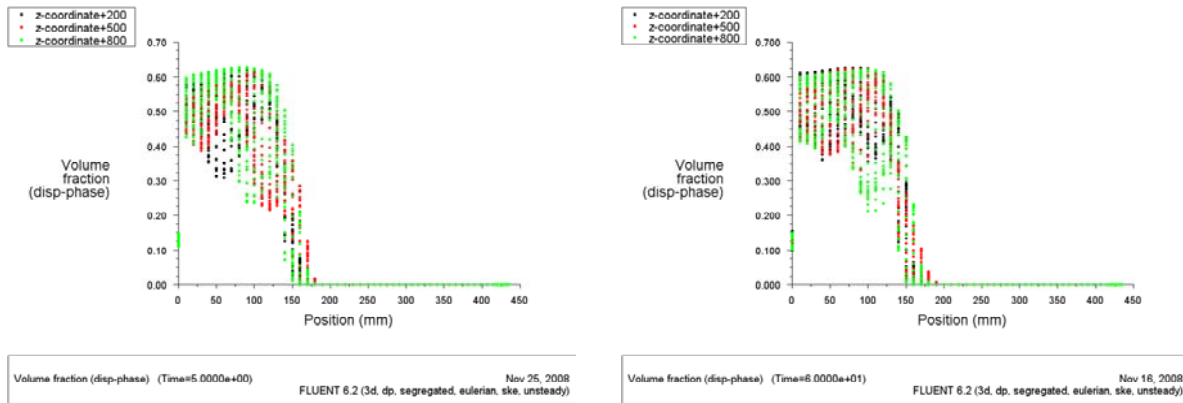


Abbildung 4-23: Feststoffvolumenanteil als Funktion der Wirbelschichthöhe für „Simulation A – 03“ nach 5s und 60s

Ein interessanter Effekt, der sich während der experimentellen Untersuchungen immer wieder zeigte, wird insbesondere durch die Abbildung 4-24 veranschaulicht. Beim visuellen Vergleich der Wirbelschichtzustände oberhalb der vier Zuluftkammern wurde häufig eine intensivere Aufwirbelung der Schichtmasse beobachtet, d.h. die äußeren stirnseitigen Zonen fluidisierten weniger intensiv als die zentralen Bereiche des Prozessraumes. Ein derartiges Verhalten wurde auch bei der CFD-Simulation ermittelt. Die berechneten Partikelgeschwindigkeiten sind in der Simulation „A-03“ im mittleren Prozessraumbereich deutlich höher als in den randnahen Zonen.

Es wird vermutet, dass dieses Verhalten infolge der Zu- und Abströmung von Feststoff bewirkt wird.

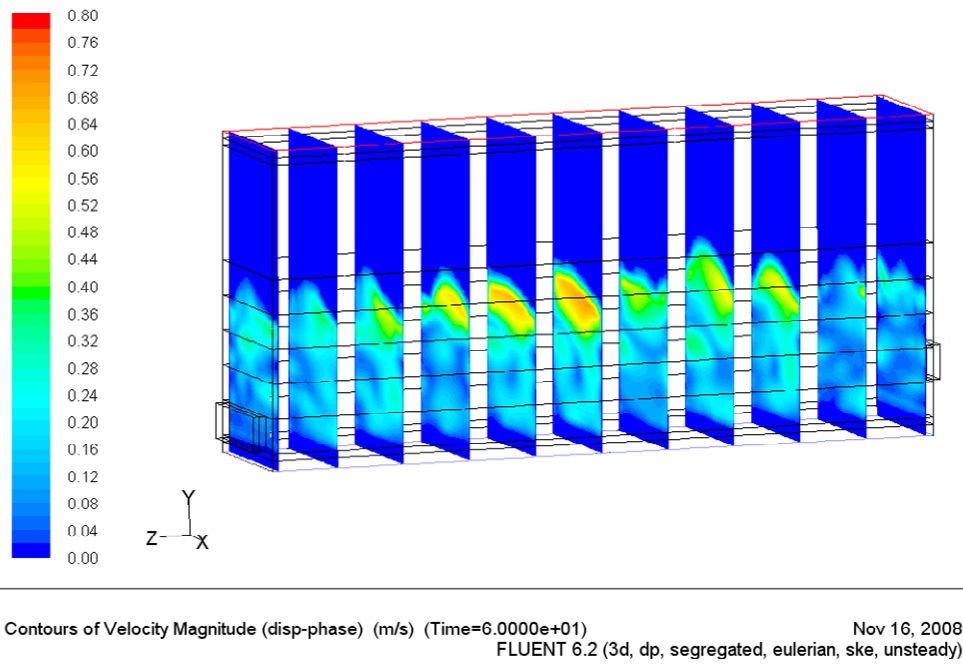


Abbildung 4-24: Konturplots der Geschwindigkeit der dispersen Phase für „Simulation A – 03“

Rückschlüsse auf das dynamische Verhalten von Wirbelschichttrinnen können aufbauend auf Betrachtungen der Partikelgeschwindigkeiten in den drei Raumrichtungen im Vergleich zu den Ein- und Austrittsgeschwindigkeiten getroffen werden. Im vorliegenden Fall sind die einzelnen Geschwindigkeitskomponenten im überwiegenden Volumenanteil des Prozessraumes signifikant größer als die Zu- und Abströmgeschwindigkeiten. Deshalb kann ein derartiger Apparat unter den hier unter-

suchten Prozessbedingungen keine „gerichtete“ Strömung der dispersen Phase vom Ein- zum Austrag haben. Die „diffuse“ Komponente überwiegt in diesem Fall.

In der Abbildung 4-25 ist die Strömungsstruktur zusammenfassend für einen Schnitt bei  $x = 100\text{mm}$  dargestellt.

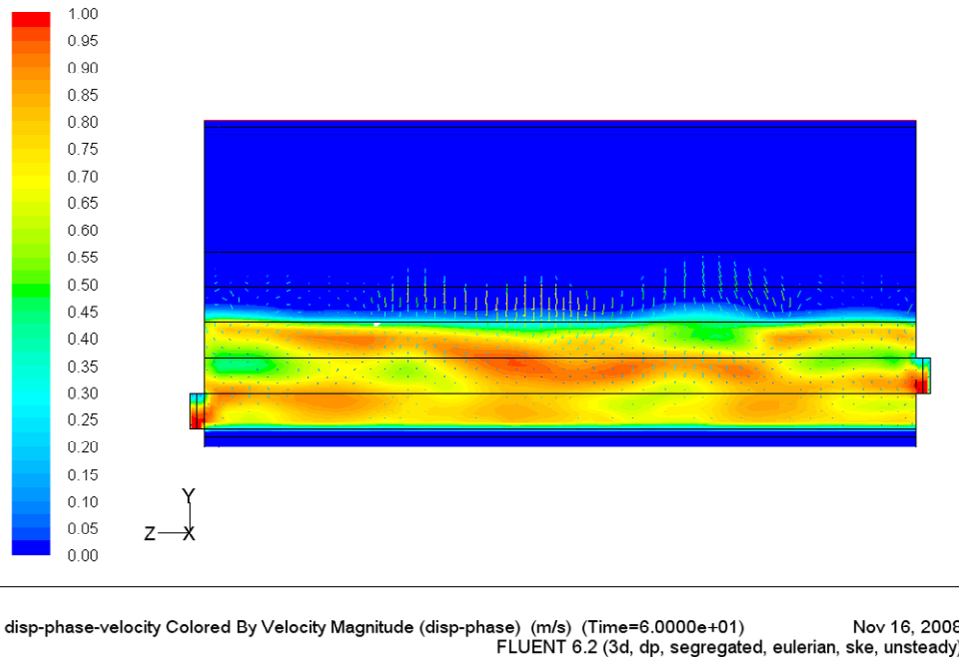


Abbildung 4-25: Konturplots des Volumenanteils sowie Vektordarstellung der Geschwindigkeit der dispersen Phase für „Simulation A – 03“

### 4.4.2 Fluidisierung bei höherer Prozessluftmenge

Eine zweite Simulation soll der Analyse der Strömungsstruktur für bei einer im Vergleich zur Simulation B erhöhten Intensität des Wirbelschichtzustandes dienen. Bedingt durch die erhöhte Leerraumgeschwindigkeit wird die Wirbelschichtmasse schneller durchmischt werden.

Die prinzipielle Vorgehensweise bei der Simulation „ B-01“ erfolgte analog zum Abschnitt 4.4.1.

In der Tabelle 4-10 wurden die wesentlichen Verfahrensparameter zusammengetragen.

Parameter:	Wert:	Bemerkungen:
Luftvolumenstrom	700 m <sup>3</sup> /h	gleichverteilt über den gesamten Prozessraum
Temperatur im Prozessraum	60°C	berücksichtigt durch die Gasdichte und die dyn. Viskosität
Anströmboden	Typ: „Conidur“	gemäß Absatz 4.2.5
Systemdruck	101325 Pa	an der Luftaustrittsfläche oben

Tabelle 4-10: Simulationsparameter für „Simulation B – 01“

Dieser Parametersatz entspricht den Berechnungsparametern entsprechend der Tabelle 4-11.

Randbedingungen		
Randbedingungen:	Wert:	Bemerkungen:
Eintrittsgeschwindigkeit in den Prozessraum unterhalb des Anströmbodens	0,97 m/s	für alle 4 Zuluftrohre senkrecht zur Eintrittsfläche
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Druck am Luftaustritt	101325 Pa	gemäß Absatz 4.2.5
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Löseereinstellungen		
Löser	stationär, segregiert	gemäß [31]

Tabelle 4-11: Randbedingungen und Löseereinstellungen für „Simulation B – 01“

Auch für die zweite Simulation wurden zum Vergleich die Wirbelschichtkenngrößen überschläglich berechnet. Die Ergebnisse zum Ausdehnungsverhalten der Wirbelschicht sind anschließend aufgelistet.

$$\varepsilon = 0,535 \quad \text{Formel 4-28}$$

$$H_{ws} = 156 \text{ mm} \quad \text{Formel 4-29}$$

Wiederum ausgehend von der stationären Luftdurchströmung bei der erhöhten Prozessluftmenge wurde die Simulation B – 02 gemäß den folgenden Aufstellungen durchgeführt.

Parameter:	Wert:	Bemerkungen:
Luftvolumenstrom	700 m³/h	gleichverteilt über den gesamten Prozessraum
Temperatur im Prozessraum	60°C	berücksichtigt durch die Gasdichte und die dyn. Viskosität
Wirbelschichtmasse	25 kg	reduziert im Vergleich zu [81]
Partikelgröße	877 µm	mittlerer oberflächengleicher Durchmesser [81]
Feststoffdichte (Trina)	1720 kg/m³	gemäß [81]
Anströmboden	Typ: „Conidur“	gemäß Absatz 4.2.5
Systemdruck	101325 Pa	an der Luftaustrittsfläche oben

Tabelle 4-12: Simulationsparameter für „Simulation B – 02“

Randbedingungen		
Randbedingungen:	Wert:	Bemerkungen:
Eintrittsgeschwindigkeit in den Prozessraum unterhalb des Anströmbodens	0,97 m/s	für alle 4 Zuluftrohre senkrecht zur Eintrittsfläche
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Druck am Luftaustritt	101325 Pa	gemäß Absatz 4.2.5
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Löseereinstellungen		
Löser	instationär, segregiert	gemäß [31]
Zeitschrittweite	0,025 s	konstante Schrittweite

Tabelle 4-13: Randbedingungen und Löseereinstellungen für „Simulation B – 02“



Analog zu den vorausgegangenen Kapiteln wurde als erstes Ergebnis die lokale Verteilung des Volumenanteils der dispersen Phase berechnet und in Abbildung 4-26 sowie Abbildung 4-27 dargestellt. Auch die Position der einzelnen Schnittebenen entspricht denjenigen aus Abschnitt 4.4.1.

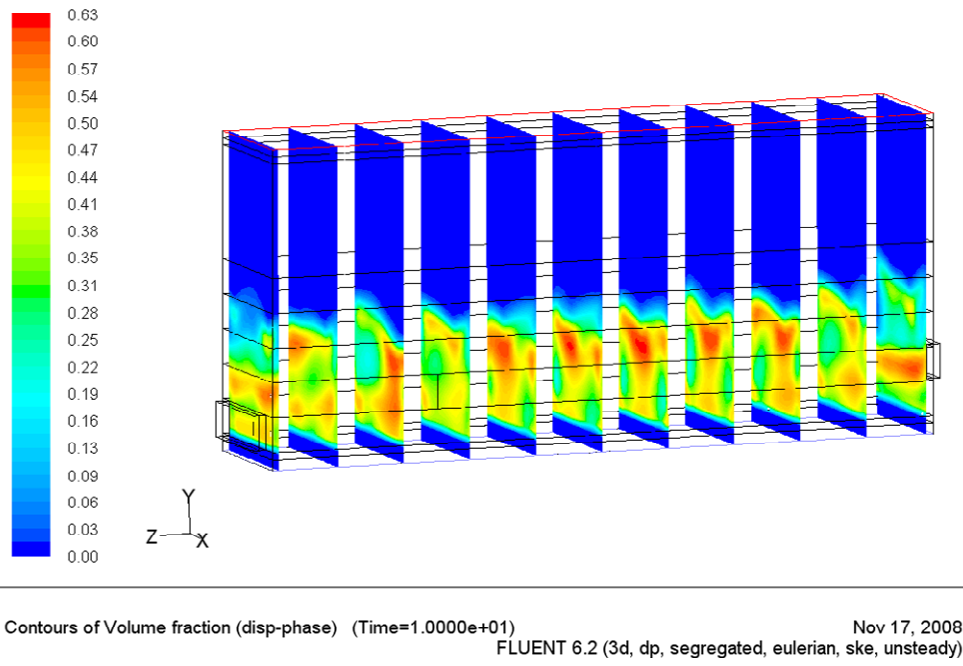


Abbildung 4-26: Konturplots (XY-Schnitte) des Partikelvolumenanteils für „Simulation B – 02“

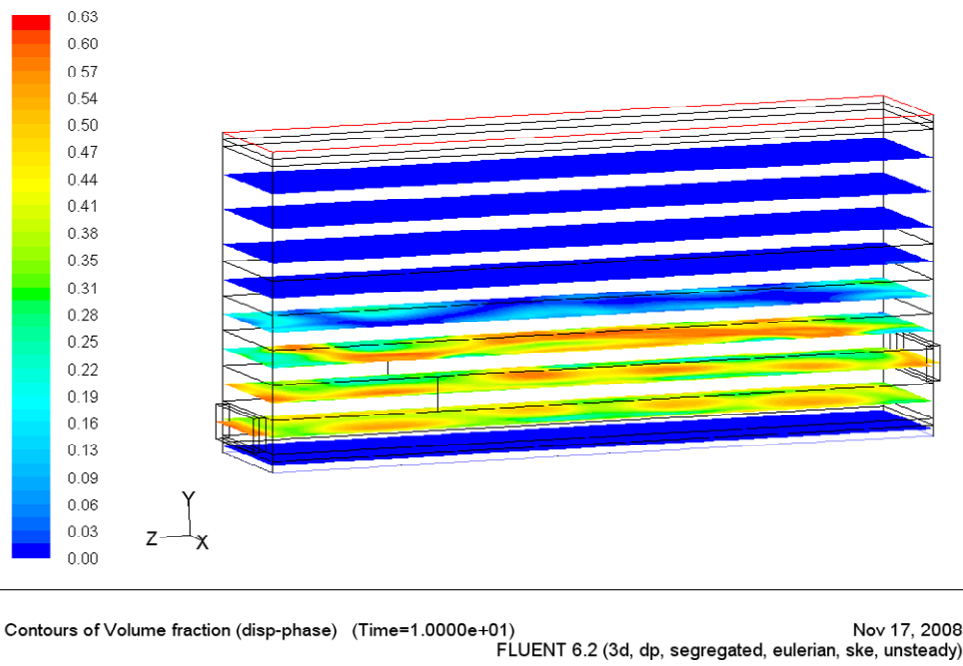


Abbildung 4-27: Konturplots (XZ-Schnitte) des Partikelvolumenanteils für „Simulation B – 02“

Die Ergebnisse aus der numerischen Simulation zum Ausdehnungsverhalten der Wirbelschicht wurden mit den überschläglich berechneten Kenngrößen verglichen. Die nachstehende Abbildung 4-28 stellt die Verteilung des Feststoffvolumenanteils für drei exemplarisch gewählte Schnittebenen dar. Im Vergleich zur Abbildung 4-19 (Simulation „A-02“) ist eine stärkere Expansion der Wirbelschicht zu erkennen. Wie auch durch

die Überschlagswerte vorhergesagt, fällt diese Erhöhung der Wirbelschicht nicht sehr stark aus.

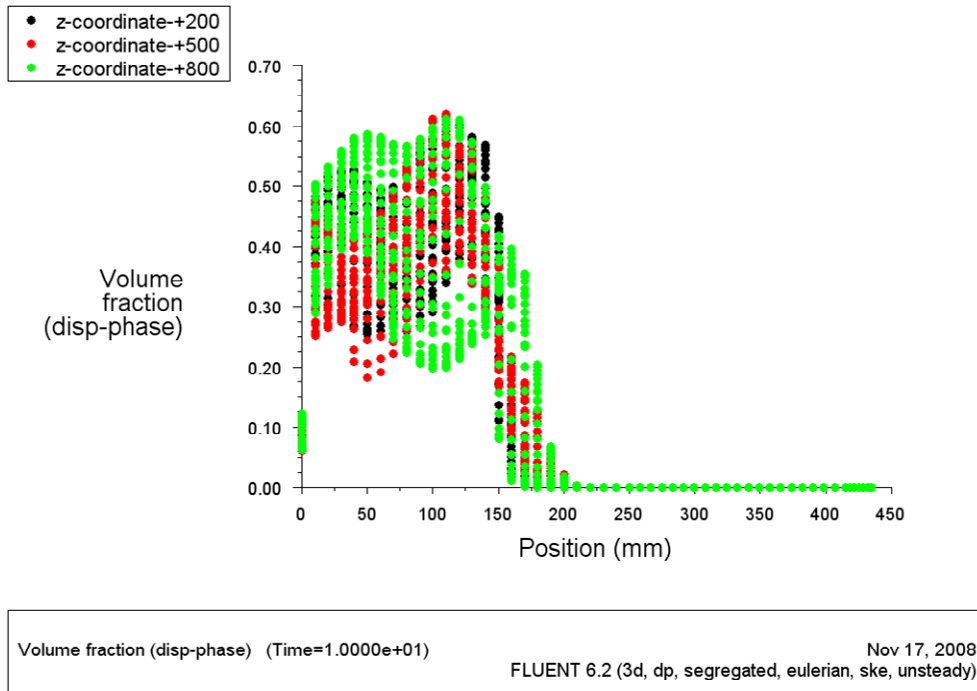


Abbildung 4-28: Feststoffvolumenanteil als Funktion der Wirbelschichthöhe für „Simulation B – 02“

Die erhöhte Prozessluftmenge bewirkt eine intensivere Verwirbelung der dispersen Phase. In Abbildung 4-20 (Simulation „A-02“) und Abbildung 4-29 (Simulation „B-02“) werden Konturdarstellungen der Partikelgeschwindigkeit visualisiert. Im vorliegenden Fall „B“ liegen ausgedehntere Bereiche mit Geschwindigkeiten von 0,6 - 0,8m/s vor.

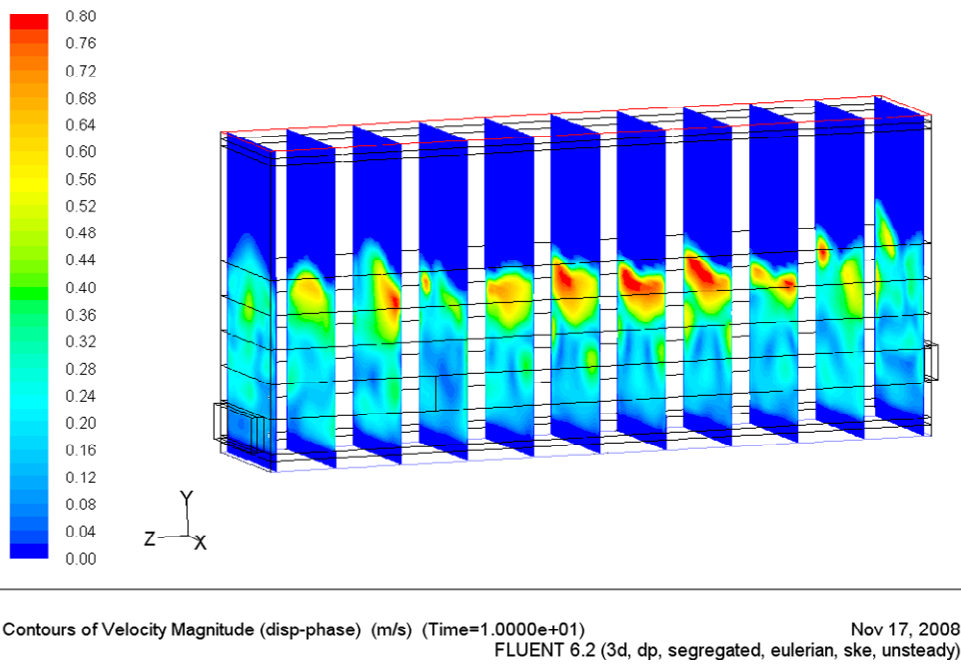


Abbildung 4-29: Konturplots der Geschwindigkeit der dispersen Phase für „Simulation B – 02“

Auch für die Simulation „B-02“ sind weitere Ergebnisse für den Zwischenzeitpunkt t=5s unter Abschnitt 8.7.2 im Anhang zu finden.

Analog zur Simulation „A“ wurde auch bei „B“ ein kontinuierlicher Apparatebetrieb simuliert. Dazu wurde ebenfalls die zuvor erläuterte Vorgehensweise benutzt. Dies betrifft insbesondere die Randbedingungen zum Feststoffein- bzw. -austrag. Auch hier wurden die entsprechenden Parameter während der Simulation „B-02“ aufgezeichnet und die dazugehörigen Randbedingungen berechnet.

Die nachfolgenden beiden Tabellen fassen die Simulationsparameter zusammen.

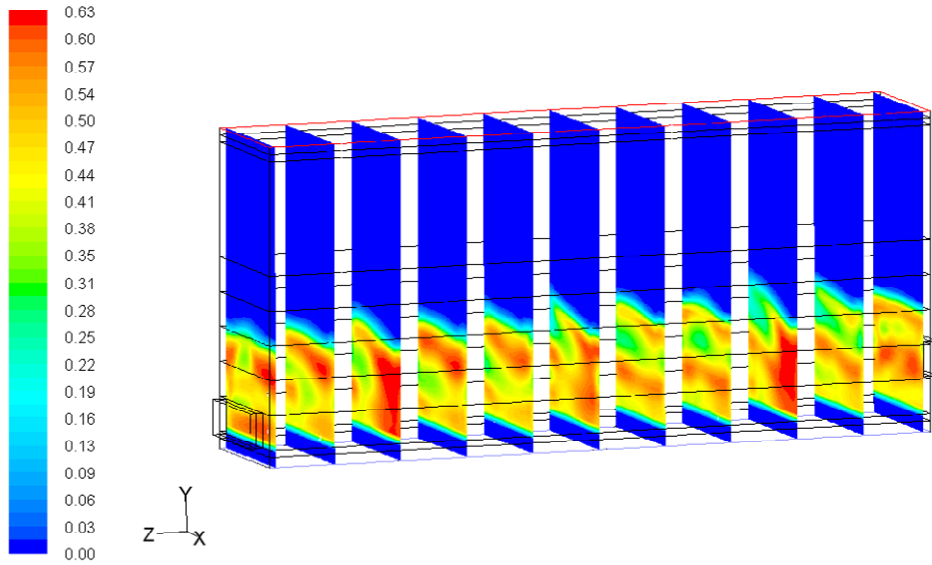
Parameter:	Wert:	Bemerkungen:
Luftvolumenstrom	700 m <sup>3</sup> /h	gleichverteilt über den gesamten Prozessraum
Temperatur im Prozessraum	60°C	berücksichtigt durch die Gasdichte und die dyn. Viskosität
Wirbelschichtmasse	25 kg	reduziert im Vergleich zu [81]
Partikelgröße	877 µm	mittlerer oberflächengleicher Durchmesser [81]
Feststoffdichte (Trina)	1720 kg/m <sup>3</sup>	gemäß [81]
Eintrittsmassenstrom Feststoff	20 kg/h	gleichverteilt über den Eintrittsquerschnitt
Austrittsmassenstrom Feststoff	20 kg/h	gleichverteilt über den Austrittsquerschnitt
Anströmboden	Typ: „Conidur“	gemäß Absatz 4.2.5
Systemdruck	101325 Pa	an der Luftaustrittsfläche oben

Tabelle 4-14: Simulationsparameter für „Simulation B – 03“

Randbedingungen		
Randbedingungen:	Wert:	Bemerkungen:
Eintrittsgeschwindigkeit in den Prozessraum unterhalb des Anströmbodens	0,97 m/s	für alle 4 Zuluftrohre senkrecht zur Eintrittsfläche
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Druck am Luftaustritt	101325 Pa	gemäß Absatz 4.2.5
	Turbulenzintensität: 5 % hydr. Durchmesser: 333,3 mm	
Volumenanteil Feststoff am Feststoffeintrag	0,455	gleichverteilt über die Eintrittsfläche
Eintrittsgeschwindigkeit des Feststoffes	0,0009466 m/s	gleichverteilt über die Eintrittsfläche
Volumenanteil Feststoff am Feststoffaustrag	0,461	gleichverteilt über die Austrittsfläche
Austrittsgeschwindigkeit des Feststoffes	0,0009346 m/s	gleichverteilt über die Austrittsfläche
Lösereinstellungen		
Löser	instationär, segregiert	gemäß [31]
Zeitschrittweite	0,005 s	konstante Schrittweite

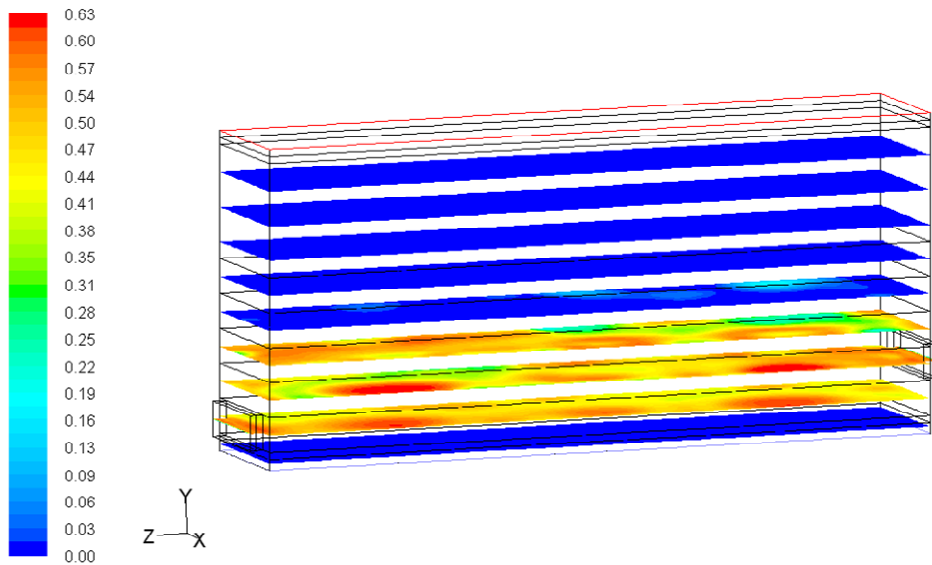
Tabelle 4-15: Randbedingungen und Lösereinstellungen für „Simulation B – 03“

Die Simulation wurde auch hier zunächst bis zu einem Zeitpunkt von  $t = 60$  s durchgeführt.



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

Abbildung 4-30: Konturplots (XY-Schnitte) des Partikelvolumenanteils für „Simulation B – 03“



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

Abbildung 4-31: Konturplots (XZ-Schnitte) des Partikelvolumenanteils für „Simulation B – 03“

Das Expansionsverhalten der Wirbelschicht bei den vorliegenden Parametern wurde wiederum durch die Darstellung der Verteilung des Feststoffvolumenanteils über die Wirbelschichthöhe im Prozessraum betrachtet.

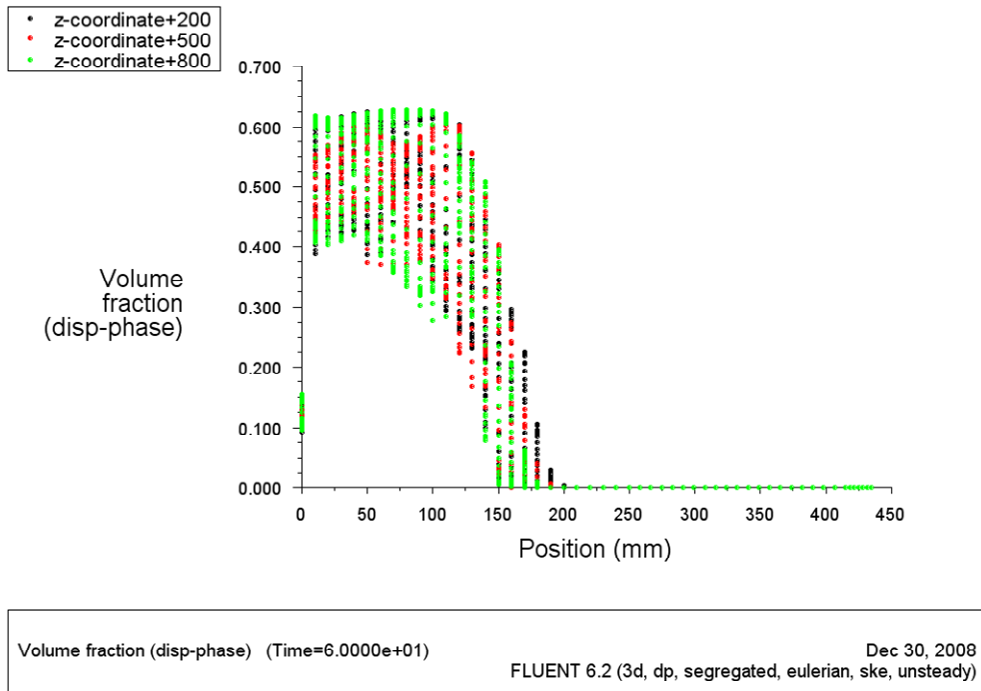


Abbildung 4-32: Feststoffvolumenanteil als Funktion der Wirbelschichthöhe für „Simulation B – 03“ nach 60s

Auch für die Simulation „B-03“ wurde die Strömungsgeschwindigkeit der dispersen Phase im Prozessraumvolumen in der nachfolgenden Abbildung 4-33 dargestellt.

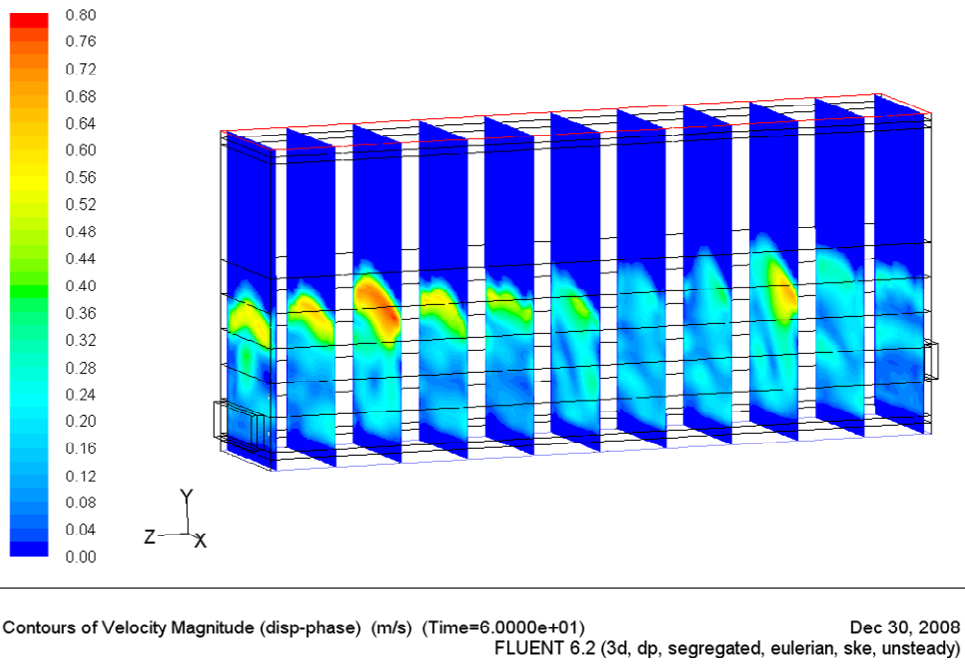


Abbildung 4-33: Konturplots der Geschwindigkeit der dispersen Phase für „Simulation B – 03“

In der Abbildung 4-34 wurde versucht, die komplexe Strömungsstruktur der dispersen Phase zusammenfassend für einen Schnitt bei x = 100mm darzustellen.

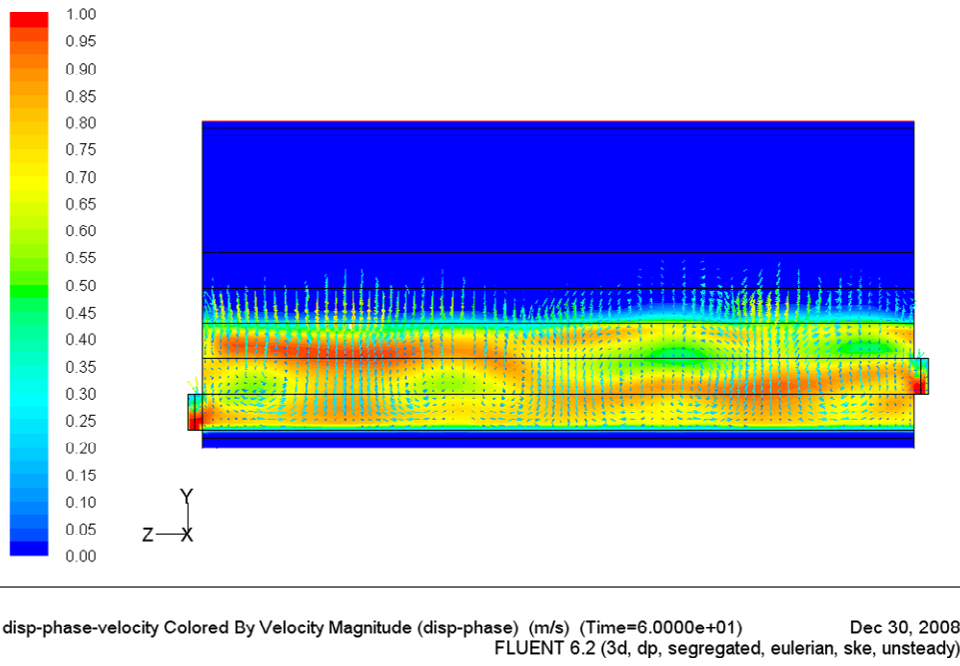


Abbildung 4-34: Konturplots des Volumenanteils sowie Vektordarstellung der Geschwindigkeit der dispersen Phase für „Simulation B – 03“

## 4.5 Analyse des dynamischen Verhaltens

Aufbauend auf die Simulationsrechnungen wurden charakteristische Parameter als Funktion der Zeit aufgezeichnet. Ziel dieser Vorgehensweise war es, die zeitlichen und räumlichen Schwankungen von Prozessgrößen zu erkennen und qualitativ einzuschätzen. Diese Vorgehensweise erlaubt es auch, integrale Kenngrößen für definierte Bilanzräume zu berechnen und deren zeitliche Schwankungen darzustellen.

Für den kontinuierlichen Betrieb einer Wirbelschichttrinne ist die netto-Strömungsgeschwindigkeit des Feststoffes vom Eintrag zum Austrag von entscheidender Bedeutung.

Zur Analyse des dynamischen Verhaltens und zur Einschätzung des Verweilzeitverhaltens des rinnenförmigen Wirbelschichtapparates wurde die mittlere Strömungsgeschwindigkeit der dispersen Phase in z-Richtung (als „positiv“ definiert in Strömungsrichtung hin zum Feststoffaustrag) berechnet und aufgezeichnet. Hierzu wurde der volumenbezogene Mittelwert des gesamten Prozessraumes (bis zu einer Höhe von 100 mm) herangezogen. Die Begrenzung auf den Bereich oberhalb des Anströmbodens bis 100 mm darüber wurde gewählt, um den dichten Bereich der Wirbelschicht integral zu erfassen. In darüber liegenden Bereichen werden die Partikel durch Wirkung der aufsteigenden Gasblasen mit hoher Geschwindigkeit in darüber liegende Apparatebereiche geschleudert. Um die Strömungsvorgänge im eigentlichen Wirbelschichtbereich zu untersuchen, wurden diese Effekte bei der Auswertung vernachlässigt und nicht weiter untersucht.

In der Abbildung 4-35 wird als ein Beispiel die mittlere Geschwindigkeit der dispersen Phase in z-Richtung als Funktion der Zeit dargestellt. Obwohl der stationäre Prozesszustand simuliert wurde, konnten teilweise sehr starke Schwankungen der Partikelströmungsgeschwindigkeit festgestellt werden. Diese Variationen treten auf, obwohl bei der Simulation mit festen Aus- und Eintrittsvolumenströmen gerechnet wurde und somit konstante Zu- und Abströme gewährleistet sind. Es ist deutlich erkennbar,

dass durch die Mischungsvorgänge in der Wirbelschicht lokal deutlich größere Horizontalgeschwindigkeiten hervorgerufen werden, als durch die konvektive Strömung längs durch den Apparat.

Unter Punkt 3.3 dieser Arbeit werden die Ergebnisse von Messungen der Verweilzeit-spektren unter anderem für einen Prozessluftvolumenstrom von 500m<sup>3</sup>/h vorgestellt. Die relativ breite Verweilzeitverteilung wird durch die starken Schwankungen der Partikelgeschwindigkeit hervorgerufen.

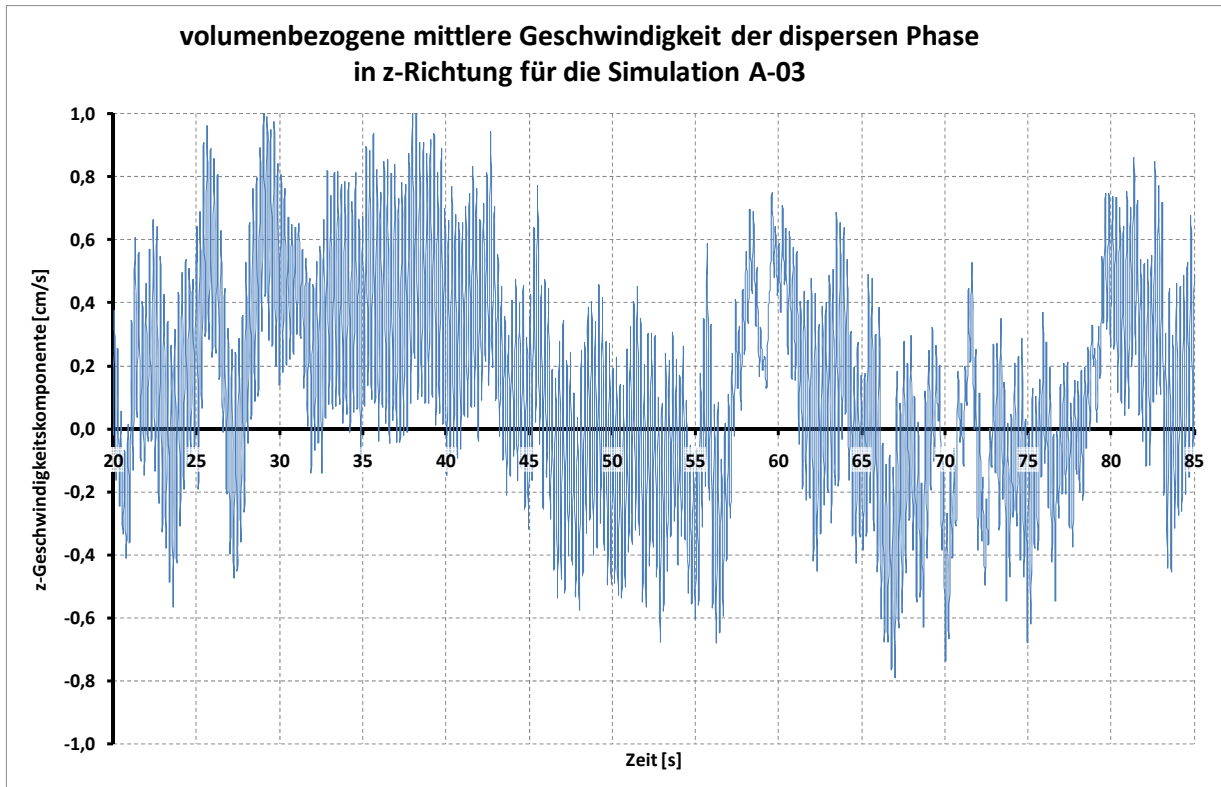


Abbildung 4-35: mittlere Geschwindigkeit der dispersen Phase in z-Richtung für die Simulation „A-03“

## 5 Zusammenfassung

Das Ziel bei der Bearbeitung des Themas waren die experimentelle Untersuchung und systematische Analyse von Sprühgranulationsprozessen in unterschiedlichen Wirbelschichtapparaten am Beispiel eines realen Stoffsystems sowie die strömungstechnische Modellierung einer Wirbelschichttrinne im Pilotmaßstab.

Dabei wurden die Schwerpunkte im ersten Teil auf die Gewinnung von granulationskinetischen Daten in Abhängigkeit von verfahrenstechnischen Parametern gelegt. Durch systematische Versuche im Labor- und Pilotmaßstab wurden Unterschiede in der Granulationskinetik aufgezeigt. Auch der Einfluss der Betriebsführung (Chargenprozess bzw. kontinuierlicher Prozess) wurde betrachtet und analysiert.

Den Ausgangspunkt bei der Bearbeitung dieses Themengebietes bildete die Entwicklung einer Methodik zur systematischen Auswertung von experimentellen Untersuchungen von Granulationsprozessen in Wirbelschichtapparaten, die zur Erhöhung der Informationsausbeute von Versuchen dient. Die prinzipielle Vorgehensweise wurde detailliert erläutert sowie am Beispiel der Sprühgranulation einer Lösung demonstriert.

Im praktischen Teil wurden zunächst verschiedene Experimente ausgehend von definierten Partikelgrößenverteilungen durchgeführt. Diese Vorgehensweise wurde angewendet, um Unterschiede im Wachstumsverhalten einzelner Größenklassen herauszuarbeiten. Anschließend wurden hinsichtlich der Prozessbedingungen vergleichbare experimentelle Untersuchungen sowohl im Chargenbetrieb als auch bei kontinuierlicher Betriebsführung durchgeführt.

Ausgehend von den verschiedenen Sprühgranulationsversuchen, deren Prozessparameter und Partikelgrößenverläufe im Anhang unter den Punkten 8.5 und 8.6 zusammengetragen wurden, konnten Einflussanalysen erstellt werden.

Nach Aufbereitung der verfahrenstechnischen Daten sowie Zuordnung der entsprechenden Partikelgrößenanalysen wurden Datenbanken erstellt, die in einem nachfolgenden Schritt für Parameteranalysen verwendet wurden. Die hierfür herangezogene Technik der künstlichen neuronalen Netze konnte die Zielstellung erfüllen und dabei helfen, sowohl Gemeinsamkeiten als auch Unterschiede bei unterschiedlicher Prozessführung unter Nutzung unterschiedlicher Apparategrößen herauszuarbeiten.

Es konnte gezeigt werden, dass das untersuchte Stoffsystem sich bei der Sprühgranulation nicht entsprechend vereinfachter und idealisierter Wachstumsmodelle verhält. Insbesondere die Entstehung von Feinpartikeln infolge von Eigenkeimbildung dominiert die Granulation. Speziell wurden weiterhin die Einflüsse der Parameter Sprühdruck und Massenstrom der eingesprühten Lösung betrachtet.

Die entwickelte Systematik erlaubt sehr rationell empirische Prozessmodelle auf Basis künstlicher neuronaler Netzwerke aufzustellen. Diese Modelle sind nicht physikalisch begründet, zeigen aber unmittelbar Beziehungen zwischen Produkteigenschaften, Verfahrensparametern und auch Apparatetypen auf.

In der Abbildung 5-1 werden die Ergebnisse einiger Einflussanalysen wiederholend in Form einer Zusammenfassung dargestellt (die einzelnen Diagramme wurden im Kapitel 2.4.4 bereits detailliert vorgestellt).



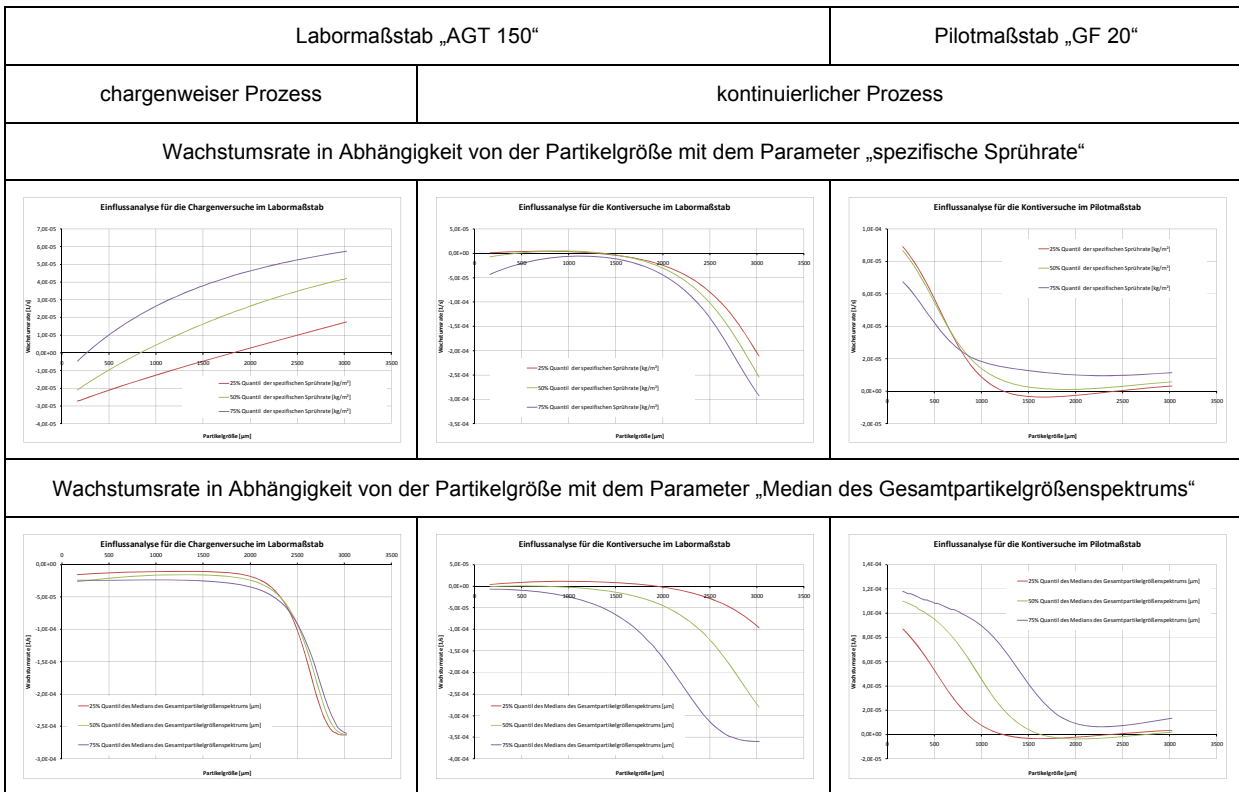


Abbildung 5-1: Zusammenfassung der Einflussanalysen

In einem weiteren Teil der Arbeit wurde das dynamische Verhalten von rinnenförmigen Wirbelschichtapparaten experimentell untersucht. Zunächst ist eine einfache Meßmethode zur Durchführung von Tracer-Experimenten entwickelt, die sich vergleichsweise einfach auch an größeren Anlagen in industriellem Maßstab durchführen lässt. Neben dem Prinzipnachweis wurden Verweilzeitspektren an einer kontinuierlichen Anlage im Pilotmaßstab für zwei unterschiedliche Prozessbedingungen ermittelt. Die aufgenommenen Verweilzeitverteilungen wurden mit auf Basis des Kaskadenmodells berechneten Verteilungen verglichen.

Es wurde nachgewiesen, dass eine Erhöhung der Prozessluftmenge zu einer wesentlichen Verbreiterung des Verweilzeitspektrums führt. Weiterhin konnte auch gezeigt werden, dass die technische Ausführung des Anströmbodens zu einer Verschiebung des Maximums der Verweilzeitverteilung in Richtung kürzerer Zeiten führt. Dies ist durch den sogenannten Transporteffekt des im Rahmen der durchgeführten Experimente verwendeten Conidur-Bodens zu begründen. Durch die Messungen wurde ebenfalls bestätigt, dass dieser Anströmbodentyp seine Förderwirkung nicht nur bei geringen Wirbelschichthöhen ausbilden kann.

Im letzten Teil wurde die Fluidisation in einer kontinuierlichen Wirbelschichttrinne durch numerische Simulation untersucht. Für den stationären kontinuierlichen Betrieb wurden räumliche Geschwindigkeitsprofile für die disperse Phase (den Feststoff) berechnet und analysiert. Es wurde aufgezeigt, dass in den beiden betrachteten Fluidisierungszuständen (Fluidisierung bei 500 m<sup>3</sup>/h bzw. bei 700 m<sup>3</sup>/h) die Partikeldispersion eindeutig gegenüber den Anteilen aus dem konvektiven Transport vom Eintrag zum Austrag überwiegt. Die Intensität der Dispersion nimmt mit ansteigender Wirbelgeschwindigkeit zu.

Die Nutzung bekannter Modelle kann für die hier untersuchten Fälle als ausreichend eingeschätzt werden. Das CFD-Modell spiegelt die grundlegenden Effekte wieder und kann unterstützend bei der Einschätzung des dynamischen Verhaltens eingesetzt

werden. Nachteilig bei der Modellierung auf Basis des Euler-Euler-Ansatzes ist jedoch, dass das Expansionsverhalten im oberen Bereich der Wirbelschicht und insbesondere das Mitreißen von Partikeln in den Freiraum nicht genügend abgebildet werden. Diese Effekte beeinflussen unter anderem das Verweilzeitverhalten, das Partikel räumlich über größere Distanzen bewegt werden. Derartige Vorgänge wurden jedoch im Rahmen dieser Arbeit vernachlässigt.

Ein sehr interessantes Ergebnis der Simulation ist die Abschätzung der zeitlichen Schwankungen der Partikelströmungsgeschwindigkeit vom Eintrag des Feststoffes zum Austrag. Die dynamische Simulation ermöglicht unter anderem die Berechnung von integralen Mittelwerten im Bereich des Prozessraumes. Dadurch wird ermöglicht, experimentell nachgewiesene Effekte systematisch zu untersuchen und Ursachenforschung zu betreiben. Effekte, wie z.B. die Streuung der Partikelverweilzeit, lassen sich durch das erstellte CFD-Modell analysieren und geeignete Optimierungsschritte können herausgearbeitet werden. Das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Geometriemodell wurde bereits dafür konfiguriert.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass auch bei Verwendung von kommerziell verfügbaren Softwaresystemen sehr aussagefähige Lösungen erzielt werden können. Da der Schwerpunkt im Rahmen dieser Arbeit auf der Entwicklung von praxisrelevanten Lösungen zur Anwendung im üblichen Projektablauf in apparatebauenden Unternehmen lag, wurde auf die Erstellung spezieller Programmierweiterungen verzichtet. Es zeigte sich, dass die untersuchten Prozesse ausreichend genau abgebildet wurden und Rückschlüsse auf die Gestaltung bzw. den Betrieb von Wirbelschichtapparaten gezogen werden konnten.

## 6 Ausblick

Der Einsatz von künstlichen neuronalen Netzen zur Prozessanalyse soll in weiterführenden Arbeiten durch die Aufnahme von zusätzlichen Produkteigenschaften erweitert werden. Dadurch wird es möglich werden, komplexere Prozess-Eigenschafts-Beziehungen in Ergänzung zur Analyse der Granulationskinetik aufzubauen. Dazu wurden bereits erste Arbeiten durchgeführt und auch Ergebnisse derartiger Studien veröffentlicht ([65], [66]). Nachfolgend werden einige Ergebnisse in einer Kurzform zusammengefasst.

In der Fallstudie wird die Anwendung künstlicher neuronaler Netze zur Produkt- und Prozessoptimierung für den Anwendungsfall der Verkapselung flüchtiger Substanzen durch Sprühgranulation untersucht. Dabei wird eine Emulsion, die den zu verkapselnden Stoff feinverteilt enthält, in einem kontinuierlichen Strahlschichtapparat verarbeitet. Die prinzipielle Vorgehensweise entspricht prinzipiell den kontinuierlichen Versuchen an der Laboranlage aus Abschnitt 2.4 dieser Arbeit. Im Gegensatz zur dort erläuterten Laboranlage wurde ein Strahlschichtapparat vom Typ „ProCell 5“ verwendet.

In der Studie wurde neben verfahrenstechnischen Parametern auch unterschiedliche Zusammensetzungen der Sprühemulsion als Einflussgrößen untersucht (Tabelle 6-1).

Es konnte exemplarisch nachgewiesen werden, dass sich die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Methodik beliebig erweitern lässt, so dass auch komplexere Analysen bis hin zur Optimierung von Prozessen und Produkteigenschaften möglich sind.

Parameter	Einheit	Min	Median	Max
Prozessbedingungen an der Laboranlage				
Produkttemperatur	°C	41.0	47.5	82.0
Sprührate	g/min	16.0	34.5	49.0
mittl. Verweilzeit	min	7.5	19.4	47.6
Öl	-	Orange, Minze, Bergamotte, ...		
Rezeptur der Emulsion				
Wasser	%	47.7	48.0	50.0
Maltodextrin Typ 1	%	0.0	29.0	40.7
Maltodextrin Typ 2	%	0.0	1.0	29.0
Stärke Typ 1	%	0.0	8.0	30.0
Stärke Typ 2	%	0.0	3.5	40.0
Filmbildner	%	0.0	2.8	3.0
Emulgator	%	0.0	0.1	3.0
Öl	%	10.0	19.0	20.5

Tabelle 6-1: Zusammenstellung von betrachteten Einflussgrößen

Als ein Beispiel dafür wurde in der Abbildung 6-1 dargestellt, wie sich die mittlere Partikelgröße bei Variation der Produkttemperatur und der Sprührate verändert.

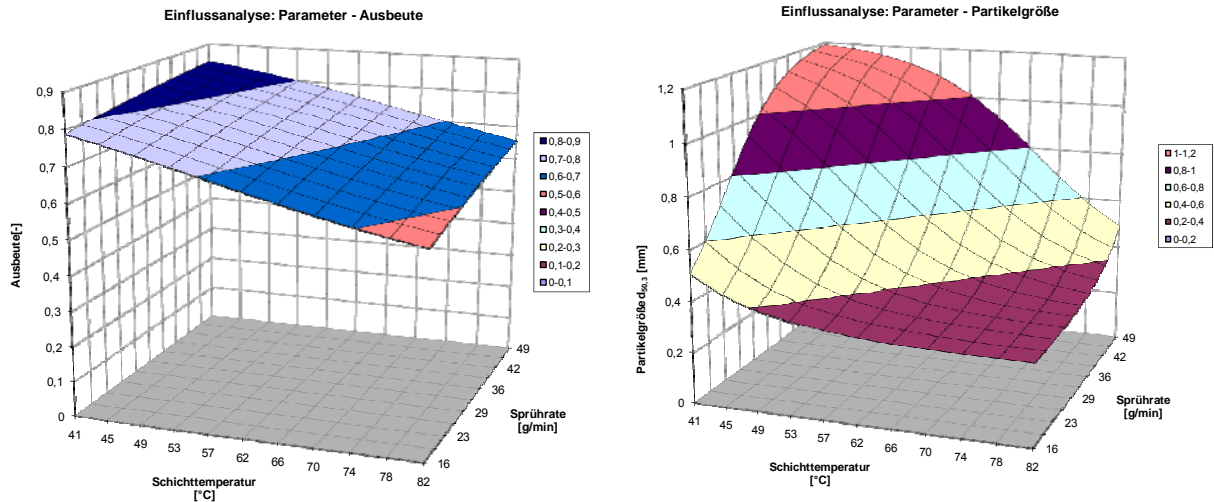


Abbildung 6-1: Einflussanalysen bei der Verkapselung von Minzöl

Gleichzeitig haben die beiden hier gezeigten Einflussgrößen auch eine unmittelbare Auswirkung auf den Qualitätsparameter „Ausbeute“, der das Verhältnis von im Granulat nachgewiesenem zur in der Flüssigkeit eingesetztem (leicht flüchtigen) Aromaöl darstellt.

Besonderes in Bezug auf die eingesetzten Rohstoffe und Rezepturen liefern Analysen unter Nutzung von künstlichen neuronalen Netzen sehr wertvolle Ergebnisse. Hier werden dann auch stoffspezifische Einflüsse klar erkennbar. Die Abbildung 6-2 zeigt Ergebnisse einer Optimierungsstudie, bei der das Ziel bestand, die Ausbeute an Öl im Granulat zu verbessern. Es konnte gezeigt und nachgewiesen werden, dass signifikante Verbesserungen durch Änderungen der Rezepturanteile möglich sind. Weiterhin wurden die Wechselbeziehungen zwischen verfahrenstechnischen Parametern, Materialeigenschaften der eingesetzten Flüssigkeitsrezeptur sowie den Produkteigenschaften aufgezeigt.

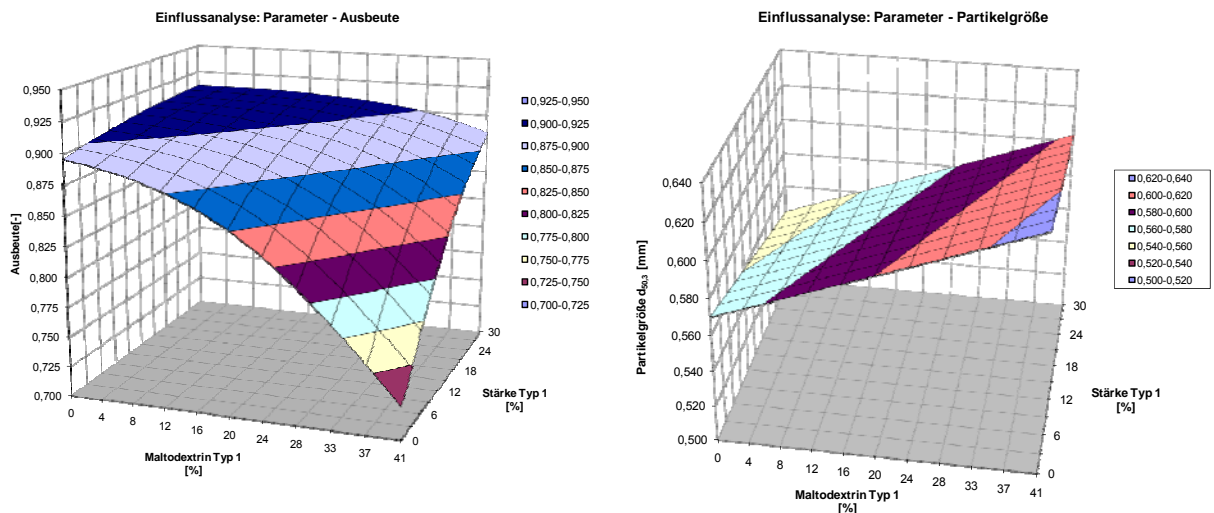


Abbildung 6-2: Optimierungsbetrachtung zur Verkapselung flüchtiger Substanzen am Beispiel von Minzöl

Für weiterführende Informationen wird an dieser Stelle auf [66] und [67] verwiesen.

Hinsichtlich der strömungstechnischen Modellierung wird weiterführend daran gearbeitet, die bereits im Geometriemodell vorbereiteten Einbauten hinsichtlich ihres Ein-

flusses auf die Partikelfluidisierung sowie die Partikelströmung von Eintritt hin zum Austritt zu untersuchen.

Diese Untersuchungen werden Ergebnisse liefern, die zur Optimierung von Wehreinbauten an kontinuierlichen Wirbelschichttrinnen dienen. Damit kann das Verweilzeit-spektrum eingeengt werden, so dass gleichmäßigere Produktqualitäten effizient herstellbar werden. Die Ergebnisse der CFD-Modellierung sind auch zur besseren Dimensionierung von kontinuierlichen Wirbelschicht-Coatingapparaten erforderlich, da eine möglichst gleichmäßige Strömung eine essentielle Voraussetzung für ein gleichmäßiges Aufbringen von funktionellen Schichten ist.

Auch für die Durchführbarkeit von mehreren Prozessschritten in einem Apparat sind Kenntnisse über die im Prozessraum vorliegenden Strömungsbedingungen wichtig. Hier steht insbesondere die Partikeldispersion im Verhältnis zur konvektiven Strömung im Mittelpunkt des Interesses. So sind mehrere Prozessstufen nur sinnvoll nebeneinander in kontinuierlicher Prozessführung durchführbar, wenn sich die einzelnen Bereiche nicht zu stark gegenseitig beeinflussen.

Weiterhin ist in nachfolgenden Arbeiten angestrebt, eine Kopplung von Populationsbilanzen mit künstlichen neuronalen Netzen herzustellen, so dass die Granulationskinetik (bzw. die zur Bilanzierung erforderlichen Kinetikparameter) aus den Ergebnissen der Einflussanalysen generiert werden kann. Somit könnte die Berücksichtigung von stoffspezifischen bzw. nicht-idealen Verhalten von Produkten berücksichtigt werden.

## 7 Quellenverzeichnis

- [1] Abbott,A.: Boundary between coating and granulation. Individual inquiry. University of Queensland, 2002
- [2] Adolphi,G. (Hrsg.): Lehrbuch der chemischen Verfahrenstechnik, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1967
- [3] Antonyuk,S.; Tomas,J.; Heinrich,S.; Mörl,L.: Breakage behaviour of spherical granules by compression.- Chemical Engineering Science, Vol.60 (2005), Elsevier, 4031-4044
- [4] Antonyuk,S.; Khanal,M.; Tomas,J.; Heinrich,S.; Mörl,L.: Impact breakage of spherical granules: Experimental study and DEM-simulation.- Chemical Engineering and Processing, Vol.45 (2006), Elsevier, 838-856
- [5] Antonyuk,S.; Müller,P.; Tomas,J.; Heinrich,S.: Ermittlung der Stoßzahl von unterschiedlich feuchten Granulaten beim geraden und schiefen Stoß.- Vortrag anlässlich der GVC-Fachauschuß-Sitzung „Agglomerations- und Schüttguttechnik“, Dresden, 12.-13. März 2007
- [6] Antonyuk,S.; Heinrich,S.; Tomas,J.; Deen,N.G.; van Buijtenen,M.S.: Energy absorption during compression and impact of dry elastic-plastic spherical granules.- Granular Matter, Springer, 2009
- [7] Bärman,F.; Biegler-König,F.: On a Class of Efficient Learning Algorithms for Neural Networks.- Neural Networks, Vol.5, Pergamon Press, 1992
- [8] Bärman,F.; Greye,G.R.: Prozessregelung einer Nachreaktion auf der Basis eines künstlichen neuronalen Netzmodells. Automatisierungstechnische Praxis 37 (1995) 8, R.Oldenbourg Verlag
- [9] Bärman,F.: Grundlagen der Modellentwicklung mit Neuronalen Netzen und Anwendungsbereiche in Chemie und Verfahrenstechnik.- Vortrag anlässlich der Fachveranstaltung „Neuronale Netze in Chemie und Verfahrenstechnik“ am Haus der Technik e.V., Essen, 7.November 2002
- [10] Basu,N.; Troshko,A.; Nurnberg,G.: Modeling of Two-phase Flow and Boiling with FLUENT.- Presented at RELAP5 UGM, West Yellowstone, Montana July 27, 2003
- [11] Bättig,M.J.: Untersuchungen zur Herstellung von Pellets in der Rotorwirbelschicht unter besonderer Berücksichtigung einer kontinuierlichen Arbeitsweise. Dissertation, Universität Basel, 1996
- [12] Becher,R.-D.: Untersuchung der Agglomeration von Partikeln bei der Wirbelschicht-Sprühgranulation. Fortschr.-Ber. VDI Reihe 3 Nr.500. Düsseldorf: VDI-Verlag 1997

- [13] Bellgard,D.; Werther,J. : Untersuchung der Quervermischung des Feststoffes in Gas/Feststoff-Wirbelschichten, Chem.-Ing.-Tech., Vol.58, Nr. 6, 1986
- [14] Bellgard,D.; Schößler,M.; Werther,J. : Untersuchung des Reaktions- und Vermischungsverhaltens bei der Kohleverbrennung in niedrig expandierten Wirbelschichten – Möglichkeiten zur Beeinflussung der Schadstoffemissionen, VDI Berichte Nr. 645, VDI-Verlag, 1987
- [15] Bellgard,D.; Hembach,F.; Schoessler,M.; Werther,J.: Modeling of large scale atmospheric fluidized bed combustors. International Conference on Fluidized Bed Combustion – Volume Two, ASME, 1987
- [16] Blömer,J.;Wilczek,M.;Bertling,J.;Kümmel,R.: Modellbildung und Simulation von Partikelbildungsprozessen – in : Teipel,U.(Hrsg.): Produktgestaltung in der Partikeltechnologie, Stuttgart: Fraunhofer-IRB-Verlag,2002
- [17] Blumschein,J.: Numerische Simulation flüssigkeitsbedüster Gas/Feststoff-Wirbelschichten, Studienarbeit, Universität Magdeburg,2000
- [18] Bockhardt,H.-D.;Grüntzschel,P.;Poetschukat,A.: Grundlagen der Verfahrenstechnik für Ingenieure, 1.Aufl., Leipzig : VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1981
- [19] Bronstein-Semendjajew : Taschenbuch der Mathematik, 15.Aufl., Leipzig, Teubner Verlagsgesellschaft, 1975
- [20] Burghaus,R.;Leineweber,D.;Lippert,J.: Einsatz von Data-Mining zur Analyse eines Polymerprozesses, Chemieingenieurtechnik (75) , Juli 2003, WILEY-VCH, 897-900
- [21] Burgschweiger,J. : Modellierung des statischen und dynamischen Verhaltens von kontinuierlich betriebenen Wirbelschichttrocknern, Fortschritts-Bericht, VDI Reihe 3 Nr. 665, Düsseldorf : VDI Verlag 2000
- [22] Burgschweiger,J.; Tsotsas,E.: Experimental investigation and modeling of continuous fluidized bed drying under steady-state and dynamic conditions.- Chemical Engineering Science, Vol.57 (2002), Elsevier, 5021-5038
- [23] Callan,R.: Neuronale Netze im Klartext.- München: Pearson Studium, 2003
- [24] Cooper,J.: Introduction to Partial Differential Equations with MATLAB, Boston;Basel;Berlin : Birkhäuser, 1998
- [25] Cryer,S.A.: Modeling Agglomeration Processes in Fluid-Bed-Granulation.- AIChE Journal, Vol.45, No.10, 1999
- [26] Drechsler,J.; Peglow,M.; Heinrich,S.; Ihlow,M.; Mörl,L.: Investigating the dynamic behaviour of fluidized bed spray granulation processes applying numerical simulation tools.- Chemical Engineering Science, Vol.60 (2005), Elsevier, 3817-3833

- [27] Depypere, F.: Characterisation of fluidized bed coating and microcapsule quality: a generic approach.- PhD thesis, Ghent University, Gent, 2005
- [28] Ennis, B.J.; Tardos, G.; Pfeffer, R. : A microlevel-based characterization of granulation phenomena.- Powder Technology 65, Elsevier Sequoia, 1991
- [29] Ennis, B.J.: Agglomeration and size enlargement session summary paper.- Powder Technology 88, Elsevier Science, 1996
- [30] Faires, J.D.; Burden, R.L. : Numerische Methoden – Näherungsverfahren und ihre praktische Anwendung, Heidelberg; Berlin; Oxford, Spektrum, Akad. Verl., 1994
- [31] Fluent 6.2 Benutzerhandbuch.- Fluent Inc. 2003
- [32] Geldart, D.(ed.): Gas fluidization technology.- John Wiley&Sons Ltd, 1986
- [33] Goldschmidt, M.J.V.: Hydrodynamic Modelling of Fluidised Bed Spray Granulation.- Dissertation, Universität Twente, Enschede : Twente University Press 2001
- [34] Gramlich, G.; Werner, W.: Numerische Mathematik mit Matlab – Eine Einführung für Naturwissenschaftler und Ingenieure, Heidelberg, dpunkt-Verlag, 2000
- [35] Groenewold, H.; Tsotsas, E.: A new model for fluid bed drying.- Drying technology, Marcel Dekker, Vol.15 (1997), 1687-1698
- [36] Groenewold, H.; Tsotsas, E.: Predicting apparent Sherwood numbers for fluidized beds.- Drying Technology, Marcel Dekker, Vol.17 (1999), No.7&8, 1557-1570
- [37] Groenewold, C.; Möser, C.; Groenewold, H.; Tsotsas, E.: Determination of single-particle drying kinetics in an acoustic levitator.- Chemical Engineering Journal, Vol.86 (2002), Elsevier, 217-222
- [38] Groenewold, H.; Tsotsas, E.: Drying in fluidized beds with immersed heating elements.- Chemical Engineering Science, Vol.62 (2007), Elsevier, 481-502
- [39] Hampel, R.; Heinrich, S.; Peglow, M.; Mörl, L.: Modellierung und experimentelle Untersuchung der Wirbelschicht-Sprühgranulation im überhitzten Wasserdampf.- Chemie Ingenieur Technik, Nr.79 (2007), Wiley-VCH, Weinheim, 82-90
- [40] He, Y.: A criterion for particle agglomeration by collision.- Powder Technology 103 (1999)
- [41] Heim, A.; Antkowiak, W.: A mathematical model for granulation kinetics. Chemical Engineering Science, Vol.43 (1988), No.7, S.1447-1456



- [42] Heinrich,S.;Krüger,G.;Mörl,L.: Modelling of the batch treatment of wet granular solids with superheated stream in fluidized beds.- Chemical Engineering and Processing 38 (1999), Elsevier Science, 1999
- [43] Heinrich,S.;Mörl,L.: Fluidized bed spray granulation – A new model for the description of particle wetting and of temperature and concentration distribution.- Chemical Engineering and Processing 38 (1999), Elsevier Science, 635-663
- [44] Heinrich,S.; Mörl,L.: Description of the Temperature, Humidity, and Concentration Distribution in Gas-Liquid-Solid Fluidized Beds.- Chem. Eng. Technol., Vol.22 (1999), No.2, Wiley-VCH Weinheim, 118-122
- [45] Heinrich,S. : Modellierung des Wärme- und Stoffüberganges sowie der Partikelpopulationen bei der Wirbelschichtsprühgranulation, Fortschritts-Bericht, VDI Reihe 3 Nr. 675, Düsseldorf : VDI Verlag 2001
- [46] Heinrich,S.; Peglow,M.; Mörl,L.: Unsteady and steady-state particle size distributions in batch and continuous fluidized bed granulation systems.- Chemical Engineering Journal 86 (2002), Elsevier Science, 2002
- [47] Heinrich,S.; Peglow,M.; Ihlow,M.; Henneberg,M.; Mörl,L.: Analysis of the start-up process in continuous fluidized bed spray granulation by population balance modelling.- Chemical Engineering Science, Vol.57 (2002), Elsevier Science, 4369-4390
- [48] Heinrich,S.; Ihlow,M.; Henneberg,M.; Krüger,G.; Mörl,L.: An Optimization Model of the Operating Costs of a Fluidized Bed Steam-Drying Plant.- Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol.80 (2002), 326-333
- [49] Heinrich,S.; Ihlow,M.; Henneberg,M.; Peglow,M.; Machnow,E.; Mörl,L.: Studies of steam drying in a fluidized bed.- Drying Technology, Vol.20 (2002), No.1, Marcel Dekker, 175–194
- [50] Heinrich,S.; Peglow,M.; Ihlow,M.; Mörl,L.: Particle population dynamics in fluidized spray granulation – analysis of the steady state and unsteady behaviour.- Powder Technology 135 (2003), Elsevier Science
- [51] Heinrich,S.; Blumschein,J.; Henneberg,M.; Ihlow,M.; Peglow,M.; Mörl,L.: Study of dynamic multi-dimensional temperature and concentration distributions in liquid-sprayed fluidized beds.- Chemical Engineering Science, Vol.58 (2003), Elsevier Science, 5135-5160
- [52] Heinrich,S.; Henneberg,M.; Peglow,M.; Dechsler,J.; Mörl,L.: Fluidized bed spray granulation: Analysis of heat and mass transfer and dynamic particle populations.- Brazilian Journal of Chemical Engineering, Vol.22 (2005), No.2, 181-194
- [53] Heinrich,S.; Mörl,L.: Description of the temperature, humidity and concentration distribution in gas-liquid-solid fluidised beds.- Int.J.Therm.Sci. 38 (1999), Paris, Elsevier, 1999

- [54] Hemati,M.;Cherif,R.;Saleh,K.;Pont,V.: Fluidized bed coating and granulation. Influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics.- Powder Technology 130(2003),18-34
- [55] Henneberg,M.; Heinrich,S.; Ihlow,M.; Mörl,L.: Fluidized Bed Air Drying: Experimental Study and Model Development.- Canadian Journal of Chemical Engineering, Vol.81 (2003), 176-184
- [56] Henneberg,M.: Untersuchung des Flüssigkeitseintrages auf die Temperaturverteilung in Gas/Feststoff-Wirbelschichten.- Dissertation, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, 2004
- [57] Hilligardt,K.; Werther,J.: Gas flow in and around bubbles in gas fluidized beds – local measurements and modelling considerations. Proc. World Congress III of Chemical Engineering, September 21-25, 1986, Tokyo/Japan, Vol.3, 429-432
- [58] Hilligardt,K.: Zur Strömungsmechanik von Grobkornwirbelschichten.- Dissertation, Technische Universität Hamburg-Harburg, 1986
- [59] Hirschfeld,P.: Wirbelschichtverfahren.- Vortrag anlässlich des Seminars „Agglomerieren – Granulieren“ in der Technischen Akademie Wuppertal, Wuppertal, 19.-20.September 1989
- [60] Hoffmann,N.: Kleines Handbuch neuronaler Netze : anwendungsorientiertes Wissen zum Lernen und Nachschlagen.- Braunschweig; Wiesbaden : Vieweg, 1993
- [61] Hounslow,M.J.;Ryall,R.L.;Marshall,V.R.: A Discretized Population Balance for Nucleation, Growth, and Aggregation.- AIChE Journal, Vol.34, No.11, 1988
- [62] Jacob,M.: Produktgestaltung bei Wirbelschichtprozessen- Apparate,Verfahrensvarianten,Möglichkeiten zur Einflussnahme auf Produkteigenschaften.- in : Teipel,U.(Hrsg.): Produktgestaltung in der Partikeltechnologie, Stuttgart: Fraunhofer-IRB-Verlag,2002
- [63] Jacob,M.; Heinrich,S.; Peglow,M.; Mörl,L.: Untersuchungen der Wirbelschicht-Sprühgranulation – Einfluss der Apparategröße, der Partikelgrößenverteilung in der Wirbelschicht sowie der Keimbildung. Vortrag anlässlich der GVC-FA „Schüttguttechnik“, Baden-Baden, 5.-7.März 2003
- [64] Jacob,M.: Verkapseln und Coaten durch Wirbelschichtverfahren. Vortrag anlässlich des GdL-Fachtagung „InnoFood 2004“, Köthen, 23.-24.September 2004
- [65] Jacob,M.; Rümpler,K.: Produkt- und Prozessoptimierung unter Verwendung künstlicher neuronaler Netze – eine Fallstudie am Beispiel der Verkapselung flüchtiger Substanzen. Vortrag anlässlich des Jahrestreffen der ProcessNet-Fachausschüsse „Agglomerations- und Schüttguttechnik“ und „Trocknungstechnik“, Bad Dürkheim, 11.-13.März 2009

- [66] Jacob, M.: Flüchtige Stoffe verkapseln - Produkt- und Prozessoptimierung unter Verwendung künstlicher neuronaler Netze.- Lebensmitteltechnik, Nr.11, LT Food Medien-Verlag, 2009
- [67] Jacob, M.: Produkt- und Prozessoptimierung an Beispielen zur Verkapselung flüchtiger Substanzen durch Sprühgranulierung.- Vortrag anlässlich des Symposiums „Mikroverkapselung in der Lebensmittelindustrie“, Bonn, 25.-26.Mai 2009
- [68] Kardos, J.; Zirlin, A.M.; Böhme, B.; Lorenz, K.; Sajew, A.W.: Dynamische Grundoperationen der Verfahrenstechnik – Modellierung und optimale Steuerung. Berlin, Akademie-Verlag, 1984
- [69] Kawai, S.: Granulation and drying of powdery or liquid materials by fluidized-bed technology.- Drying Technology, 11(4), Marcel Dekker, 1993
- [70] Kennedy, J.P.; Niebergall, P.J.: Development and Optimization of a Solid Dispersion Hot-Melt Fluid Bed Coating Method. Pharmaceutical Development and Technology, 1(1), Marcel Dekker, 1996
- [71] Kinnebrock, W.: Neuronale Netze : Grundlagen, Anwendungen, Beispiele.- 2., verb.Aufl.- München; Wien : Oldenbourg, 1994
- [72] Köhle, M. [unter Mitarb. von W.Röthy]: Neuronale Netze.- Wien; New York: Springer, 1990 ( Springers angewandte Informatik )
- [73] Kristensen, H.-G.: Agglomeration of powders.- Acta Pharm. Suec. 25, 187-204
- [74] Kröll, K.: Trocknungstechnik 2.Band : Trockner und Trocknungsverfahren.-2. Neubearb. Aufl., Berlin; Heidelberg; New York: Springer, 1978
- [75] Kumar, J.; Peglow, M.; Warnecke, G.; Heinrich, S.; Mörl, L.: Improved accuracy and convergence of discretized population balance for aggregation: The cell average technique.- Chemical Engineering Science, Vol.61 (2006), Elsevier Science, 3327–3342
- [76] Kumar, J.; Peglow, M.; Warnecke, G.; Heinrich, S.; Mörl, L.: A discretized model for tracer population balance equation: Improved accuracy and convergence.- Computers and Chemical Engineering, Vol.30 (2006), Elsevier, 1278–1292
- [77] Kumar, J.; Peglow, M.; Warnecke, G.; Heinrich, S.: The cell average technique for solving multi-dimensional aggregation population balance equations.- Computers and Chemical Engineering, Vol.32 (2008), Elsevier, 1810–1830
- [78] Kumar, J.; Peglow, M.; Warnecke, G.; Heinrich, S.: An efficient numerical technique for solving population balance equation involving aggregation, breakage, growth and nucleation.- Powder Technology, Vol.182 (2008), Elsevier, 81–104
- [79] Kumar, J.; Warnecke, G.; Peglow, M.; Heinrich, S.: Comparison of numerical methods for solving population balance equations incorporating aggregation and breakage.- Powder Technology, Vol.189 (2009), Elsevier, 218–229

- [80] Kunii,D.; Levenspiel,O.: Fluidization engineering – second edition, Boston, Butterworth-Heinemann, 1991
- [81] Kuske,N.: Modellierung des Verweilzeitverhaltens neuer Wirbelschichtapparate.- Studienarbeit, Universität Magdeburg, 2003
- [82] Leineweber,D.: Data Mining zur Analyse von Prozessdaten.- Vortrag anlässlich der Fachveranstaltung „Neuronale Netze in Chemie und Verfahrenstechnik“ am Haus der Technik e.V., Essen, 7.November 2002
- [83] Leretaille,P.-Y.; Werther,J. ; Briand,P. ; Montat,D.: Modelling of hydrodynamics of large scale atmospheric circulating fluidized bed coal combustors. Proceedings of the 15<sup>th</sup> International Conference on Fluidized Bed Combustion, Savannah, Georgia, May 16-19, ASME,1999
- [84] Litster,J.D.;Smit,D.J.;Hounslow,M.J.: Adjustable Discretized Population Balance for Growth and Aggregation.- AIChE Journal, Vol.41, No. 3, 1995
- [85] Litster,J.; Ennis,B.; Liu,L.: Engineering of Granulation Processes.- Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, Boston, London. 2004
- [86] Löffler,F.: Staubabscheiden.- Stuttgart; New York : Thieme, 1988
- [87] Maronga,S.J.; Wnukowski,P.: Modelling of the three-domain fluidized-bed particulate coating process.- Chemical Engineering Science, Vol.52, No.17, Elsevier Science Ltd., 1997
- [88] Martens,J.: Statistische Datenanalyse mit SPSS für Windows.- München : Oldenbourg, 1999
- [89] Miwa,A.; Yajima,T.; Itai,S.: Prediction of suitable amount of water addition for wet granulation, International Journal of Pharmaceutics 195 (2000), Elsevier Science, 81-92
- [90] Mörl,L.: Wirbelschichtgranulationstrocknungsanlagen. Dissertation B, TH Magdeburg, 1979
- [91] Mörl,L.: Trocknung und Konditionierung von Feststoffen aus Lösungen, Suspensionen oder Schmelzen in der Wirbelschicht.- Vortragsmanuskript für den Trocknerkurs 6.-10.4.1992 am Institut für Thermische Verfahrenstechnik der TU Karlsruhe
- [92] Mörl,L.; Heinrich,S.; Peglow,M.: Fluidized Bed Spray Granulation. In: Salman,A.D.; Hounslow,M.J.; Seville,J.P.K. (Eds.):Granulation.- Elsevier B.V., 2007
- [93] Moseley,J.L.; O’Brien,T.J.: A model for agglomeration in a fluidized bed.- Chemical Engineering Science, Vol.48, No.17, Pergamon Press Ltd, 1993
- [94] Nagaiah,C.; Warnecke,G.; Heinrich,S.; Peglow,M.: Three-dimensional numerical study of heat and mass transfer in fluidized beds with spray nozzle.- Computers and Chemical Engineering, Elsevier, Nr.32 (2008), 2877–2890

- [95] Nicmanis, M.; Hounslow, M.J.: Finite-element methods for steady-state population balance equations.- *AIChE Journal*, Vol.44, No.10, 1998
- [96] Oertel, H.; Laurien, E.: *Numerische Strömungsmechanik*.- 2., neu bearb. Aufl.- Braunschweig, Wiesbaden : Friedr.Vieweg & Sohn, 2003
- [97] Paul, S.: *Pharmazeutische Eignung von Verfahren zur kontinuierlichen Granulierung*.- Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 1996
- [98] Peglow, M.: *Beitrag zur Modellbildung von eigenschaftsverteiltern dispersen Systemen am Beispiel der Wirbelschicht-Sprühgranulation*.- Dissertation, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, 2005
- [99] Peglow, M.; Kumar, J.; Warnecke, G.; Heinrich, S.; Mörl, L.: A new technique to determine rate constants for growth and agglomeration with size- and time-dependent nuclei formation.- *Chemical Engineering Science*, Vol.61 (2006), Elsevier, 282-292
- [100] Peglow, M.; Kumar, J.; Warnecke, G.; Heinrich, S.; Tsotsas, E.; Mörl, L.; Hounslow, M.J.: An Improved Discretized Tracer Mass Distribution of Hounslow et al.- *AIChE Journal*, WILEY InterScience, Vol.52 (2006), No.5, 1326-1332
- [101] Peglow, M.; Kumar, J.; Heinrich, S.; Warnecke, G.; Tsotsas, E.; Mörl, L.; Wolf, B.: A generic population balance model for simultaneous agglomeration and drying in fluidized beds.- *Chemical Engineering Science*, Vol.62 (2007), Elsevier, 513-532
- [102] Peglow, M.; Kumar, J.; Warnecke, G.; Heinrich, S.; Tsotsas, E.; Hounslow, M.; Reynolds, G.: Numerical Methods on Population Balances. In: Tsotsas, E.; Mujumdar, A.S. (Eds.): *Modern Drying Technology – Volume 1: Computational Tools at Different Scales*.- Wiley-VCH, Weinheim, 2007
- [103] Peglow, M.; Kumar, J.; Hampel, R.; Tsotsas, E.; Heinrich, S.: Towards a Complete Population Balance Model for Fluidized-Bed Spray Agglomeration, *Drying Technology*, Taylor & Francis, Vol.25 (2007), No.:7, 1321 – 1329
- [104] Pietsch, W.: An interdisciplinary approach to size enlargement by agglomeration.- *Powder technology* 130 (2003), 8-13
- [105] Pinto, J.F.: Identification and selection of factors that most affect granule's growth.- 10th International Symposium on Process Technology, Prague, 12-13.October 2000
- [106] Poersch, W.: *Wirbelschichttrockner – Schritte und Überlegungen zum Scale-up* -. *Aufbereitungstechnik*, Nr.4, 1983
- [107] Pommerenke, F.: *Ermittlung granulationskinetischer Daten für den batchweisen und kontinuierlichen Betrieb eines Labor-Wirbelschichtgranulators*, Studienarbeit, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, 2004
- [108] Ponweiser, K.: *Feuerraummodellierung – Ebenen der mathematischen Modellierung*.- Institut für technische Wärmelehre Technische Universität Wien

- [109] Rannacher,R.: Einführung in die Numerische Mathematik, Vorlesungsskriptum, Universität Heidelberg, WS 1999/2000
- [110] Rannacher,R.: Numerische Methoden für partielle Differentialgleichungen ( Numerische Mathematik 2 ), Vorlesungsskriptum, Universität Heidelberg, WS 2000/2001
- [111] Reay,D.: Fluid Bed Drying. In: Geldart,D.(Ed.):Gas fluidization technology. Chichester, New York, Brisbane, Toronto, Singapore, John Wiley & Sons, 1986
- [112] Saleh,K.; Steinmetz,D.; Hemati,M.: Experimental study and modeling of fluidized bed coating and agglomeration.- Powder Technology 130 (2003), 116-123
- [113] Sanders,C.F.W.; Willemse,A.W.; Salman,A.D.; Hounslow,M.J.: Development of a predictive high-shear granulation model.- Powder Technology 138 (2003), 18-24
- [114] Schaafsma,S.H.; Vonk,P.; Kossen,N.W.F.: Fluid bed agglomeration with a narrow droplet size distribution, International Journal of Pharmaceutics 193 (2000), Elsevier Science, 175-187
- [115] Schlünder,E.U.; Tsotsas,E.: Wärmeübertragung in Festbetten, durchmischten Schüttgütern und Wirbelschichten.- Stuttgart, New York: Georg Thieme Verlag 1988
- [116] Schmidt,B.: Untersuchungen zur Verweilzeit der Partikeln und der Flüssigkeit in einer mehrstufigen dreiphasigen Wirbelschicht. Dissertation, TU Berlin, 1978
- [117] Schmitz,P.: Neuronale Netze, Einführungsband Backpropagation-2.unveränderte Aufl., München: Viviane Wolff Verlag, 1990
- [118] Seidel-Morgenstern,A.; Schramm,O.: Numerische Methoden in der Chemischen Verfahrenstechnik, Vorlesungsmanuskript, Universität Magdeburg, 1999
- [119] Smith,P.G.; Nienow,A.W.: Particle growth mechanisms in fluidized bed granulation I – The effect of process variables.- Chemical Engineering Science, Vol.38, No.8, Pergamon Press Ltd, 1983
- [120] Smith,P.G.; Nienow,A.W.: Particle growth mechanisms in fluidized bed granulation II – Comparison of experimental data with growth models.- Chemical Engineering Science, Vol.38, No.8, Pergamon Press Ltd, 1983
- [121] Snow,R.H.; Allen,T.; Ennis,B.J.; Litster,J.D.: Size Reduction and Size Enlargement. In Perry Chemical Engineers Handbook.-

- [122] Sommer,K.: Kinetik der Agglomeration.- Vortrag anlässlich des Seminars „Agglomerieren / Instantisieren“ am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde der Technischen Universität München, Weihenstephan, 24.-25. Oktober 1995
- [123] Strickwerda,J.C.: Finite difference schemes and partial differential equations, Wadsworth & Brooks / Cole Advanced Books & Software, Pacific Grove, 1989
- [124] Terrazas-Velarde,K.; Peglow,M.; Tsotsas,E.: Stochastic simulation of agglomerate formation in fluidized bed spray drying: A micro-scale approach.- Chemical Engineering Science, Elsevier, Vol.64 (2009), 2631-2643
- [125] Törning,W.; Glaser,M.; Kaspar,B.: Numerische Lösung von partiellen Differentialgleichungen in der Technik : Differenzenverfahren, Finite Elemente u.d. Behandlung größerer Gleichungssysteme, Stuttgart : Teubner, 1985
- [126] Uhlemann,H.: Kontinuierliche Wirbelschicht-Sprühgranulation, Chem.-Ing.-Tech. 62 (1990) Nr.10, S.822-834
- [127] Uhlemann,H.; Mörl,L.: Wirbelschicht-Sprühgranulation. Berlin, Heidelberg, New York, Barcelona, Hongkong, London, Mailand, Paris, Singapur, Tokio : Springer, 2000
- [128] Voigt,R.: Pharmazeutische Technologie für Studium und Beruf.- 8., durchges. Aufl.- Berlin; Wiesbaden : Ullstein Mosby, 1995
- [129] Waldie,B.: Growth mechanism and the dependence of granule size on drop size in fluidized-bed granulation.- Chemical Engineering Science, Vol.46, No.11, Pergamon Press, 1991
- [130] Wauters,P.A.L.: Modelling and Mechanisms of Granulation.- Ph.D.Thesis, Technical University of Delft, 2001
- [131] Werther,J.: Grundlagen der Wirbelschichttechnik. Chem.-Ing.-Tech. 54 (1982) Nr.10, S.876-883
- [132] Werther,J.; Wein,J. : Expansion Behavior of Gas Fluidized Beds in the Turbulent Regime, A.I.Ch.E. Symp. Ser., Vol. 90 ( 1994 ), Nr. 301
- [133] Werther,J.; Knöbig,T.; Lücke,K.: Three-dimensional modeling of coal and sewage-sludge combustion in circulating fluidized bed boilers. In : Werther,J.; Märkl,H.: In-situ Measuring Techniques and Dynamic Modeling for Multiphase Flow Systems. Sonderforschungsbereich 238, Final Progress Report 1997-1999, Verlag des Sonderforschungsbereiches 238, Hamburg 1999, 297-334
- [134] Zisselmar,R.: Einführung in die Agglomeration/Granulation.- Vortrag anlässlich des Seminars „Agglomerieren - Granulieren“ in der Technischen Akademie Wuppertal, Wuppertal, 19.-20.09. 1989

## 8 Anhang

### 8.1 Berechnungsgrundlagen für Wirbelschichtparameter

#### Dimensionslose Kennzahlen

Reynolds-Zahl:

$$\text{Re} = \frac{w \cdot d_P}{v_G} \quad \text{Formel 8-1}$$

Archimedes-Zahl:

$$\text{Ar} = \frac{g \cdot d_P^3 \cdot (\rho_P - \rho_G)}{v_G^2 \cdot \rho_G} \quad \text{Formel 8-2}$$

#### Punkt minimaler Fluidisierung - Wirbelpunkt

Nach *Werther* [131] kann die Wirbelpunktgeschwindigkeit nach folgender Gleichung berechnet werden:

$$u_{WP} = 7,19 \cdot (1 - \varepsilon_{WP}) \cdot v_G \cdot S_v \cdot \left\{ \sqrt{1 + 0,067 \cdot \frac{\varepsilon_{WP}^3}{(1 - \varepsilon_{WP})^2} \cdot \frac{(\rho_F - \rho_G) \cdot g}{\rho_G \cdot v_G^2} \cdot \frac{1}{S_v^3}} - 1 \right\} \quad \text{Formel 8-3}$$

Alternativ wird in [115] eine Gleichung ausgehend von der Gleichung nach *Ergun* angegeben.

$$\text{Re}_{WP} = \frac{A}{2B} \cdot (1 - \varepsilon_{WP}) \cdot \left\{ \sqrt{1 + \frac{\varepsilon_{WP}^3}{(1 - \varepsilon_{WP})^2} \cdot \frac{Ar}{A^2}} - 1 \right\} \quad \text{Formel 8-4}$$

$$A = 150 \quad B = 1,75$$

Weitere in der Praxis anerkannte Beziehungen ist nach *Gorosko* [92]:

$$\text{Re}_{mf} = \frac{Ar}{1400 + 5,22\sqrt{Ar}} \quad \text{Formel 8-5}$$



## Punkt maximaler Fluidisierung – Austragspunkt

Eine der häufig genutzten Beziehungen ist die nach *Gorosko* [92]:

$$\text{Re}_{AP} = \frac{Ar}{18 + 0,61\sqrt{Ar}}$$

Formel 8-6

## Expansionsverhalten

Die Ausdehnung blasenbildender Wirbelschichten hängt von der Intensität der Fluidisierung und somit vom Blasenanteil ab. Zur Berechnung der Schichtporosität (bzw. des relativen Lückenvolumens) werden die folgenden Gleichungen nach *Richardson* und *Zaki* verwendet [115].

$$\varepsilon = \left( \frac{\text{Re}}{\text{Re}_A} \right)^{1/n}$$

Formel 8-7

Der benötigte Exponent wird nach *Martin* berechnet.

$$n = \frac{\ln\left(\frac{\text{Re}_{mf}}{\text{Re}_A}\right)}{\ln(\varepsilon_{mf})}$$

Formel 8-8

Alternativ kann auch folgende Beziehung verwendet werden [92]:

$$\varepsilon = \left( \frac{18 \cdot \text{Re} + 0,36 \cdot \text{Re}^2}{Ar} \right)^{0,21}$$

Formel 8-9

## 8.2 Apparate- und Anlagentechnik

### 8.2.1 Hauptmaße des Pilot-Wirbelschichtapparates „GF 20“

Die folgende Abbildung enthält wesentliche Hauptmaße der Pilotanlage „GF 20“, wie sie zur CFD-Simulation verwendet wurden. Die Maßangaben entsprechen der für die experimentellen Untersuchungen genutzten Anlage.

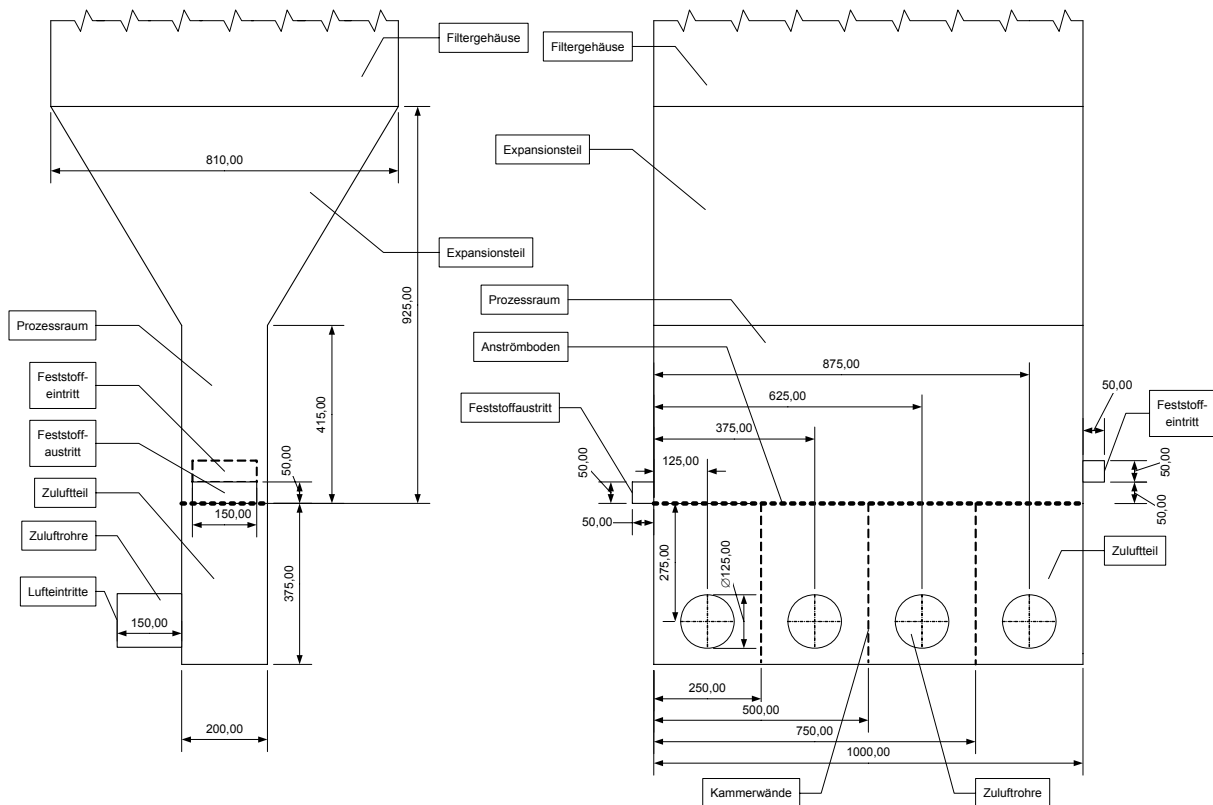


Abbildung 8-1: Hauptmaße der Pilot-Wirbelschichtapparates "GF 20"

Auf eine Darstellung des Filtergehäuses sowie der Details zum Feststoffeintritt und -austritt wurde verzichtet, da diese Anlagenteile bei der Simulation nicht berücksichtigt wurden.

### 8.2.2 Fließbild der Labor-Wirbelschichtanlage „AGT 150“

Das vereinfachte Fließbild der Laboranlage vom Typ „AGT 150“ ist nachfolgend dargestellt. Im Schema wurden sämtlich Messstellen berücksichtigt, die für die Analyse der granulatkinetischen Daten verwendet werden.

Die Darstellung beinhaltet auch den kontinuierlichen Granulataustrag. Der dazu verwendete Zick-Zack-Sichter arbeitet mit Druckluft zur Klassierung. Im Falle eines Chargenbetriebs der Anlage kann der Sichter demontiert werden. Eine Entleerung der Prozesskammer erfolgt in diesem Fall durch Öffnung des Apparates und Ausgießen der Kammer.

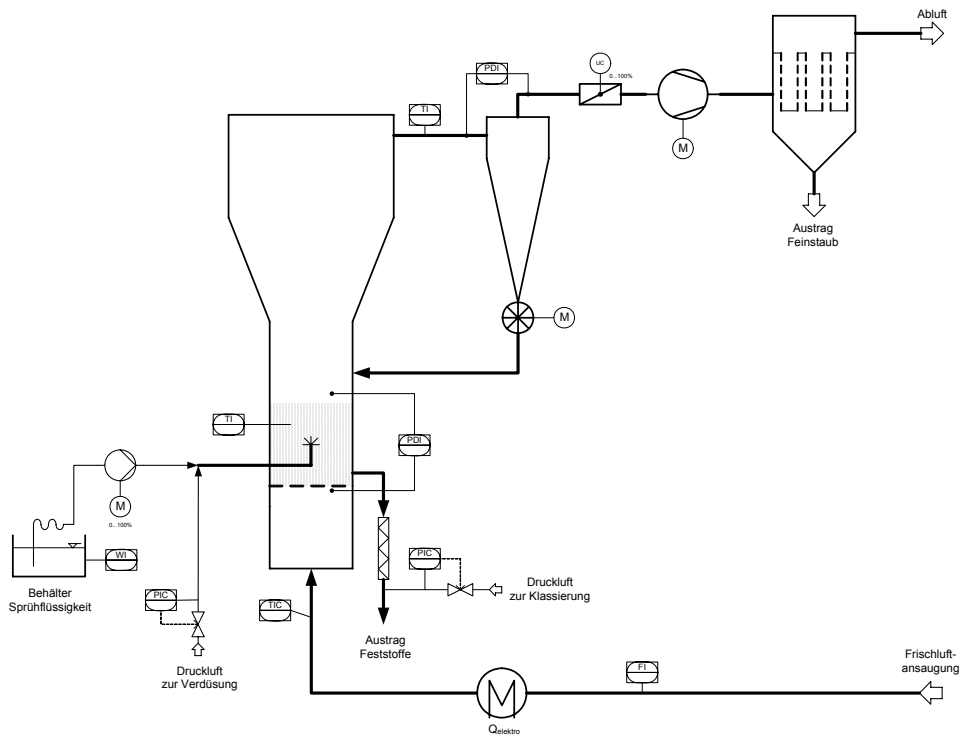


Abbildung 8-2: Fließbild der Laboranlage

### 8.2.3 Fließbild der Pilot-Wirbelschichtanlage „GF 20“

Nachfolgend wird der prinzipielle Aufbau der Pilotanlage „GF 20“ dargestellt. In der Abbildung sind sämtliche funktionsbestimmenden Anlagenkomponenten sowie deren Zusammenschaltung enthalten. Darüber hinaus wird die Instrumentierung erläutert, wie sie bei den experimentellen Untersuchungen an dieser Anlage verwendet wurde.

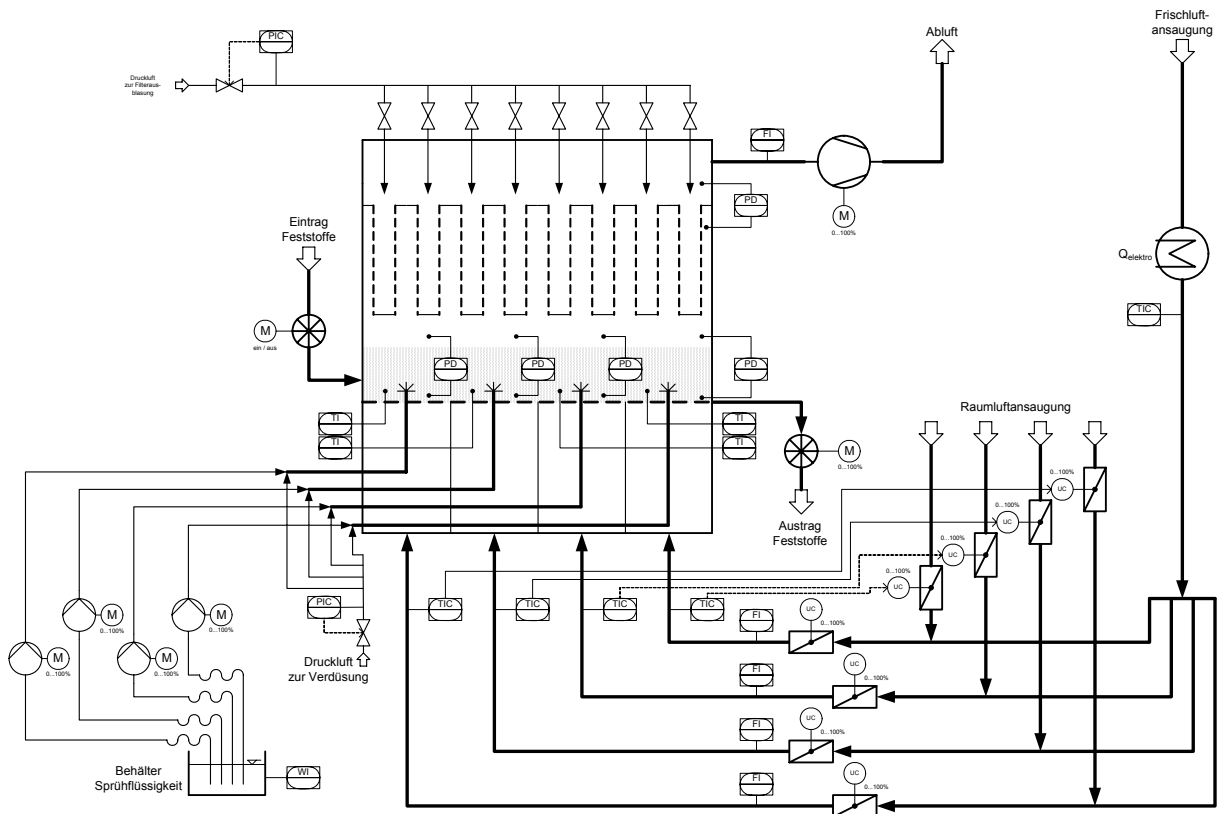


Abbildung 8-3: Fließbild der Pilotanlage

### 8.3 Tabelle der Experimente

Bezeichnung	Anlage	Versuchsnummer(n)
Chargenversuche im Labormaßstab zur Analyse der Partikelbildung mit Variation der Startkorngrößenverteilung und des Prozessparameters Sprühdruck	AGT 150	04-02-26/11/2002 04-02-27/11/2002 04-02-27/11/2002-A 04-02-28/11/2002-A 04-02-28/11/2002-B 04-02-29/11/2002
Kontinuierliche Versuche im Labormaßstab zur Analyse der Partikelbildung mit Variation der Startkorngrößenverteilung und des Prozessparameters Sprühdruck	AGT 150	04-02-17/12/2002-A 04-02-18/12/2002-A 04-02-18/12/2002-B 04-02-19/12/2002-A 04-02-19/12/2002-B 04-02-20/12/2002-A
Kontinuierliche Versuche im Pilotmaßstab zur Analyse der Partikelbildung mit Variation der Startkorngrößenverteilung und des Prozessparameters Sprühleistung	GF 20	01-02-14/11/2001 01-02-08/11/2001 01-02-13/11/2001 01-02-06/11/2001 01-02-15/11/2001 01-02-12/11/2001 01-02-07/11/2001

## 8.4 Prozessparameter der Versuche zur Sprühgranulation

### 8.4.1 AGT 150 bei chargenweiser Prozessführung

Versuchsnummer	04-02-29/11/2002	04-02-27/11/2002	04-02-26/11/2002	04-02-27/11/2002-A
Parameter	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,0 +1,0/-2,8	131,0 +1,5/-2,0	130,0 +4,0/-2,0	129,0 +0,3/-1,3
Gastemperatur Ein- tritt [°C]	220,0 +1,0/-1,0	220,0 +1,0/-2,0	220,0 +1,0/-1,0	220,0 +1,0/-1,8
Wirbelschicht- temperatur [°C]	74,0 +1,0/-0,0	74,0 +1,5/-0,0	75,0 +1,0/-1,0	75,0 +1,0/-1,0
Ablufttemperatur [°C]	62,0 +0,8/-1,0	66,0 +0,5/-1,0	66,0 +1,0/-2,0	65,0 +0,0/-1,0
Sprühmassenstrom [g/min]	67,4 +1,3/-0,4	54,6 +5,8/-3,9	53,8 +5,3/-3,6	65,8 +4,4/-0,6
Verdüngungs- luftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,5	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35	35	35	35
Masse der Start- füllung [kg]	2,2	2,2	2,2	2,2
Größenkategorie der Startfüllung	grob <sup>1</sup>	fein <sup>2</sup>	fein	fein

<sup>1</sup> zwischen 1,0 mm und 1,2 mm gesiebtes Granulat

<sup>2</sup> zwischen 0,3 mm und 0,5 mm gesiebtes Granulat

Versuchsnummer	04-02-28/11/2002-A	04-02-28/11/2002-B
Parameter	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,0 +2,0/-1,0	130,0 +1,0/-1,3
Gastemperatur Ein- tritt [°C]	220,0 +1,0/-1,0	219,5 +1,5/-2,5
Wirbelschicht- temperatur [°C]	75,0 +1,0/-1,0	74,0 +1,0/-0,0
Ablufttemperatur [°C]	65,0 +0,0/-1,0	63,0 +0,0/-1,0
Sprühmassenstrom [g/min]	65,8 +2,1/-2,4	65,7 +1,0/-1,5
Verdüngungs- luftdruck [bar(ü)]	1,5	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35	35
Masse der Start- füllung [kg]	2,2	2,2
Größenkategorie der Startfüllung	grob <sup>1</sup>	grob

---

<sup>1</sup> zwischen 1,0 mm und 1,2 mm gesiebtes Granulat

## 8.4.2 AGT 150 bei kontinuierlicher Prozessführung

Versuchsnummer	04-02-17/12/2002-A	04-02-18/12/2002-A	04-02-18/12/2002-B
Parameter	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,0 +1,0/-1,0	129,0 +2,0/-0,5	130,0 +2,0/-1,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,0 +3,0/-1,0	220,0 +1,0/-1,0	221,0 +1,0/-3,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,0 +1,0/-1,0	75,0 +0,0/-1,0	75,0 +1,0/-1,0
Ablufttemperatur [°C]	61,0 +0,0/-1,0	60,0 +2,0/-1,5	62,0 +2,0/-1,0
Sprühmassenstrom [g/min]	78,5 +0,5/-1,0	72,6 +3,8/-3,1	69,4 +4,1/-2,2
Schichtdifferenzdruck [mbar]	10,3 +1,4/-0,9	11,3 +1,9/-1,1	11,5 +2,4/-2,5
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	2,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35	35	35
Masse der Startfüllung [kg]	2,2	2,2	2,2
Verluste [Mass.-%]	3,0 <sup>1</sup>	-1,0 <sup>2</sup>	-3,8
Größenkategorie der Startfüllung	grob	grob	grob

<sup>1</sup> Mittelwert, da in der Quelle keine Aussagen getroffen werden

<sup>2</sup> Negativer Wert, da die gemessene Restschichtmasse höher als der theoretische Wert ist. Als Ursache für die Mehrmenge kommen abgefallene Wandansätze aus der Anlage in Betracht, die abfallen können.



Versuchsnummer	04-02-19/12/2002-A	04-02-19/12/2002-B	04-02-20/12/2002-A
Parameter	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	131,0 +1,0/-2,3	130,0 +2,0/-1,8	130,0 +1,0/-1,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	221,5 +8,5/-3,6	220,0 +0,8/-1,0	220,0 +1,0/-2,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,0 +1,0/-1,0	75,0 +0,0/-1,0	74,0 +1,0/-0,0
Ablufttemperatur [°C]	63,0 +1,0/-1,0	63,0 +0,0/-1,0	64,0 +0,0/-2,0
Sprühmassenstrom [g/min]	66,7 +3,8/-1,4	65,8 +1,7/-2,4	66,4 +0,2/-0,2
Schichtdifferenzdruck [mbar]	12,5 +2,5/-2,5	12,0 +1,7/-2,4	13,8 +1,4/-2,1
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	1,5	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35	35	35
Masse der Startfüllung [kg]	2,2	2,2	2,2
Verluste [Mass.-%]	3,3	1,8	3,2
Größenkategorie der Startfüllung	fein	fein	fein

### 8.4.3 GF 20 bei kontinuierlicher Prozessführung

Versuchsnummer	01-02-14/11/2001	01-02-08/11/2001	01-02-13/11/2001
Parameter	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	371,0 +71,0/-5,0	529,5 +14,4/-37,3	370,0 +73,0/-6,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	874,0 +3,5/-2,5	860,0 +8,5/-5,0	867,0 +2,5/-3,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	217,0 +0,8/-0,9	296,0 +3,8/-5,3	220,0 +0,1/-0,2
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,4 +1,3/-1,1	75,3 +1,6/-1,8	73,4 +1,8/-1,7
Ablufttemperatur [°C]	69,4 +1,0/-0,6	70,1 +1,6/-2,4	67,9 +0,9/-0,7
Sprühmassenstrom [kg/h]	58,7 +0,4/-0,9	91,2 +1,4/-1,3	58,8 +0,4/-0,3
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Masse der Startfüllung [kg]	22,0	22,0	22,0
Größenkategorie der Startfüllung	fein	fein	mittel

Versuchsnummer	01-02-06/11/2001	01-02-15/11/2001	01-02-12/11/2001
Parameter	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	382,0 +34,3/-29,0	367,0 +45,0/-16,0	425,5 +5,3/-89,3
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	855,5 +9,5/-5,5	877,0 +3,5/-4,5	865,0 +2,3/-5,3
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,5 +0,9/-1,0	299,9 +0,9/-0,9	218,2 +1,6/-1,1
Wirbelschichttemperatur [°C]	72,1 +2,2/-1,8	76,6 +2,6/-1,6	73,9 +1,7/-1,3
Ablufttemperatur [°C]	67,1 +1,0/-0,7	66,9 +0,5/-0,8	67,2 +0,8/-1,0
Sprühmassenstrom [kg/h]	89,6 +0,5/-1,8	86,7 +0,6/-1,1	58,4 +0,5/-1,8
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Masse der Startfüllung [kg]	22,0	22,0	22,0
Größenkategorie der Startfüllung	mittel	mittel	grob

Versuchsnummer	01-02-07/11/2001
Parameter	Medianwert Toleranz zum 75%- / 25%-Quartil
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	360,0 +4,5/-2,5
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	856,0 +3,5/-5,3
Gastemperatur Eintritt [°C]	300,0 +0,8/-0,7
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,7 +2,1/-1,9
Ablufttemperatur [°C]	66,3 +1,6/-2,0
Sprühmassenstrom [kg/h]	88,9 +0,5/-0,7
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0
Masse der Startfüllung [kg]	22,0
Größenkategorie der Startfüllung	grob

## 8.5 Prozessparameter einzelner Versuchsphasen zur Sprühgranulation

### 8.5.1 AGT 150 bei chargenweiser Prozessführung

#### Versuch 04-02-26/11/2002

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	450 ( 0 / 900 )	1350 ( 900 / 1800 )	2250 ( 1800 / 2700 )	3150 ( 2700 / 3600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	131,0	134,25	130,75	124,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	192,5	221,0	220,25	220,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,75	76,5	74,5	73,25
Ablufttemperatur [°C]	60,0	63,0	62,75	62,5
Sprühmassenstrom [g/min]	44,7	62,725	63,625	62,5
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,38 ( 2,24 / 2,52 )	2,68 ( 2,52 / 2,84 )	3,01 ( 2,84 / 3,18 )	3,34 ( 3,18 / 3,5 )

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	4050 ( 3600 / 4500 )	4950 ( 4500 / 5400 )	5850 ( 5400 / 6300 )	6750 ( 6300 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	123,75	130,25	129,0	128,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,25	220,25	220,5	220,75
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,75	74,5	74,0	74,75
Ablufttemperatur [°C]	64,0	65,0	65,0	65,75
Sprühmassenstrom [g/min]	59,15	54,55	58,15	56,2
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,655 ( 3,5 / 3,81 )	3,95 ( 3,81 / 4,09 )	4,24 ( 4,09 / 4,39 )	4,54 ( 4,39 / 4,69 )

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	7650 ( 7200 / 8100 )	8550 ( 8100 / 9000 )	9450 ( 9000 / 9900 )	10350 ( 9900 / 10800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	132,75	133,0	129,25	128,25
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,0	220,25	220,5	220,5

Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	75,0	76,75	74,5
Ablufttemperatur [°C]	65,75	66,5	67,75	66,5
Sprühmassenstrom [g/min]	56,0	52,25	38,8	41,1
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	4,835 ( 4,69 / 4,98 )	5,12 ( 4,98 / 5,26 )	5,355 ( 5,26 / 5,45 )	5,585 ( 5,45 / 5,72 )

Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14	14 und 15	15 und 16	16 und 17
Versuchszeit [s] ( von / bis )	11250 ( 10800 / 11700 )	12150 ( 11700 / 12600 )	13050 ( 12600 / 13500 )	13950 ( 13500 / 14400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	131,5	130,25	128,75	124,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,0	219,5	220,5	221,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	72,5	74,5	75,0	73,67
Ablufttemperatur [°C]	65,25	66,75	67,25	66,0
Sprühmassenstrom [g/min]	51,9	49,25	50,7	70,0
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,855 ( 5,72 / 5,99 )	6,12 ( 5,99 / 6,25 )	6,385 ( 6,25 / 6,52 )	6,655 ( 6,52 / 6,79 )

Übergangsphase zwischen den Proben	17 und 18	18 und 19	19 und 20
Versuchszeit [s] ( von / bis )	14850 ( 14400 / 15300 )	15750 ( 15300 / 16200 )	16650 ( 16200 / 17100 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	128,5	129,0	126,75
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,5	220,0	182,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,25	73,75	75,5
Ablufttemperatur [°C]	66,5	66,5	68,5
Sprühmassenstrom [g/min]	63,7	50,25	31,55
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	6,925 ( 6,79 / 7,06 )	7,19 ( 7,06 / 7,32 )	7,385 ( 7,32 / 7,45 )

**Versuch 04-02-27/11/2002**

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 0 / 1800 )	2250 ( 1800 / 2700 )	3150 ( 2700 / 3600 )	4050 ( 3600 / 4500 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,67	131,75	132,25	132,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	171,0	220,25	219,75	220,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,33	74,75	74,25	74,75
Ablufttemperatur [°C]	64,5	64,25	64,75	64,75
Sprühmassenstrom [g/min]	28,33	64,45	63,6	62,05
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,345 ( 2,2 / 2,49 )	2,66 ( 2,49 / 2,83 )	2,995 ( 2,83 / 3,16 )	3,325 ( 3,16 / 3,49 )

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	4950 ( 4500 / 5400 )	5850 ( 5400 / 6300 )	6750 ( 6300 / 7200 )	7650 ( 7200 / 8100 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,75	131,0	131,5	128,75
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,5	220,25	220,25	220,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,5	74,5	74,25	74,75
Ablufttemperatur [°C]	65,0	65,75	65,5	66,0
Sprühmassenstrom [g/min]	60,6	59,55	58,15	56,75
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,645 ( 3,49 / 3,8 )	3,96 ( 3,8 / 4,12 )	4,27 ( 4,12 / 4,42 )	4,57 ( 4,42 / 4,72 )

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8550 ( 8100 / 9000 )	9450 ( 9000 / 9900 )	10350 ( 9900 / 10800 )	11250 ( 10800 / 11700 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,75	131,25	130,0	129,25
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,0	219,75	220,25	220,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	75,75	74,25	73,5
Ablufttemperatur [°C]	65,25	67,0	66,25	66,0
Sprühmassenstrom [g/min]	55,5	51,4	54,85	53,35
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0

Wirbelschichtmasse [kg]	4,86 ( 4,72 / 5,0 )	5,135 ( 5,0 / 5,27 )	5,415 ( 5,27 / 5,56 )	5,7 ( 5,56 / 5,84 )
-------------------------	------------------------	-------------------------	--------------------------	------------------------

Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14	14 und 15	15 und 16	16 und 17
Versuchszeit [s] ( von / bis )	12150 ( 11700 / 12600 )	13050 ( 12600 / 13500 )	13950 ( 13500 / 14400 )	14850 ( 14400 / 15300 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,5	130,75	130,0	127,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,75	220,25	220,0	130,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,25	74,0	75,75	67,75
Ablufttemperatur [°C]	66,0	66,75	68,75	63,25
Sprühmassenstrom [g/min]	48,0	48,9	48,8	31,0
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,96 ( 5,84 / 6,08 )	6,225 ( 6,08 / 6,37 )	6,5 ( 6,37 / 6,63 )	6,695 ( 6,63 / 6,76 )

### Versuch 04-02-27/11/2002-A

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	1050 ( 600 / 1500 )	1950 ( 1500 / 2400 )	2850 ( 2400 / 3300 )	3750 ( 3300 / 4200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,25	129,25	128,5	130,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,25	220,0	219,25	219,25
Wirbelschichttemperatur [°C]	76,5	74,75	74,5	74,25
Ablufttemperatur [°C]	64,25	63,25	63,5	64,0
Sprühmassenstrom [g/min]	67,15	70,8	70,95	68,3
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,515 ( 2,33 / 2,7 )	2,885 ( 2,7 / 3,07 )	3,26 ( 3,07 / 3,45 )	3,625 ( 3,45 / 3,8 )

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	4650 ( 4200 / 5100 )	5550 ( 5100 / 6000 )	6450 ( 6000 / 6900 )	7350 ( 6900 / 7800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,5	220,0	220,0	220,25
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	76,75	74,0	74,5
Ablufttemperatur [°C]	64,25	65,75	64,5	65,25
Sprühmassenstrom [g/min]	68,35	66,15	68,6	65,7
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0



Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,975 ( 3,8 / 4,15 )	4,325 ( 4,15 / 4,5 )	4,68 ( 4,5 / 4,86 )	5,035 ( 4,86 / 5,21 )

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8250 ( 7800 / 8700 )	9150 ( 8700 / 9600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	129,67	112,2
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,0	188,8
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,5	69,6
Ablufttemperatur [°C]	65,5	63,75
Sprühmassenstrom [g/min]	65,35	47,15
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,38 ( 5,21 / 5,55 )	5,655 ( 5,55 / 5,76 )

### Versuch 04-02-29/11/2002

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	1050 ( 600 / 1500 )	1950 ( 1500 / 2400 )	2850 ( 2400 / 3300 )	3750 ( 3300 / 4200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	129,5	129,75	128,5	128,25
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,75	220,25	220,75	220,25
Wirbelschichttemperatur [°C]	76,0	74,5	74,25	73,25
Ablufttemperatur [°C]	60,75	61,0	61,75	61,0
Sprühmassenstrom [g/min]	63,95	70,35	67,3	68,6
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,52 ( 2,34 / 2,7 )	2,85 ( 2,7 / 3,0 )	3,2 ( 3,0 / 3,4 )	3,6 ( 3,4 / 3,8 )

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	4650 ( 4200 / 5100 )	5550 ( 5100 / 6000 )	6450 ( 6000 / 6900 )	7350 ( 6900 / 7800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	130,5	130,5	129,5	131,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,75	219,5	220,5	219,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	73,5	74,25	74,0
Ablufttemperatur [°C]	61,75	61,75	62,75	62,25

Sprühmassenstrom [g/min]	69,0	68,6	67,35	67,9
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,95 (3,8 / 4,1)	4,3 (4,1 / 4,5)	4,65 (4,5 / 4,8)	5,0 (4,8 / 5,2)

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8250 ( 7800 / 8700 )	9150 ( 8700 / 9600 )	10050 (9600 / 10500 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	130,25	129,75	128,75
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,25	220,5	220,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,0	74,75	73,75
Ablufttemperatur [°C]	62,5	62,5	62,0
Sprühmassenstrom [g/min]	67,25	67,4	67,25
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,38 (5,2 / 5,56)	5,73 (5,56 / 5,9)	6,1 (5,9 / 6,3)

### Versuch 04-02-28/11/2002-A

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	1050 ( 600 / 1500 )	1950 ( 1500 / 2400 )	2850 (2400 / 3300 )	3750 ( 3300 / 4200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	131,0	129,0	128,5	128,25
Gastemperatur Eintritt [°C]	207,25	219,75	219,5	219,75
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,5	73,75	73,5	75,25
Ablufttemperatur [°C]	60,25	61,25	62,75	64,75
Sprühmassenstrom [g/min]	61,05	69,95	71,33	67,2
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,575 (2,5 / 2,65)	2,835 (2,65 / 3,02)	3,195 (3,02 / 3,37)	3,545 (3,37 / 3,72)

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	4650 ( 4200 / 5100 )	5550 ( 5100 / 6000 )	6450 (6000 / 6900 )	7350 ( 6900 / 7800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	130,5	130,5	128,25	128,75

Gastemperatur Eintritt [°C]	219,5	220,5	220,75	220,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,5	75,75	75,5	76,0
Ablufttemperatur [°C]	64,25	65,0	65,25	65,75
Sprühmassenstrom [g/min]	67,7	66,5	66,45	64,9
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,895 ( 3,72 / 4,07 )	4,245 ( 4,07 / 4,42 )	4,595 ( 4,42 / 4,77 )	4,94 ( 4,77 / 5,11 )

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8250 ( 7800 / 8700 )	9150 ( 8700 / 9600 )	10050 ( 9600 / 10500 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	128,75	128,5	128,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,0	219,25	220,25
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,75	75,0	74,0
Ablufttemperatur [°C]	65,0	65,75	64,75
Sprühmassenstrom [g/min]	65,8	63,3	63,65
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,285 ( 5,11 / 5,46 )	5,625 ( 5,46 / 5,79 )	5,955 ( 5,79 / 6,12 )

### Versuch 04-02-28/11/2002-B

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	1350 ( 900 / 1800 )	2250 ( 1800 / 2700 )	3150 ( 2700 / 3600 )	4050 ( 3600 / 4500 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	129,0	128,25	126,25	128,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	214,75	218,75	217,75	221,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,75	76,75	74,5	75,75
Ablufttemperatur [°C]	60,5	62,25	61,75	62,75
Sprühmassenstrom [g/min]	66,25	68,2	69,5	67,35
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,7 ( 2,5 / 2,9 )	3,05 ( 2,9 / 3,2 )	3,4 ( 3,2 / 3,6 )	3,75 ( 3,6 / 3,9 )

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	4950 ( 4500 / 5400 )	5850 ( 5400 / 6300 )	6750 ( 6300 / 7200 )	7650 ( 7200 / 8100 )

Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	127,5	129,0	132,5	134,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,25	219,5	220,0	219,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,25	74,75	75,0	74,25
Ablufttemperatur [°C]	62,5	63,0	63,25	63,0
Sprühmassenstrom [g/min]	66,95	66,2	63,85	65,95
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	4,1 (3,9 / 4,3)	4,45 (4,3 / 4,6)	4,8 (4,6 / 5,0)	5,15 (5,0 / 5,3)

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8550 ( 8100 / 9000 )	9450 ( 9000 / 9900 )	10350 (9900 / 10800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	128,5	130,25	125,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,5	219,5	219,75
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,75	74,25	74,0
Ablufttemperatur [°C]	63,0	63,5	63,5
Sprühmassenstrom [g/min]	65,65	64,95	64,5
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,45 (5,3 / 5,6)	5,8 (5,6 / 6,0)	6,15 (6,0 / 6,3)

## 8.5.2 AGT 150 bei kontinuierlicher Prozessführung

### Versuch 04-02-17/12/2002-A

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 600 / 1200 )	1500 ( 1200 / 1800 )	1800 (1200 / 2400 )	2700 ( 2400 / 3000 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	127,7	128,7	130,7	131,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	217,33	219,0	219,3	219,3
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,33	75,67	74,00	74,33
Ablufttemperatur [°C]	60,00	60,33	59,33	59,33
Sprühmassenstrom [g/min]	73,9	76,4	79,3	79,3
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,2	2,2	2,2	2,2

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	3300 ( 3000 / 3600 )	3900 ( 3600 / 4200 )	4500 ( 4200 / 4800 )	5100 ( 4800 / 5400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,0	129,3	130,3	130,7
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,00	221,33	221,0	220,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,00	74,33	76,67	77,00
Ablufttemperatur [°C]	59,33	59,67	61,33	61,67
Sprühmassenstrom [g/min]	79,5	77,4	76,3	76,5
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,2	2,2	2,2	2,2

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	5700 ( 5400 / 6000 )	6300 ( 6000 / 6600 )	6900 ( 6600 / 7200 )	7500 ( 7200 / 7800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,3	128,7	129,3	127,3
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,33	219,0	219,33	220,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,67	74,67	75,00	75,33
Ablufttemperatur [°C]	61,00	60,0	60,67	60,67
Sprühmassenstrom [g/min]	78,0	79,4	75,1	75,4
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,2	2,2	2,2	2,2

Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14	14 und 15	15 und 16	16 und 17
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7800 / 8400 )	8700 ( 8400 / 9000 )	9300 ( 9000 / 9600 )	9900 ( 9600 / 10200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	126,7	131,0	129,7	131,3
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,33	220,0	219,33	219,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,67	75,0	74,67	74,33
Ablufttemperatur [°C]	61,0	61,33	61,0	61,0
Sprühmassenstrom [g/min]	78,9	78,8	78,9	78,9
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,2	2,2	2,2	2,2

Übergangsphase zwischen den Proben	17 und 18	18 und 19	19 und 20
Versuchszeit [s] ( von / bis )	10500 ( 10200 / 10800 )	11100 ( 10800 / 11400 )	9300 ( 11400 / 12000 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	132,0	130,0	130,3
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,0	219,67	220,67
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	74,67	75,67
Ablufttemperatur [°C]	61,0	61,0	61,67
Sprühmassenstrom [g/min]	78,7	78,6	78,1
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,2	2,2	2,2

### Versuch 04-02-18/12/2002-A

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 600 / 1200 )	1500 ( 1200 / 1800 )	1800 ( 1200 / 2400 )	2700 ( 2400 / 3000 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	128,7	129,3	130,0	130,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	212,33	221,0	220,67	220,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,67	75,0	74,67	74,0
Ablufttemperatur [°C]	57,33	57,67	57,67	58,0
Sprühmassenstrom [g/min]	65,9	75,87	77,33	77,87
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,39	2,57	2,84	3,095

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	3300 ( 3000 / 3600 )	3900 ( 3600 / 4200 )	4500 ( 4200 / 4800 )	5100 ( 4800 / 5400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	131,3	129,67	130,33	130,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,3	219,67	220,0	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,67	76,0	74,67	74,0
Ablufttemperatur [°C]	58,67	59,67	59,33	59,0
Sprühmassenstrom [g/min]	75,67	75,53	76,73	76,33
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,34	3,625	3,905	4,145

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	5550 ( 5400 / 5700 )	6000 ( 5700 / 6300 )	6600 ( 6300 / 6900 )	7200 ( 6900 / 7500 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,5	129,67	130,67	131,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	221,0	220,0	219,67	220,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,0	74,67	74,33	75,67
Ablufttemperatur [°C]	59,5	59,67	60,67	62,33
Sprühmassenstrom [g/min]	73,0	81,33	73,53	71,93
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	4,335	4,54	4,785	5,015

Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14	14 und 15	15 und 16	16 und 17
Versuchszeit [s] ( von / bis )	7800 ( 7500 / 8100 )	8400 ( 8100 / 8700 )	9000 ( 8700 / 9300 )	9600 ( 9300 / 9900 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,33	127,33	128,0	127,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,67	220,33	220,33	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,33	74,33	74,0	74,67
Ablufttemperatur [°C]	62,0	61,67	61,67	62,33
Sprühmassenstrom [g/min]	72,93	72,93	64,4	69,8
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,265	5,53	5,76	5,985

Übergangsphase zwischen den Proben	17 und 18	18 und 19	19 und 20
Versuchszeit [s] ( von / bis )	10200 ( 9900 / 10500 )	10800 ( 10500 / 11100 )	11400 ( 11100 / 11700 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	128,67	127,33	130,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,0	220,33	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,67	74,0	74,67
Ablufttemperatur [°C]	62,33	62,33	62,67
Sprühmassenstrom [g/min]	68,87	68,8	68,53
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	6,23	6,47	6,67

**Versuch 04-02-18/12/2002-B**

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	300 ( 0 / 600 )	900 ( 600 / 1200 )	1500 ( 1200 / 1800 )	2100 ( 1800 / 2400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,33	133,0	128,67	130,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	214,33	219,0	220,67	221,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	78,33	76,33	76,0	75,33
Ablufttemperatur [°C]	59,33	59,33	60,33	60,67
Sprühmassenstrom [g/min]	54,87	72,6	74,47	75,07
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,27	2,505	2,73	2,98

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	2700 ( 2400 / 3000 )	3300 ( 3000 / 3600 )	3900 ( 3600 / 4200 )	4500 ( 4200 / 4800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	131,33	131,67	129,67	128,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,67	220,67	220,0	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,33	75,0	74,33	74,67
Ablufttemperatur [°C]	61,0	61,33	61,0	61,67
Sprühmassenstrom [g/min]	74,8	72,07	73,73	72,53
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,255	3,51	3,745	4,005

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	5100 ( 4800 / 5400 )	5700 ( 5400 / 6000 )	6300 ( 6000 / 6600 )	6900 ( 6600 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	131,67	131,33	132,33	130,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,67	220,33	220,33	221,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	75,0	75,67	75,0
Ablufttemperatur [°C]	62,0	62,67	63,67	63,33
Sprühmassenstrom [g/min]	71,6	69,6	69,47	69,53
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	4,265	4,51	4,71	4,97



Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14	14 und 15	15 und 16	16 und 17
Versuchszeit [s] ( von / bis )	7500 ( 7200 / 7800 )	8100 ( 7800 / 8400 )	8700 ( 8400 / 9000 )	9300 ( 9000 / 9600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,33	129,33	129,0	128,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	221,0	221,0	220,67	220,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,33	75,33	75,33	75,33
Ablufttemperatur [°C]	62,67	63,67	64,0	64,33
Sprühmassenstrom [g/min]	69,0	67,6	67,27	67,87
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,245	5,455	5,715	5,92

Übergangsphase zwischen den Proben	17 und 18	18 und 19	19 und 20
Versuchszeit [s] ( von / bis )	9900 ( 9600 / 10200 )	10500 ( 10200 / 10800 )	11100 ( 10800 / 11400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	131,67	132,0	131,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	221,0	221,33	220,67
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,67	74,67	74,0
Ablufttemperatur [°C]	64,33	64,0	63,33
Sprühmassenstrom [g/min]	67,13	67,07	66,93
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	6,095	6,325	6,59

### Versuch 04-02-19/12/2002-A

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 600 / 1200 )	1500 ( 1200 / 1800 )	2100 ( 1800 / 2400 )	2700 ( 2400 / 3000 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	125,67	131,33	131,33	132,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	218,0	221,33	221,33	218,67
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,33	76,33	76,0	74,0
Ablufttemperatur [°C]	60,0	61,0	61,67	61,0
Sprühmassenstrom [g/min]	68,73	69,07	70,0	71,0
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0

Wirbelschichtmasse [kg]	2,385	3,6	2,845	3,09
-------------------------	-------	-----	-------	------

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	3300 ( 3000 / 3600 )	3900 ( 3600 / 4200 )	4500 ( 4200 / 4800 )	5100 ( 4800 / 5400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	128,33	130,67	132,67	133,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	221,0	214,67	216,33	220,67
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	74,33	77,0	75,33
Ablufttemperatur [°C]	61,0	61,33	64,0	63,33
Sprühmassenstrom [g/min]	71,13	68,0	61,8	65,13
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,325	3,565	3,77	3,99

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	5700 ( 5400 / 6000 )	6300 ( 6000 / 6600 )	6900 ( 6600 / 7200 )	7500 ( 7200 / 7800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	132,33	130,33	130,33	131,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	230,33	221,67	229,0	224,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	76,67	75,67	74,33	74,67
Ablufttemperatur [°C]	64,33	64,0	63,0	63,33
Sprühmassenstrom [g/min]	67,0	67,67	70,73	66,27
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	4,21	4,4	4,655	4,93

Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14	14 und 15	15 und 16	16 und 17
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7800 / 8400 )	8700 ( 8400 / 9000 )	9300 ( 9000 / 9600 )	9900 ( 9600 / 10200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,33	129,33	130,33	128,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	223,33	222,0	219,0	220,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,33	75,67	75,67	74,67
Ablufttemperatur [°C]	63,67	63,67	63,67	63,33
Sprühmassenstrom [g/min]	65,2	67,4	66,27	66,27
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,08	5,345	5,69	5,915

Übergangsphase zwischen den Proben	17 und 18	18 und 19	19 und 20
Versuchszeit [s] ( von / bis )	10500 ( 10200 / 10800 )	11100 ( 10800 / 11400 )	11700 ( 11400 / 12000 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	127,67	130,33	132,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,67	222,33	221,67
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,67	75,33	75,67
Ablufttemperatur [°C]	63,67	64,0	64,67
Sprühmassenstrom [g/min]	66,33	64,46	63,47
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	2,0	2,0	2,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	6,13	6,34	6,565

### Versuch 04-02-19/12/2002-B

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 600 / 1200 )	1500 ( 1200 / 1800 )	2100 ( 1800 / 2400 )	2700 ( 2400 / 3000 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,0	132,67	133,0	128,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	187,33	216,0	220,0	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	76,33	75,0	75,0	74,67
Ablufttemperatur [°C]	62,33	61,33	61,33	62,0
Sprühmassenstrom [g/min]	47,78	65,73	69,6	69,73
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,235	2,45	2,695	2,93

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	3300 ( 3000 / 3600 )	3900 ( 3600 / 4200 )	4500 ( 4200 / 4800 )	5100 ( 4800 / 5400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	132,0	131,67	130,67	130,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,67	220,33	220,33	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	74,0	75,0	74,67
Ablufttemperatur [°C]	61,67	62,33	63,0	63,0
Sprühmassenstrom [g/min]	64,2	65,6	65,0	67,07
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,17	3,4	3,64	3,885

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	5700 ( 5400 / 6000 )	6300 ( 6000 / 6600 )	6900 ( 6600 / 7200 )	7500 ( 7200 / 7800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	127,33	127,33	129,0	131,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,33	220,0	220,0	219,67
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,33	75,0	74,0	75,67
Ablufttemperatur [°C]	63,0	63,67	63,0	64,0
Sprühmassenstrom [g/min]	52,2	65,13	65,87	63,6
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	4,09	4,305	4,545	4,74

Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14	14 und 15	15 und 16	16 und 17
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7800 / 8400 )	8700 ( 8400 / 9000 )	9300 ( 9000 / 9600 )	9900 ( 9600 / 10200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	131,0	132,67	130,0	132,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,0	219,33	220,0	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	76,0	74,67	74,33	73,67
Ablufttemperatur [°C]	64,67	64,0	63,33	63,0
Sprühmassenstrom [g/min]	64,2	65,67	65,67	65,6
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	4,95	5,19	5,43	5,68

Übergangsphase zwischen den Proben	17 und 18	18 und 19
Versuchszeit [s] ( von / bis )	10500 ( 10200 / 10800 )	11100 ( 10800 / 11400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	129,67	132,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,0	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,33	75,33
Ablufttemperatur [°C]	63,0	63,33
Sprühmassenstrom [g/min]	64,8	66,27
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,5	1,5
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,875	6,13

**Versuch 04-02-20/12/2002-A**

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 600 / 1200 )	1500 ( 1200 / 1800 )	2100 ( 1800 / 2400 )	2700 ( 2400 / 3000 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	126,67	131,67	130,0	129,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,0	219,0	219,33	219,67
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	74,0	74,67	73,33
Ablufttemperatur [°C]	60,33	61,33	62,67	62,33
Sprühmassenstrom [g/min]	64,4	66,33	66,07	67,73
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	2,39	2,575	2,79	3,0

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	3300 ( 3000 / 3600 )	3900 ( 3600 / 4200 )	4500 ( 4200 / 4800 )	5100 ( 4800 / 5400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	130,0	129,33	129,33	129,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,67	220,0	220,0	221,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	74,67	75,0	75,0
Ablufttemperatur [°C]	62,67	63,67	64,0	64,33
Sprühmassenstrom [g/min]	66,87	66,27	66,47	66,53
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	3,22	3,485	3,655	3,87

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	5700 ( 5400 / 6000 )	6300 ( 6000 / 6600 )	6900 ( 6600 / 7200 )	7500 ( 7200 / 7800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	128,67	128,67	131,33	130,33
Gastemperatur Eintritt [°C]	221,0	220,33	220,0	220,33
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,0	74,67	74,0	74,0
Ablufttemperatur [°C]	64,33	64,0	64,0	63,67
Sprühmassenstrom [g/min]	66,27	66,2	66,4	66,27
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0	1,0	1,0	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	4,135	4,34	4,595	4,86

Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7800 / 8400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	129,67
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,67
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,0
Ablufttemperatur [°C]	64,33
Sprühmassenstrom [g/min]	64,67
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	1,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	5,11

### 8.5.3 GF 20 bei kontinuierlicher Prozessführung

#### Versuch 01-02-14/11/2001

Übergangsphase zwischen den Proben	1 und 2	2 und 3	3 und 4	4 und 5
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 0 / 1800 )	2700 ( 1800 / 3600 )	4500 ( 3600 / 5400 )	6300 ( 5400 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	390,2	388,8	392,5	396,3
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	877,5	865,5	871,0	874,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,4	220,0	218,2	216,6
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,3	76,6	76,8	76,4
Ablufttemperatur [°C]	69,5	70,9	71,1	70,9
Sprühmassenstrom [kg/h]	57,4	57,5	58,3	59,0
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	23,25 ( 23,0 / 23,5 )	23,7 ( 23,5 / 23,9 )	24,05 ( 23,6 / 24,5 )	24,85 ( 24,5 / 25,2 )

Übergangsphase zwischen den Proben	5 und 6	6 und 7	7 und 8	8 und 9
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7200 / 9000 )	9900 ( 9000 / 10800 )	11700 ( 10800 / 12600 )	13500 ( 12600 / 14400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	396,0	394,8	395,3	396,7
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	876,5	877,0	875,0	878,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	216,3	216,9	217,0	216,7

Wirbelschichttemperatur [°C]	74,8	73,9	74,6	76,2
Ablufttemperatur [°C]	69,5	68,4	68,7	69,7
Sprühmassenstrom [kg/h]	59,5	60,0	59,4	59,0
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	25,65 ( 25,2 / 26,1 )	26,3 ( 26,1 / 26,5 )	26,35 ( 26,5 / 26,2 )	26,05 ( 26,2 / 25,9 )

Übergangsphase zwischen den Proben	9 und 10	10 und 11	11 und 12	12 und 13
Versuchszeit [s] ( von / bis )	15300 ( 14400 / 16200 )	17100 ( 16200 / 18000 )	18900 ( 18000 / 19800 )	20700 ( 19800 / 21600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	396,3	393,7	392,7	392,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	875,0	870,5	871,5	873,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	217,1	217,0	216,1	216,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	76,6	76,3	75,4	74,8
Ablufttemperatur [°C]	70,2	70,1	69,5	68,8
Sprühmassenstrom [kg/h]	59,0	58,5	58,2	58,2
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	25,75 ( 25,9 / 25,6 )	25,4 ( 25,6 / 25,2 )	24,95 ( 25,2 / 24,7 )	24,5 ( 24,7 / 24,3 )

Übergangsphase zwischen den Proben	13 und 14	14 und 15
Versuchszeit [s] ( von / bis )	22500 ( 21600 / 23400 )	24300 ( 23400 / 25200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	388,7	389,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	876,0	877,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	216,6	216,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,9	75,3
Ablufttemperatur [°C]	68,9	69,2
Sprühmassenstrom [kg/h]	59,8	58,9
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	24,3 ( 24,3 / 24,3 )	24,25 ( 24,3 / 24,2 )

**Versuch 01-02-08/11/2001**

Übergangsphase zwischen den Proben	2 und 3	3 und 4	4 und 5	5 und 6
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 0 / 1800 )	2700 ( 1800 / 3600 )	4500 ( 3600 / 5400 )	6300 ( 5400 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	512,8	509,8	515,0	527,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	856,0	856,5	868,0	873,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,8	297,0	294,6	294,8
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,7	76,2	75,4	75,3
Ablufttemperatur [°C]	69,7	71,3	70,1	69,4
Sprühmassenstrom [kg/h]	87,6	89,4	89,5	89,8
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	20,3 ( 20,3 / 20,3 )	20,4 ( 20,3 / 20,5 )	20,4 ( 20,5 / 20,3 )	19,8 ( 20,3 / 19,3 )

Übergangsphase zwischen den Proben	6 und 7	7 und 8	8 und 9	9 und 10
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7200 / 9000 )	9900 ( 9000 / 10800 )	11700 ( 10800 / 12600 )	13500 ( 12600 / 14400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	536,5	536,5	532,0	522,3
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	869,0	872,5	874,5	856,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	297,3	299,4	299,2	299,6
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,7	72,7	73,1	71,9
Ablufttemperatur [°C]	67,8	66,8	67,3	66,7
Sprühmassenstrom [kg/h]	90,0	91,8	91,9	91,1
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	19,15 ( 19,3 / 19,0 )	19,55 ( 19,0 / 20,1 )	19,5 ( 20,1 / 18,9 )	18,25 ( 18,9 / 17,6 )

Übergangsphase zwischen den Proben	10 und 11	11 und 12	12 und 13	13 und 14
Versuchszeit [s] ( von / bis )	15300 ( 14400 / 16200 )	17100 ( 16200 / 18000 )	18900 ( 18000 / 19800 )	20700 ( 19800 / 21600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	518,0	521,0	515,5	496,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	851,0	860,5	864,0	861,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,2	296,8	291,6	288,2
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,3	78,5	79,3	77,7



Ablufttemperatur [°C]	68,2	72,1	72,7	72,0
Sprühmassenstrom [kg/h]	90,4	90,6	94,2	94,5
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	18,0 ( 17,6 / 18,4 )	18,8 ( 18,4 / 19,2 )	20,25 ( 19,2 / 21,3 )	24,5 ( 21,3 / 21,9 )

Übergangsphase zwischen den Proben	14 und 15	15 und 16
Versuchszeit [s] ( von / bis )	22500 ( 21600 / 23400 )	24300 ( 23400 / 25200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	479,8	480,8
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	857,5	857,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	288,5	288,6
Wirbelschichttemperatur [°C]	77,3	75,9
Ablufttemperatur [°C]	71,7	70,7
Sprühmassenstrom [kg/h]	93,6	93,0
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	22,1 ( 21,9 / 22,3 )	23,25 ( 22,3 / 24,2 )

### Versuch 01-02-13/11/2001

Übergangsphase zwischen den Proben	2 und 3	3 und 4	4 und 5	5 und 6
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 0 / 1800 )	2700 ( 1800 / 3600 )	4500 ( 3600 / 5400 )	6300 ( 5400 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	375,7	385,5	394,3	398,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	862,5	859,0	867,0	864,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,0	220,0	219,9	220,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	70,2	75,1	75,2	74,5
Ablufttemperatur [°C]	65,2	69,5	69,2	68,4
Sprühmassenstrom [kg/h]	57,8	57,6	57,9	58,6
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	24,05 ( 24,4 / 23,7 )	23,2 ( 23,7 / 22,9 )	22,55 ( 22,9 / 22,2 )	21,85 ( 22,2 / 21,5 )

Übergangsphase zwischen den Proben	6 und 7	7 und 8	8 und 9	9 und 10
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7200 / 9000 )	9900 ( 9000 / 10800 )	11700 ( 10800 / 12600 )	13500 ( 12600 / 14400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	397,7	403,5	402,2	390,5
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	866,5	866,5	864,5	861,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,1	219,9	219,8	219,9
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,5	72,6	72,7	73,0
Ablufttemperatur [°C]	67,8	67,3	67,5	67,7
Sprühmassenstrom [kg/h]	58,8	59,4	59,7	59,3
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	21,25 ( 21,5 / 21,0 )	21,55 ( 21,0 / 22,1 )	22,7 ( 22,1 / 23,3 )	23,35 ( 23,3 / 23,4 )

Übergangsphase zwischen den Proben	10 und 11	11 und 12	12 und 13	13 und 14
Versuchszeit [s] ( von / bis )	15300 ( 14400 / 16200 )	17100 ( 16200 / 18000 )	18900 ( 18000 / 19800 )	20700 ( 19800 / 21600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	390,3	392,0	393,7	398,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	860,0	866,5	872,5	871,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,8	219,9	220,1	220,1
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,8	74,7	75,5	74,5
Ablufttemperatur [°C]	68,4	69,2	69,9	69,1
Sprühmassenstrom [kg/h]	58,8	59,0	59,0	58,8
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	23,0 ( 23,4 / 22,6 )	22,2 ( 22,6 / 21,8 )	21,85 ( 21,8 / 21,9 )	21,9 ( 21,9 / 21,9 )

Übergangsphase zwischen den Proben	14 und 15	15 und 16
Versuchszeit [s] ( von / bis )	22500 ( 21600 / 23400 )	24300 ( 23400 / 25200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	398,8	398,7
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	868,0	869,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	220,1	219,8

Wirbelschichttemperatur [°C]	72,6	72,1
Ablufttemperatur [°C]	67,4	66,6
Sprühmassenstrom [kg/h]	58,6	59,0
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	22,2 ( 21,9 / 22,5 )	22,85 ( 22,5 / 23,2 )

### Versuch 01-02-06/11/2001

Übergangsphase zwischen den Proben	2 und 3	3 und 4	4 und 5	5 und 6
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 0 / 1800 )	2700 ( 1800 / 3600 )	4500 ( 3600 / 5400 )	6300 ( 5400 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	360,0	337,0	342,0	349,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	865,0	871,0	867,5	865,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	302,3	303,7	300,7	300,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	68,1	74,8	74,6	73,5
Ablufttemperatur [°C]	64,6	68,4	68,6	77,7
Sprühmassenstrom [kg/h]	90,8	89,2	87,6	89,2
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	20,9 ( 21,2 / 20,6 )	20,1 ( 20,6 / 19,6 )	19,0 ( 19,6 / 18,4 )	18,35 ( 18,4 / 18,3 )

Übergangsphase zwischen den Proben	6 und 7	7 und 8	8 und 9	9 und 10
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7200 / 9000 )	9900 ( 9000 / 10800 )	11700 ( 10800 / 12600 )	13500 ( 12600 / 14400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	355,0	370,5	376,5	379,5
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	856,0	858,5	840,5	832,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	298,7	299,0	299,7	299,2
Wirbelschichttemperatur [°C]	72,8	73,2	70,8	68,6
Ablufttemperatur [°C]	76,9	66,9	67,2	64,1
Sprühmassenstrom [kg/h]	90,7	90,7	89,8	89,8
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	18,3 ( 18,3 / 18,3 )	18,25 ( 18,3 / 18,2 )	19,95 ( 18,2 / 21,7 )	23,45 ( 21,7 / 25,2 )

Übergangsphase zwischen den Proben	10 und 11	11 und 12	12 und 13	13 und 14
Versuchszeit [s] ( von / bis )	15300 ( 14400 / 16200 )	17100 ( 16200 / 18000 )	18900 ( 18000 / 19800 )	20700 ( 19800 / 21600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	394,0	403,0	411,5	426,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	847,5	851,0	851,0	848,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,2	299,3	299,6	300,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	70,1	72,0	72,6	73,6
Ablufttemperatur [°C]	64,9	66,1	67,2	68,0
Sprühmassenstrom [kg/h]	89,9	90,1	90,1	87,8
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	23,65 ( 25,2 / 22,1 )	21,2 ( 22,1 / 20,1 )	19,65 ( 20,1 / 19,2 )	19,05 ( 19,2 / 18,9 )

Übergangsphase zwischen den Proben	14 und 15	15 und 16	16 und 17	17 und 18
Versuchszeit [s] ( von / bis )	22500 ( 21600 / 23400 )	24300 ( 23400 / 25200 )	26100 ( 25200 / 27000 )	27900 ( 27000 / 28800 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	429,5	427,5	428,5	429,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	851,0	853,0	863,0	857,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,4	298,9	299,1	299,6
Wirbelschichttemperatur [°C]	73,3	72,2	71,9	71,5
Ablufttemperatur [°C]	67,3	66,4	66,7	66,3
Sprühmassenstrom [kg/h]	87,8	89,6	89,5	89,4
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	18,8 ( 18,9 / 18,7 )	19,1 ( 18,7 / 19,5 )	20,1 ( 19,5 / 20,9 )	19,85 ( 20,9 / 18,8 )

### Versuch 01-02-12/11/2001

Übergangsphase zwischen den Proben	2 und 3	3 und 4	4 und 5	5 und 6
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 0 / 1800 )	2700 ( 1800 / 3600 )	4500 ( 3600 / 5400 )	6300 ( 5400 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	416,5	427,5	431,0	433,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	866,5	871,0	875,5	870,0

Gastemperatur Eintritt [°C]	220,1	219,7	219,4	219,8
Wirbelschichttemperatur [°C]	72,0	74,0	74,6	74,1
Ablufttemperatur [°C]	67,9	68,2	67,3	66,1
Sprühmassenstrom [kg/h]	54,2	54,9	55,8	56,8
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	23,1 ( 22,8 / 23,4 )	23,8 ( 23,4 / 24,2 )	23,85 ( 24,2 / 23,5 )	23,2 ( 23,5 / 22,9 )

Übergangsphase zwischen den Proben	6 und 7	7 und 8	8 und 9	9 und 10
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7200 / 9000 )	9900 ( 9000 / 10800 )	11700 ( 10800 / 12600 )	13500 ( 12600 / 14400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	405,0	387,8	387,8	385,3
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	866,5	866,5	862,0	858,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	219,0	217,8	217,0	217,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,3	76,8	76,7	75,5
Ablufttemperatur [°C]	66,3	66,6	67,2	67,5
Sprühmassenstrom [kg/h]	57,0	58,9	59,2	59,2
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	21,7 ( 22,9 / 20,5 )	20,1 ( 20,5 / 19,7 )	19,85 ( 19,7 / 20,0 )	20,2 ( 20,0 / 20,4 )

Übergangsphase zwischen den Proben	10 und 11	11 und 12	12 und 13	13 und 14
Versuchszeit [s] ( von / bis )	15300 ( 14400 / 16200 )	17100 ( 16200 / 18000 )	18900 ( 18000 / 19800 )	20700 ( 19800 / 21600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	381,0	382,5	383,5	383,5
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	860,0	857,5	851,5	857,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	217,2	216,9	217,5	217,9
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,1	75,6	75,4	73,7
Ablufttemperatur [°C]	67,4	67,8	68,0	66,6
Sprühmassenstrom [kg/h]	58,8	58,7	58,6	57,5
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	20,55 ( 20,4 / 20,7 )	20,95 ( 20,7 / 21,2 )	21,3 ( 21,2 / 21,4 )	21,4 ( 21,4 / 21,4 )

Übergangsphase zwischen den Proben	14 und 15	15 und 16
Versuchszeit [s] ( von / bis )	22500 ( 21600 / 23400 )	24300 ( 23400 / 25200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	383,5	381,5
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	861,5	863,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	217,7	217,9
Wirbelschichttemperatur [°C]	71,8	71,5
Ablufttemperatur [°C]	64,9	64,7
Sprühmassenstrom [kg/h]	58,1	59,6
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	21,35 ( 21,4 / 21,3 )	19,1 ( 21,3 / 19,8 )

### Versuch 01-02-07/11/2001

Übergangsphase zwischen den Proben	2 und 3	3 und 4	4 und 5	5 und 6
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 0 / 1800 )	2700 ( 1800 / 3600 )	4500 ( 3600 / 5400 )	6300 ( 5400 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	537,5	525,8	532,8	537,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	861,5	865,5	863,0	858,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	272,9	293,2	293,7	299,3
Wirbelschichttemperatur [°C]	68,0	66,0	66,5	70,3
Ablufttemperatur [°C]	66,3	61,6	61,1	64,0
Sprühmassenstrom [kg/h]	84,4	86,8	89,5	88,6
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	18,0 ( 19,9 / 16,1 )	14,35 ( 16,1 / 12,6 )	11,6 ( 12,6 / 10,6 )	9,55 ( 10,6 / 8,5 )

Übergangsphase zwischen den Proben	6 und 7	7 und 8	8 und 9	9 und 10
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7200 / 9000 )	9900 ( 9000 / 10800 )	11700 ( 10800 / 12600 )	13500 ( 12600 / 14400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	539,8	540,0	540,0	545,3
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	853,5	845,0	842,5	845,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	300,1	300,1	299,4	299,0
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,0	73,1	70,5	73,1
Ablufttemperatur [°C]	68,0	67,9	65,3	66,8

Sprühmassenstrom [kg/h]	87,4	89,1	88,7	88,1
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	7,8 ( 8,5 / 7,1 )	7,35 ( 7,1 / 7,6 )	8,2 ( 7,6 / 8,8 )	9,9 ( 8,8 / 11,0 )

Übergangsphase zwischen den Proben	10 und 11	11 und 12	12 und 13	13 und 14
Versuchszeit [s] ( von / bis )	15300 ( 14400 / 16200 )	17100 ( 16200 / 18000 )	18900 ( 18000 / 19800 )	20700 ( 19800 / 21600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	550,8	551,3	547,0	536,8
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	855,0	854,0	854,0	856,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,4	299,7	299,9	300,1
Wirbelschichttemperatur [°C]	74,6	73,8	73,2	73,5
Ablufttemperatur [°C]	68,0	67,9	67,1	64,2
Sprühmassenstrom [kg/h]	89,3	89,7	88,8	90,2
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	11,7 ( 11,0 / 12,4 )	12,65 ( 12,4 / 12,9 )	13,0 ( 12,9 / 13,1 )	13,25 ( 13,1 / 13,4 )

Übergangsphase zwischen den Proben	14 und 15	15 und 16
Versuchszeit [s] ( von / bis )	22500 ( 21600 / 23400 )	24300 ( 23400 / 25200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	523,0	515,5
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	860,0	856,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,8	298,9
Wirbelschichttemperatur [°C]	72,9	71,9
Ablufttemperatur [°C]	64,4	66,5
Sprühmassenstrom [kg/h]	89,3	88,7
Verdüngsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	19,9 ( 13,4 / 15,6 )	15,95 ( 15,6 / 16,3 )

**Versuch 01-02-15/11/2001**

Übergangsphase zwischen den Proben	2 und 3	3 und 4	4 und 5	5 und 6
Versuchszeit [s] ( von / bis )	900 ( 0 / 1800 )	2700 ( 1800 / 3600 )	4500 ( 3600 / 5400 )	6300 ( 5400 / 7200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	398,8	395,3	388,3	388,0
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	889,5	878,0	874,5	871,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,5	299,8	299,5	298,9
Wirbelschichttemperatur [°C]	72,1	74,1	73,4	73,9
Ablufttemperatur [°C]	66,2	66,8	66,4	67,5
Sprühmassenstrom [kg/h]	83,3	85,6	86,8	86,6
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	21,1 ( 22,4 / 19,8 )	18,7 ( 19,8 / 17,6 )	18,0 ( 17,6 / 18,4 )	18,2 ( 18,4 / 18,0 )

Übergangsphase zwischen den Proben	6 und 7	7 und 8	8 und 9	9 und 10
Versuchszeit [s] ( von / bis )	8100 ( 7200 / 9000 )	9900 ( 9000 / 10800 )	11700 ( 10800 / 12600 )	13500 ( 12600 / 14400 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	389,2	388,7	380,8	377,8
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	874,0	881,0	878,5	877,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	298,8	299,4	294,5	294,3
Wirbelschichttemperatur [°C]	75,4	78,4	76,8	72,6
Ablufttemperatur [°C]	68,1	69,2	68,4	65,8
Sprühmassenstrom [kg/h]	86,4	85,7	86,4	87,6
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	17,6 ( 18,0 / 17,2 )	17,45 ( 17,2 / 17,7 )	18,25 ( 17,7 / 18,8 )	19,7 ( 18,8 / 20,6 )

Übergangsphase zwischen den Proben	10 und 11	11 und 12	12 und 13	13 und 14
Versuchszeit [s] ( von / bis )	15300 ( 14400 / 16200 )	17100 ( 16200 / 18000 )	18900 ( 18000 / 19800 )	20700 ( 19800 / 21600 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m <sup>3</sup> /h]	378,5	376,2	376,3	376,8
Gasvolumenstrom Austritt [Nm <sup>3</sup> /h]	877,5	874,0	875,5	877,5
Gastemperatur Eintritt [°C]	299,2	298,9	298,5	298,5
Wirbelschichttemperatur [°C]	71,2	71,7	73,9	76,9



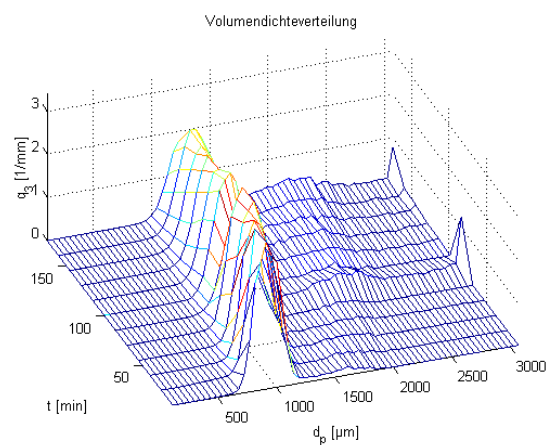
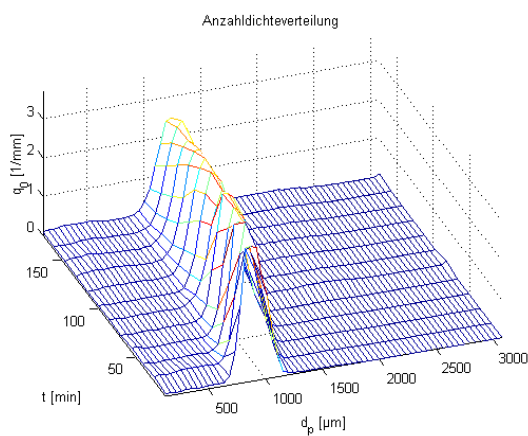
Ablufttemperatur [°C]	64,3	64,9	66,4	67,5
Sprühmassenstrom [kg/h]	89,2	89,7	88,7	86,4
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	21,0 ( 20,6 / 21,4 )	21,0 ( 21,4 / 20,6 )	20,25 ( 20,6 / 19,9 )	19,85 ( 19,9 / 19,8 )

Übergangsphase zwischen den Proben	14 und 15	15 und 16
Versuchszeit [s] ( von / bis )	22500 ( 21600 / 23400 )	24300 ( 23400 / 25200 )
Gasvolumenstrom Eintritt [m³/h]	375,5	370,7
Gasvolumenstrom Austritt [Nm³/h]	875,0	878,0
Gastemperatur Eintritt [°C]	298,2	297,9
Wirbelschichttemperatur [°C]	76,4	75,4
Ablufttemperatur [°C]	67,7	66,8
Sprühmassenstrom [kg/h]	85,6	86,7
Verdüsungsluftdruck [bar(ü)]	3,0	3,0
Trockenstoffanteil in Sprühflüssigkeit [Mass.-%]	35,0	35,0
Wirbelschichtmasse [kg]	19,9 ( 19,8 / 20,0 )	20,2 ( 20,0 / 20,4 )

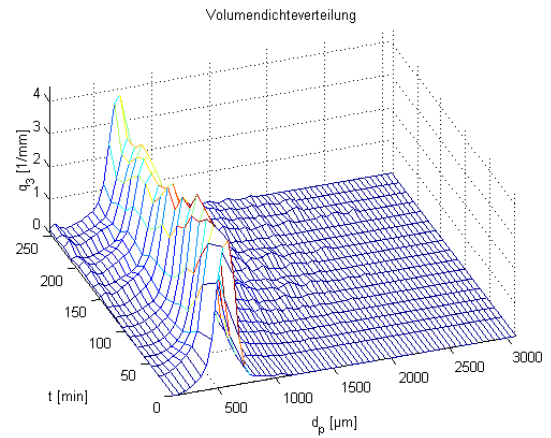
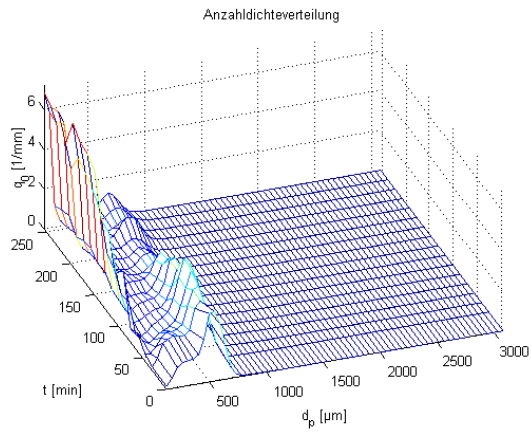
## 8.6 Korngrößenverteilung während der Versuche

### 8.6.1 AGT 150 bei chargenweiser Prozessführung

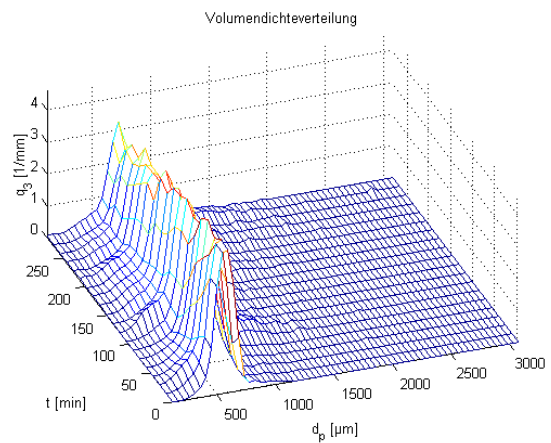
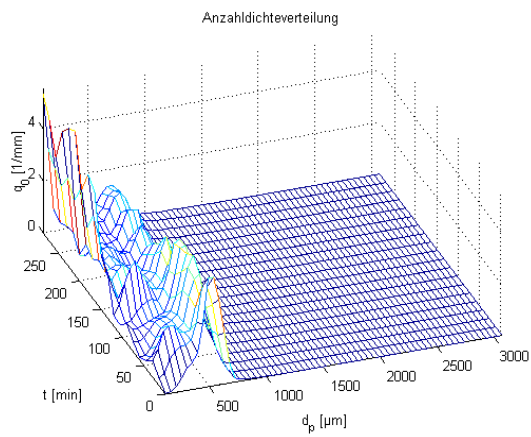
#### Versuch 04-02-29/11/2002



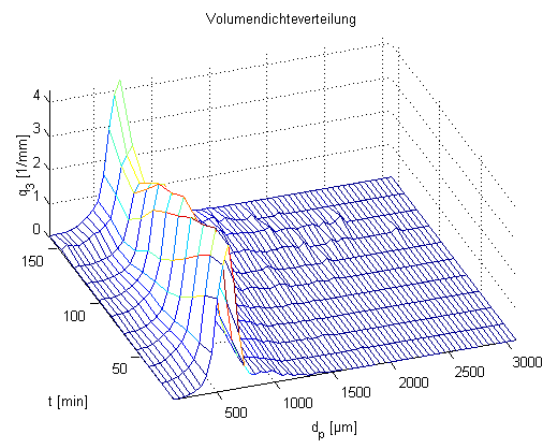
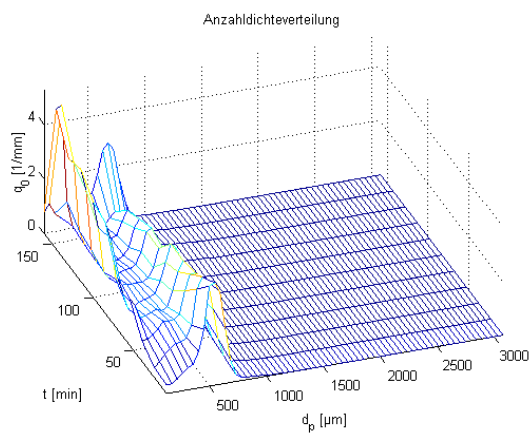
**Versuch 04-02-27/11/2002**



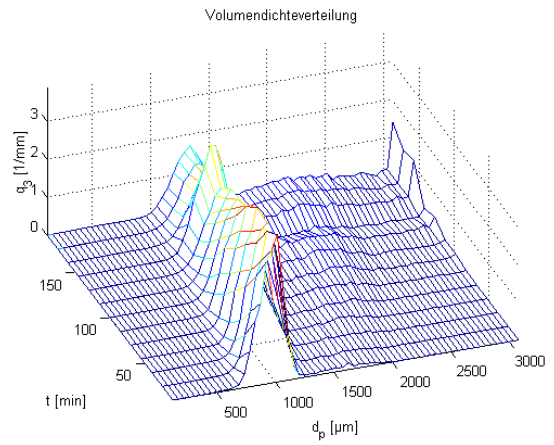
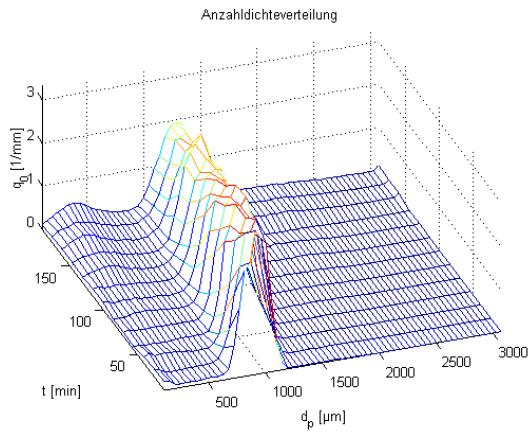
**Versuch 04-02-26/11/2002**



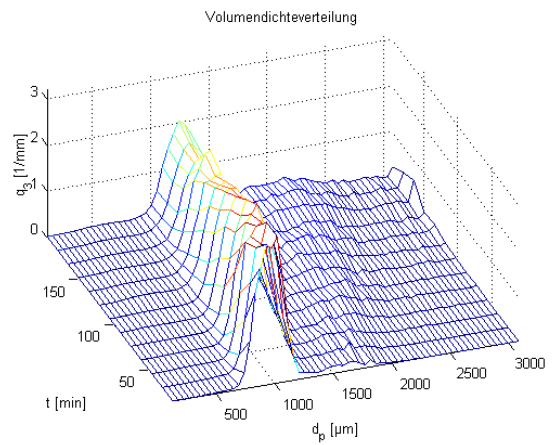
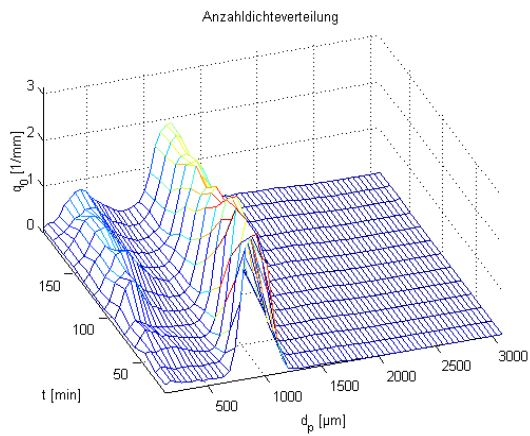
**Versuch 04-02-27/11/2002-A**



**Versuch 04-02-28/11/2002-A**

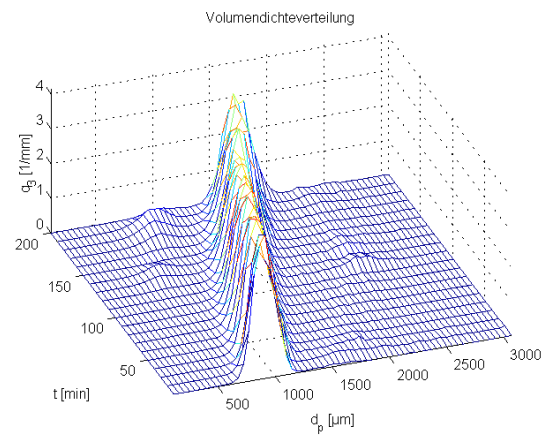
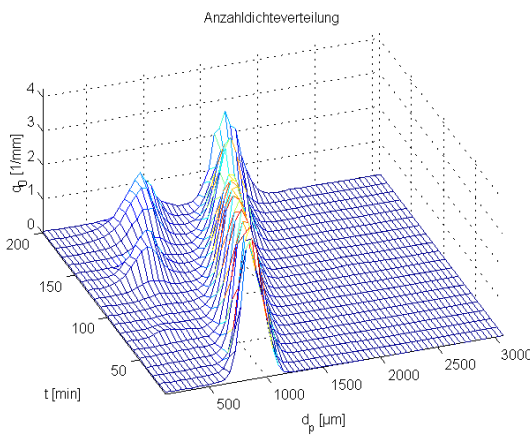


**Versuch 04-02-28/11/2002-B**

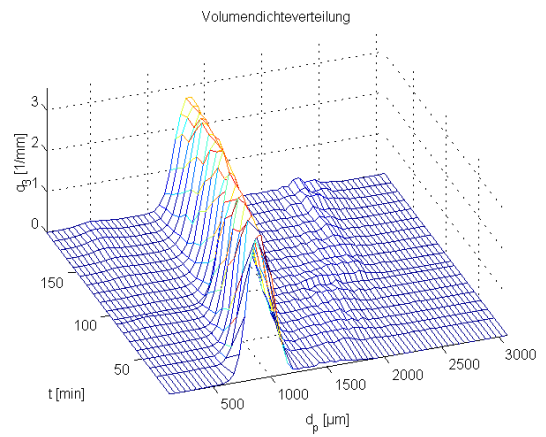
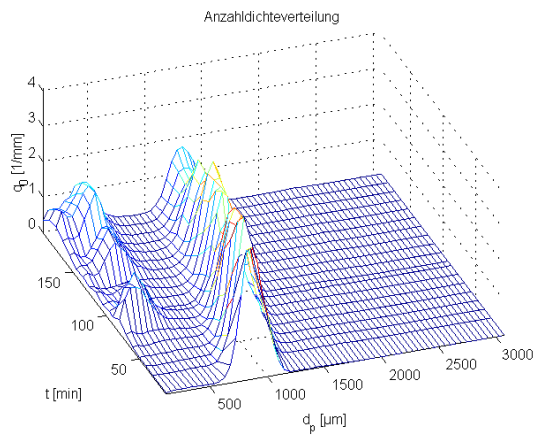


**8.6.2 AGT 150 bei kontinuierlicher Prozessführung**

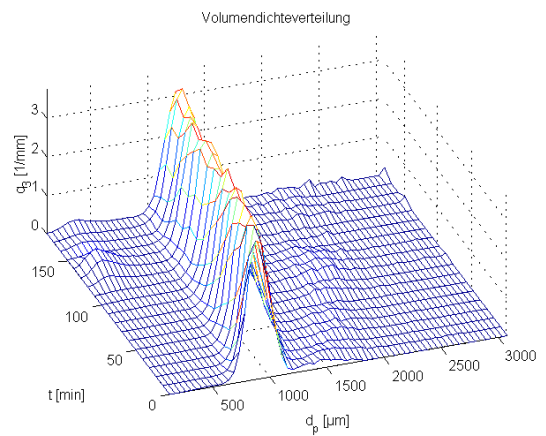
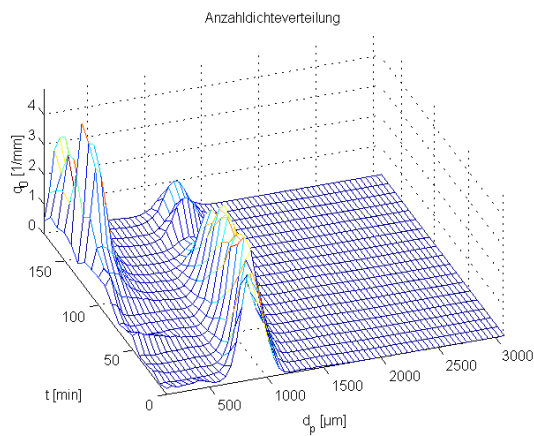
**Versuch 04-02-17/12/2002-A**



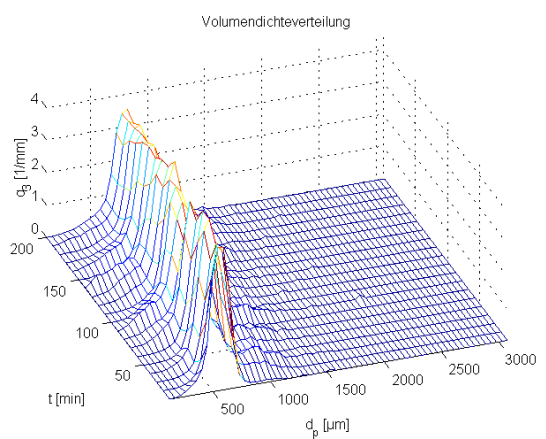
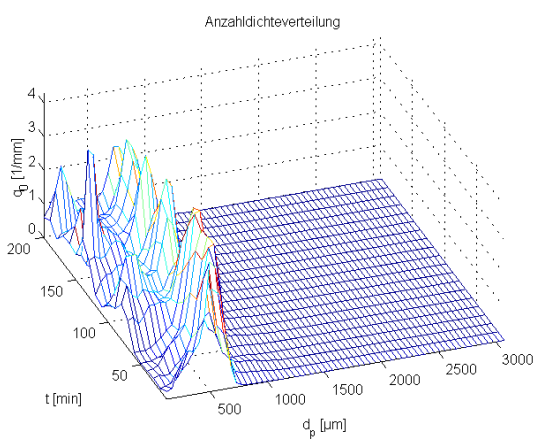
**Versuch 04-02-18/12/2002-A**



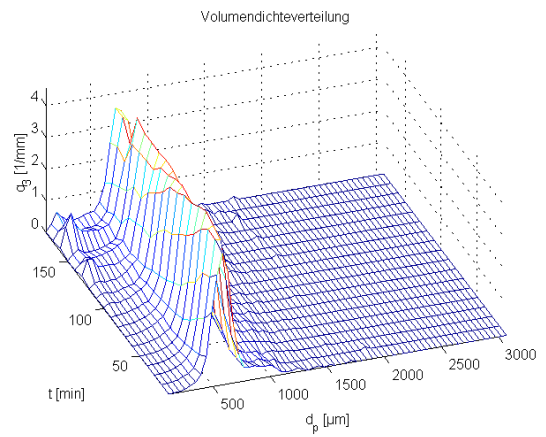
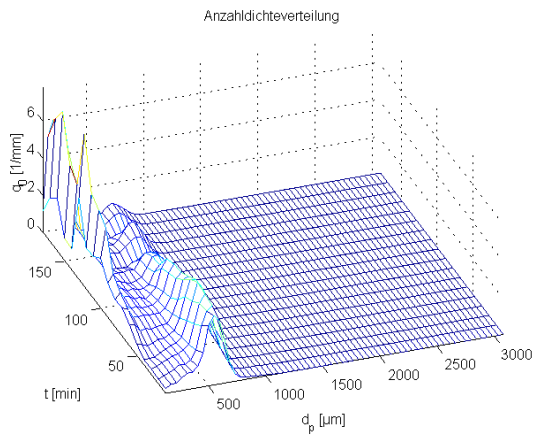
**Versuch 04-02-18/12/2002-B**



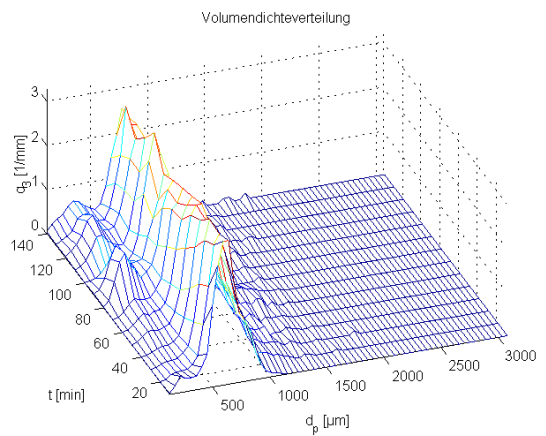
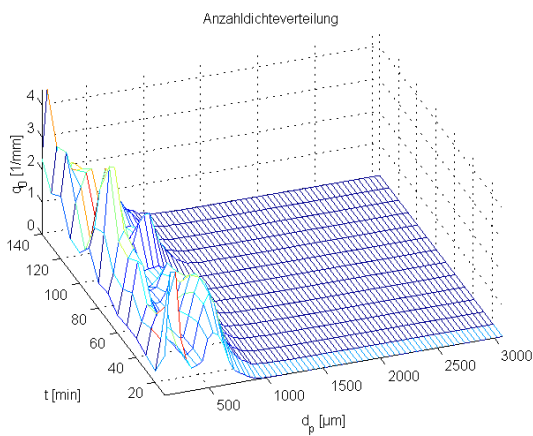
**Versuch 04-02-19/12/2002-A**



**Versuch 04-02-19/12/2002-B**

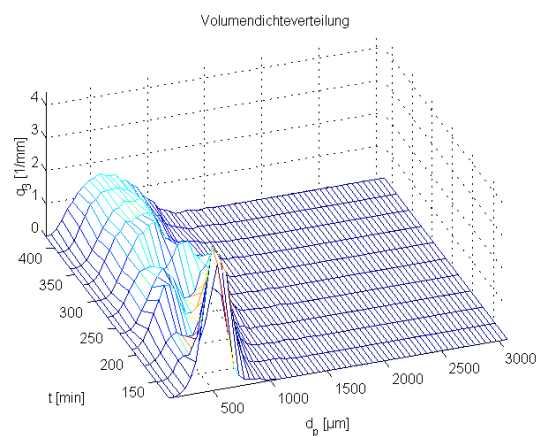
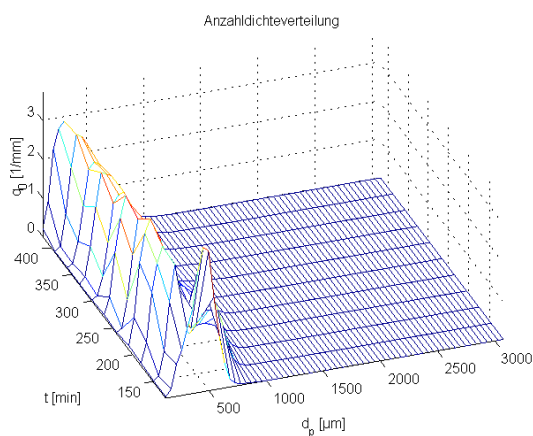


**Versuch 04-02-20/12/2002-A**

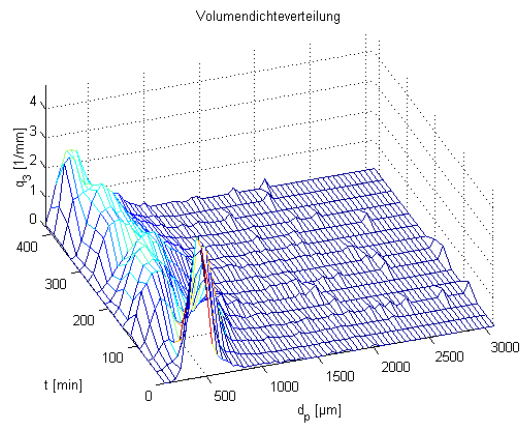
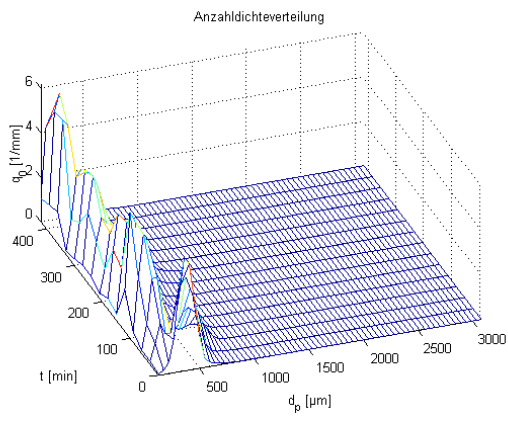


**8.6.3 GF 20 bei kontinuierlicher Prozessführung**

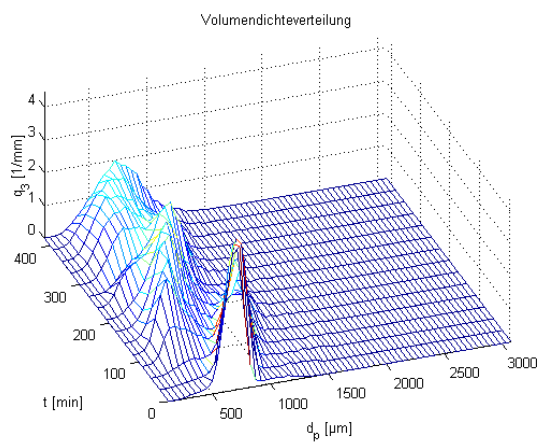
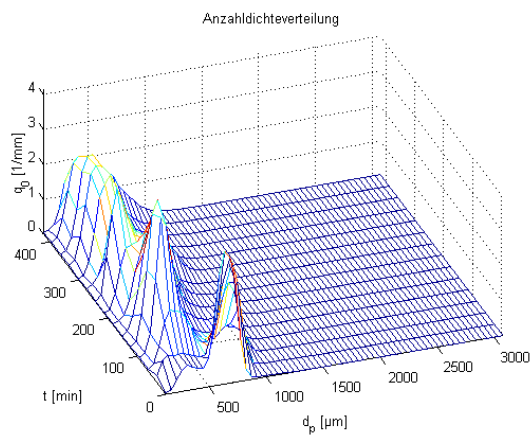
**Versuch 01-02-14/11/2001**



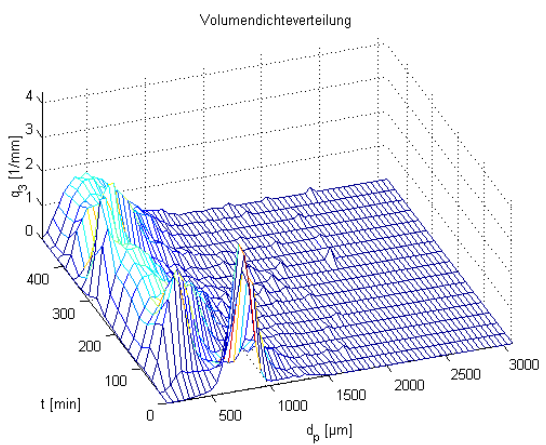
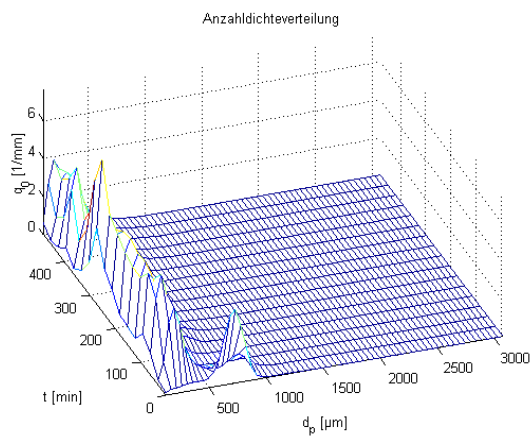
### Versuch 01-02-08/11/2001



### Versuch 01-02-13/11/2001



### Versuch 01-02-06/11/2001



**Versuch 01-02-15/11/2001**

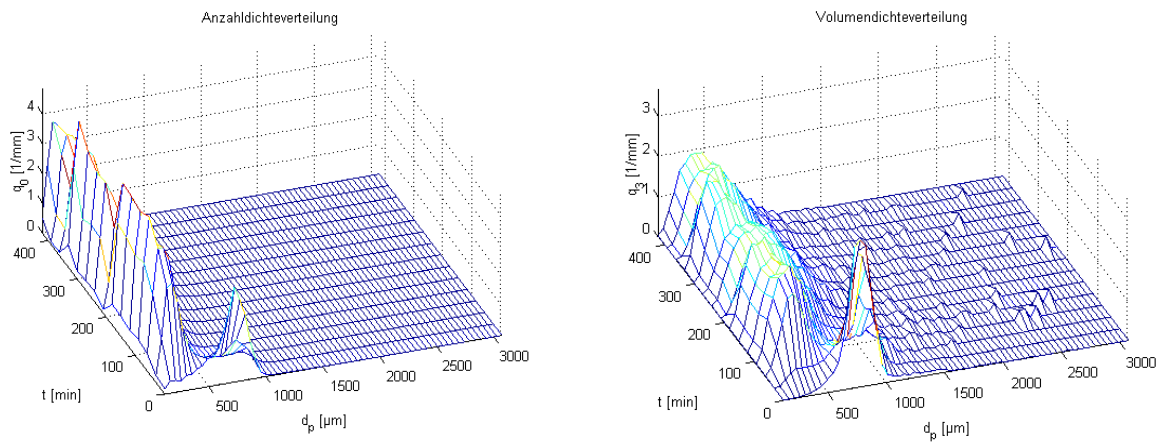
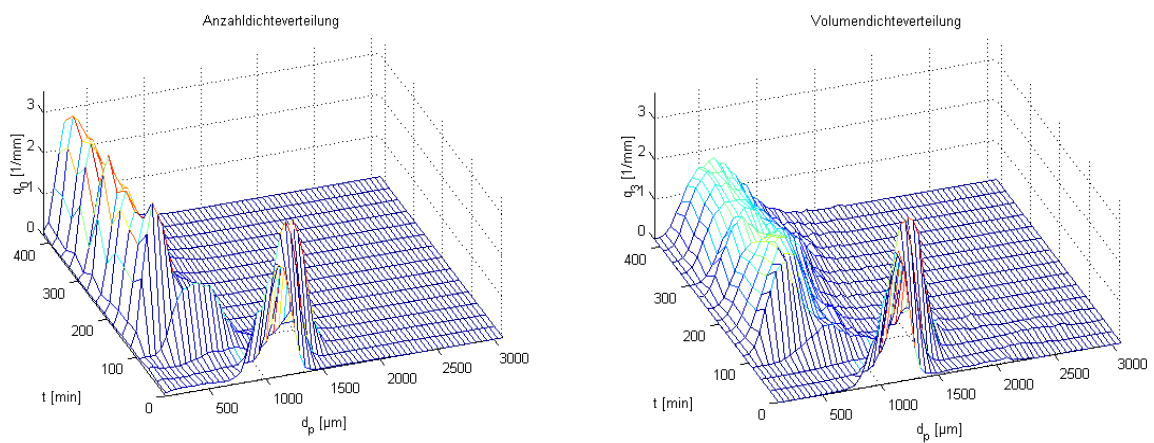


Abbildung 0-1: Entwicklung der Partikelgrößenverteilung für Versuch 01-02-15/11/2001

**Versuch 01-02-12/11/2001**



**Versuch 01-02-07/11/2001**

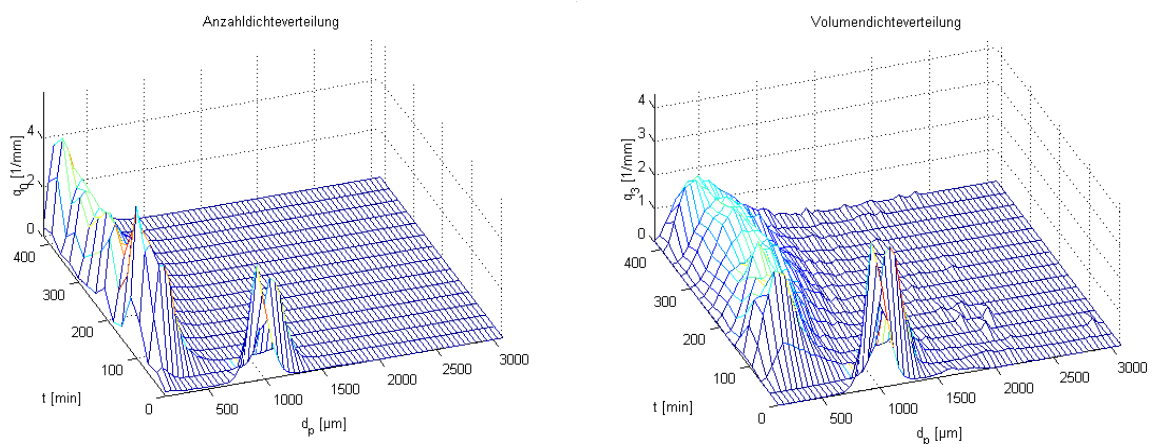
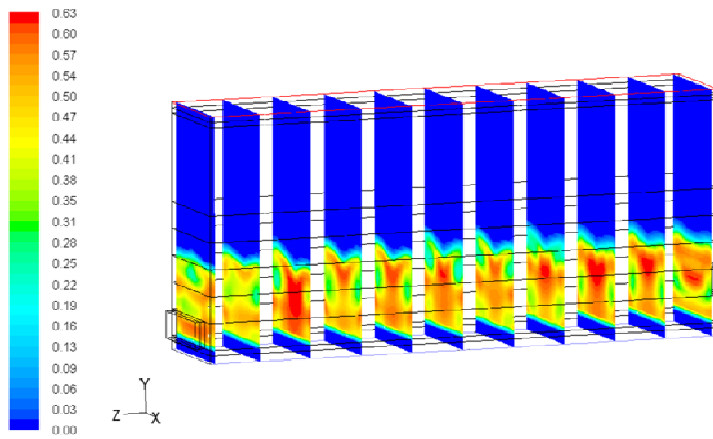


Abbildung 0-2: Partikelgrößenverteilungen Versuch 01-02-07/11/2001

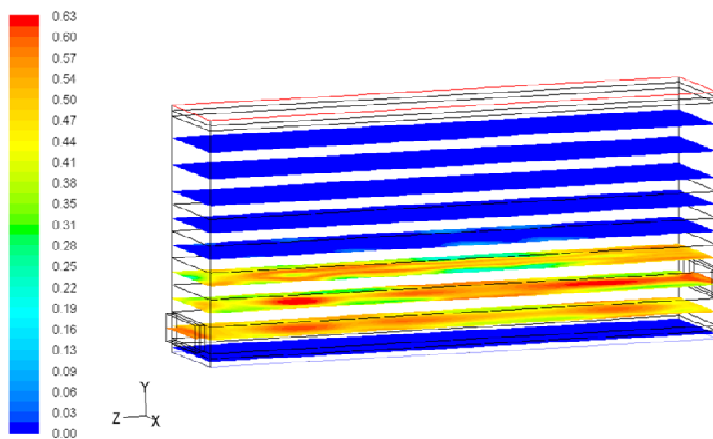
## 8.7 Ergebnisdarstellungen der einzelnen CFD-Simulationen

### 8.7.1 Fluidisierung bei geringer Luftmenge – Simulation „A“

Ergebnisse aus Simulation „A-02“ zum Zeitpunkt  $t=5s$

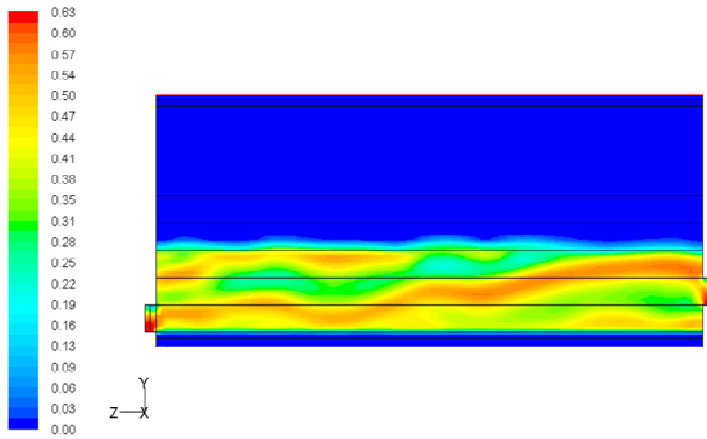


Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

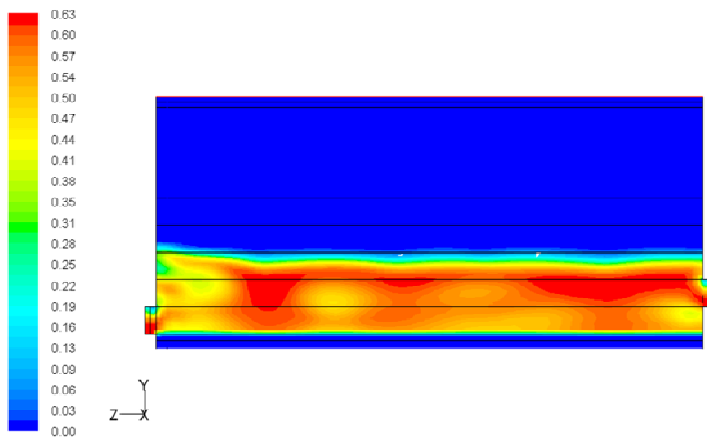


Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

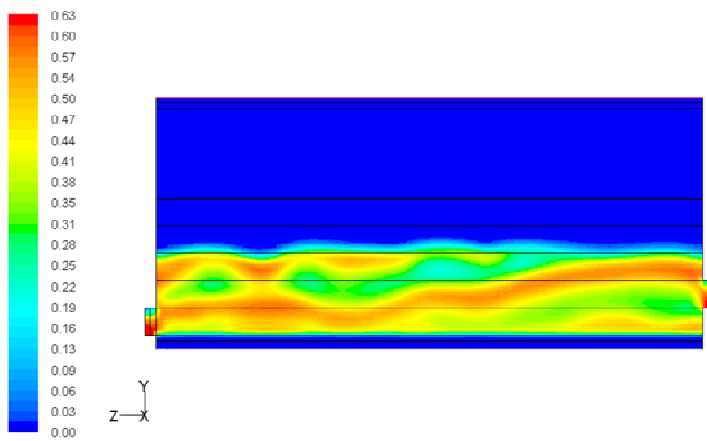




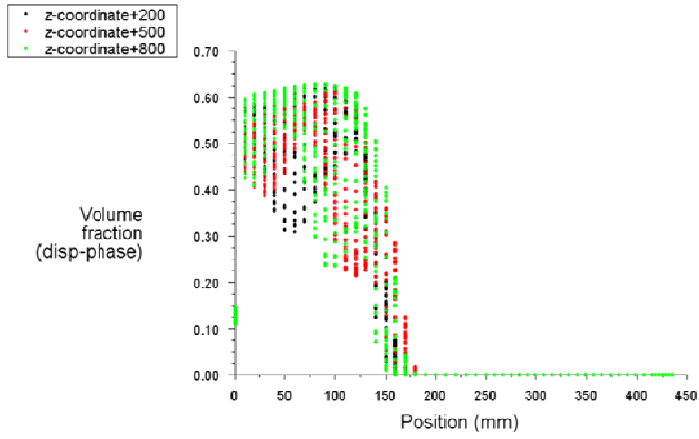
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



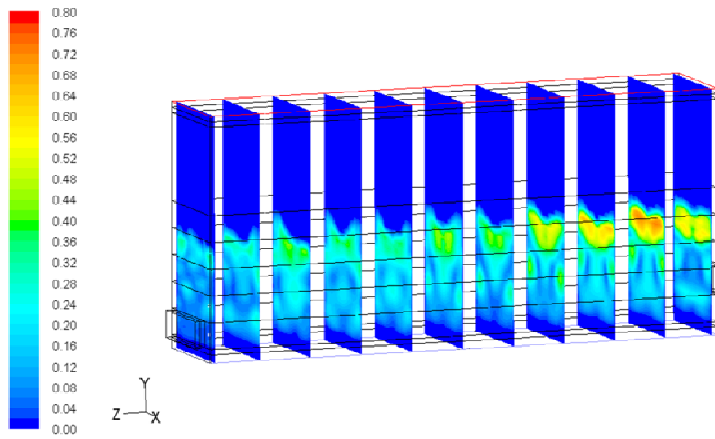
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



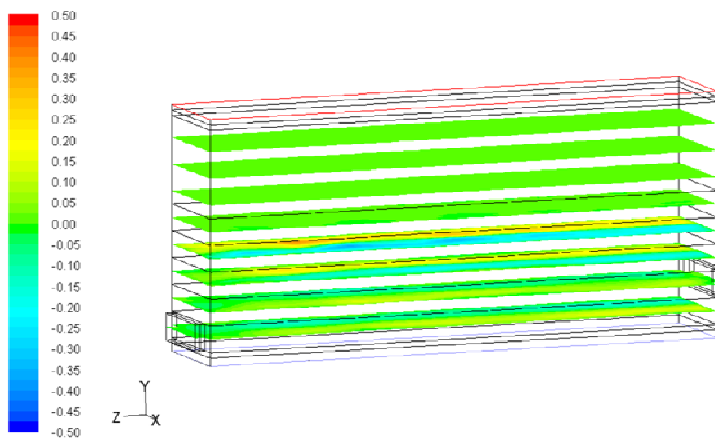
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



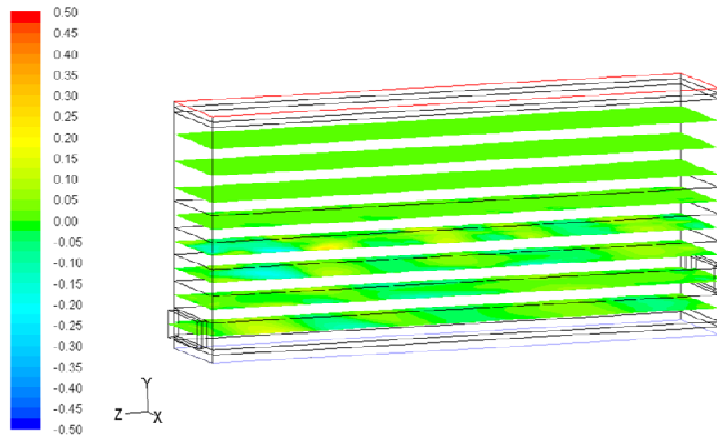
Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



Contours of Velocity Magnitude (disp-phase) (m/s) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

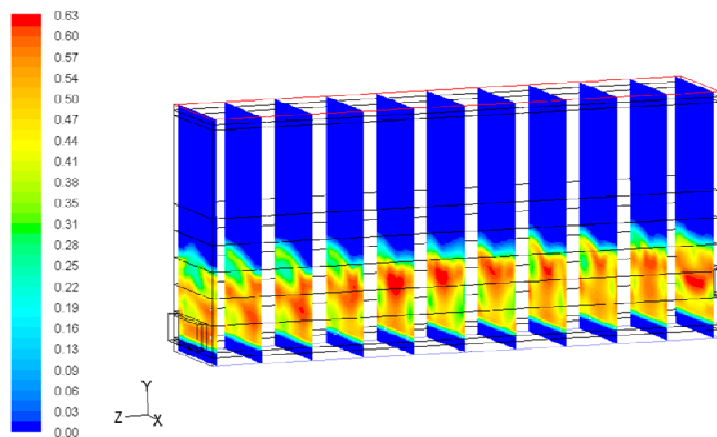


Contours of X Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

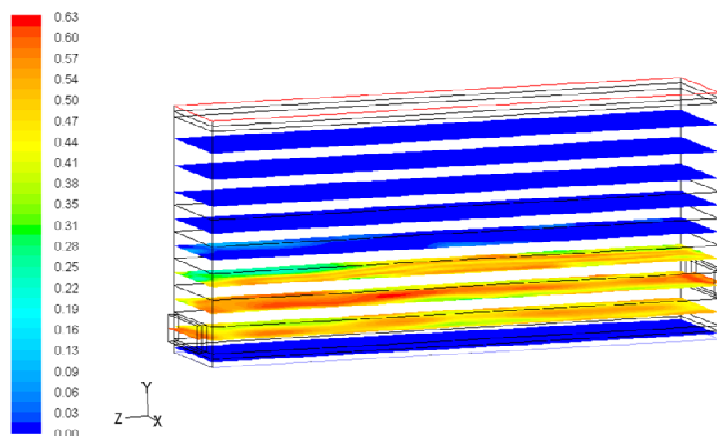


Contours of Z Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

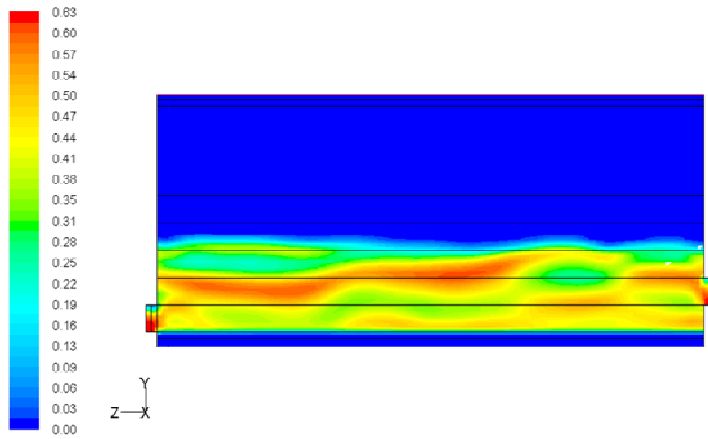
### Ergebnisse aus Simulation „A-02“ zum Zeitpunkt t=10s



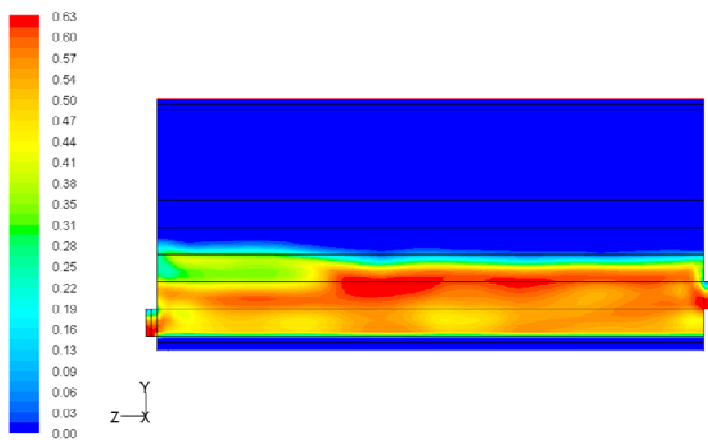
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 23, 2009  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



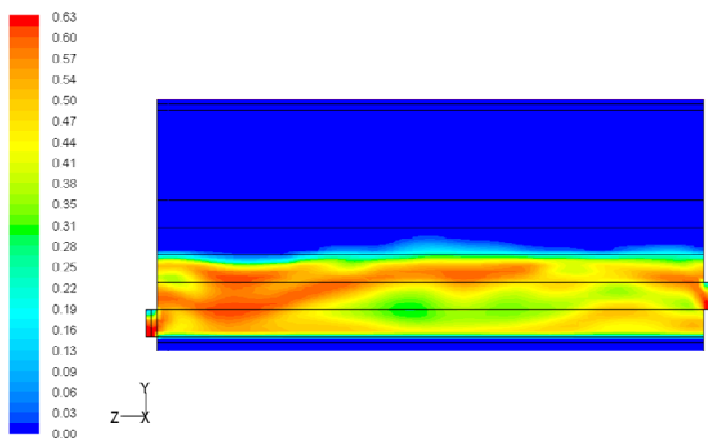
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 23, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



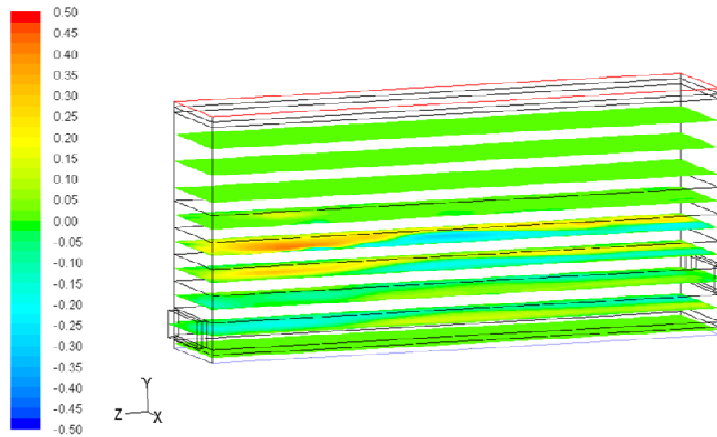
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 23, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



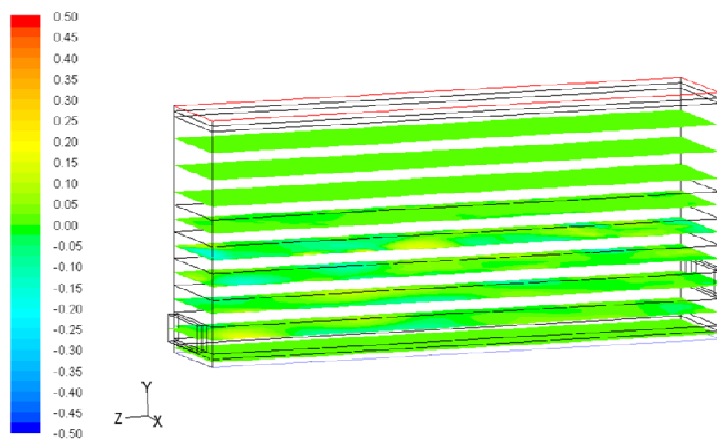
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 23, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 23, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

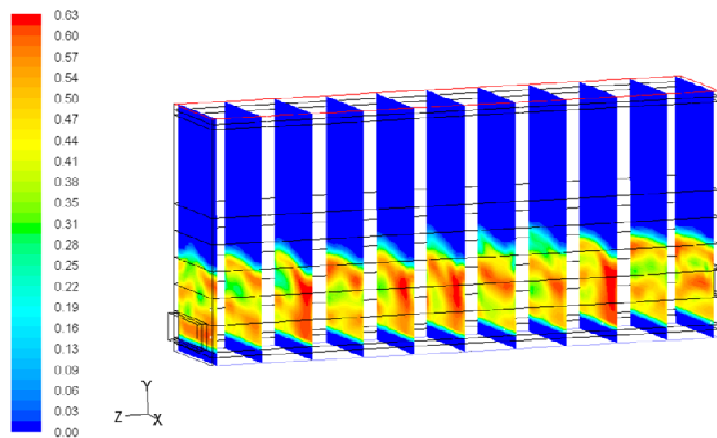


Contours of X Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=1.0000e+01) Nov 23, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

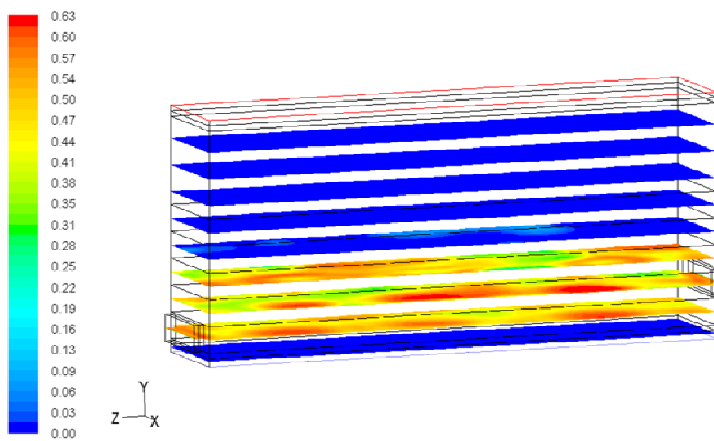


Contours of Z Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=1.0000e+01) Nov 23, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

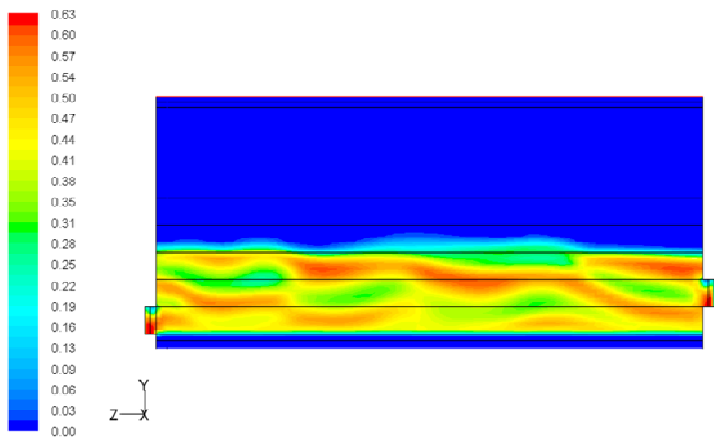
### Ergebnisse aus Simulation „A-03“ zum Zeitpunkt t=60s



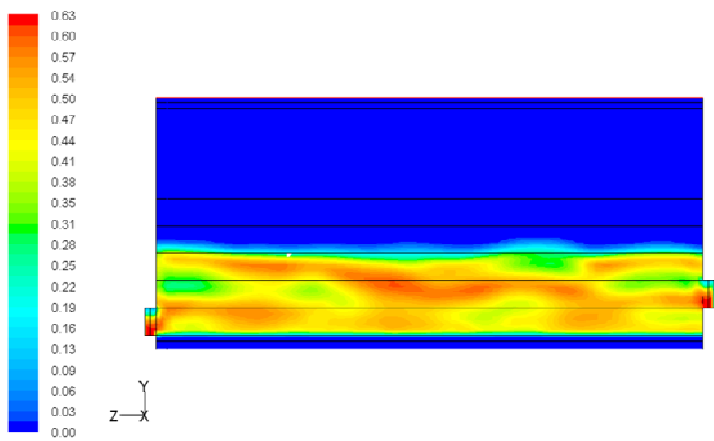
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



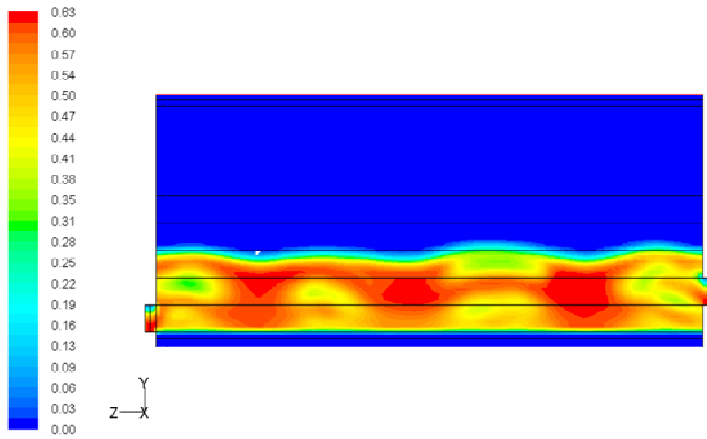
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



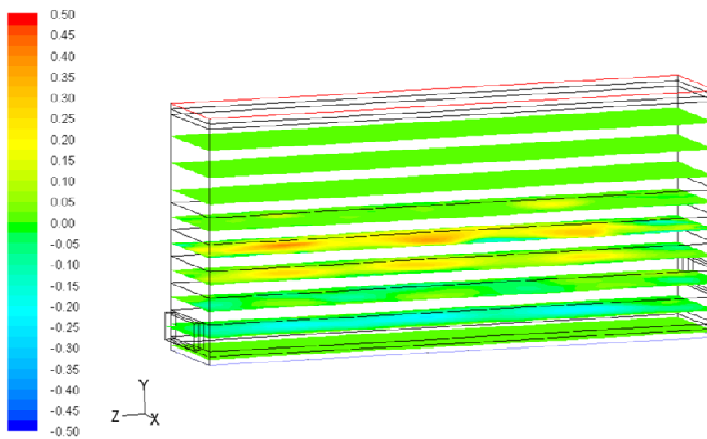
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



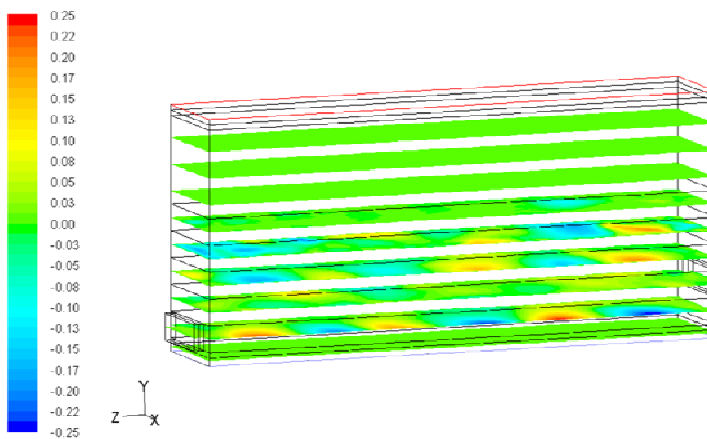
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



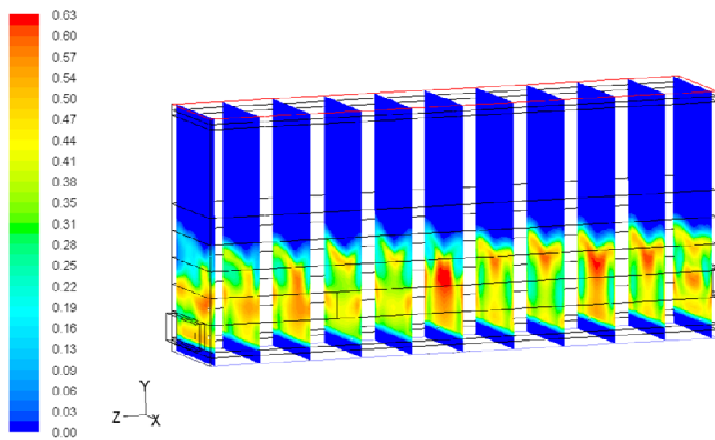
Contours of X Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



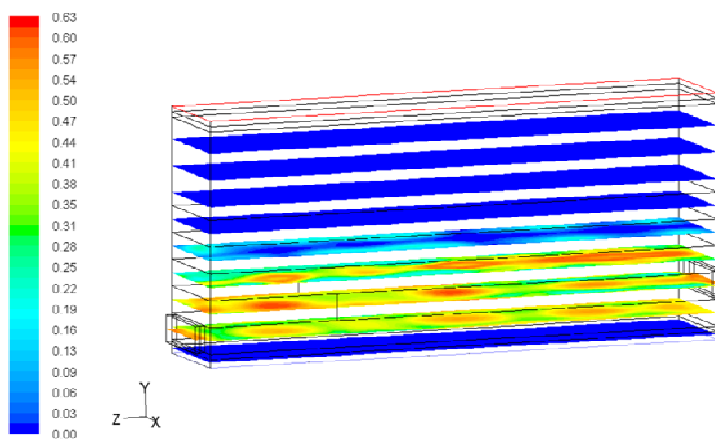
Contours of Z Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=6.0000e+01) Nov 16, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

## 8.7.2 Fluidisierung bei erhöhter Luftmenge – Simulation „B“

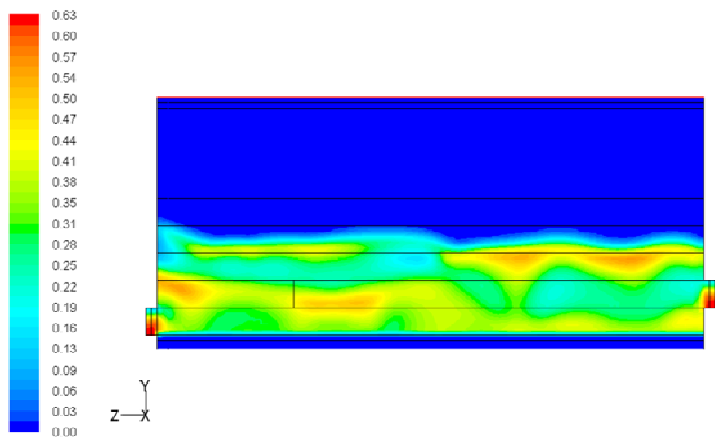
### Ergebnisse aus Simulation „B-02“ zum Zeitpunkt t=5s



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

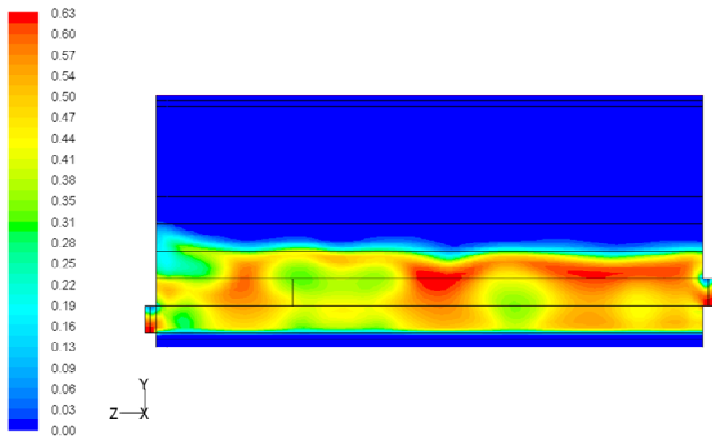


Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

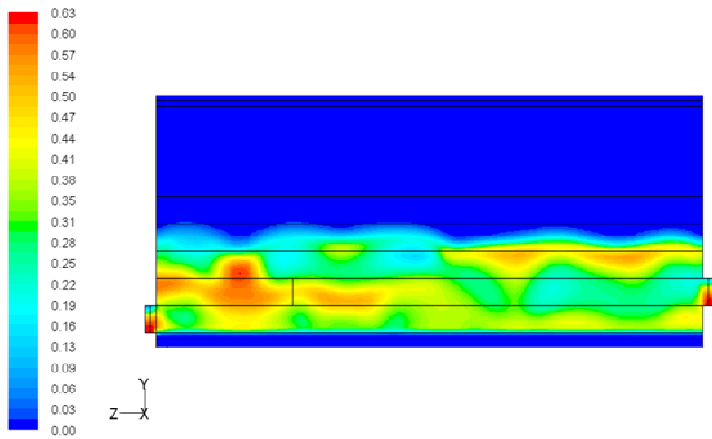


Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
 FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

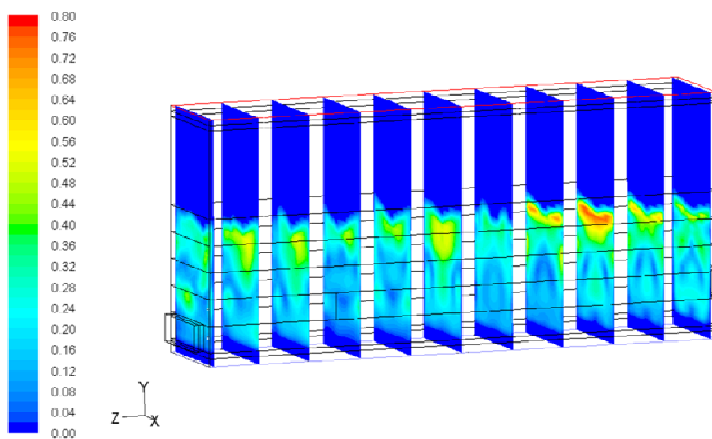




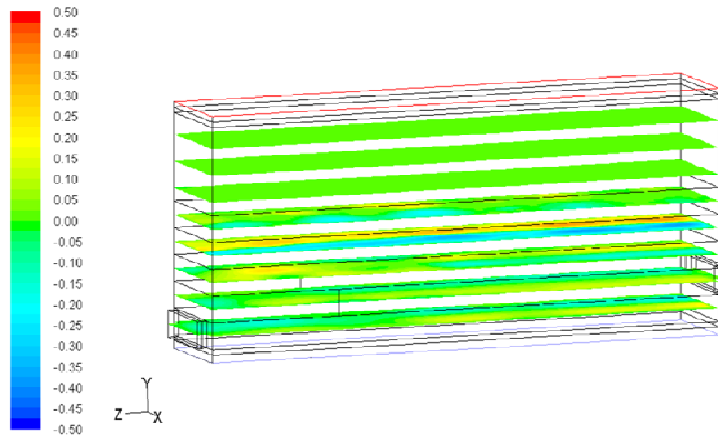
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



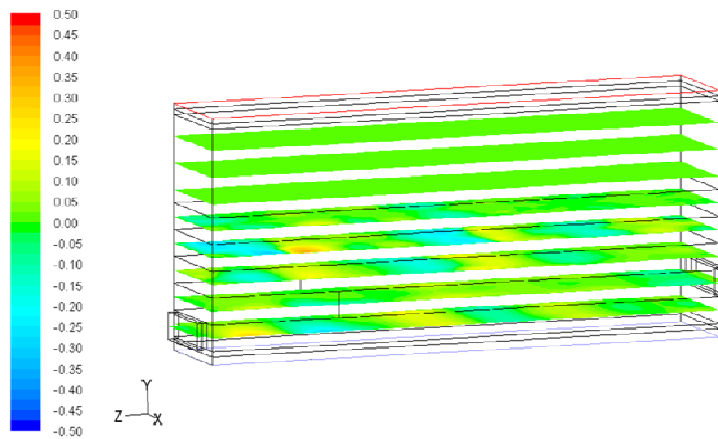
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



Contours of Velocity Magnitude (disp-phase) (m/s) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

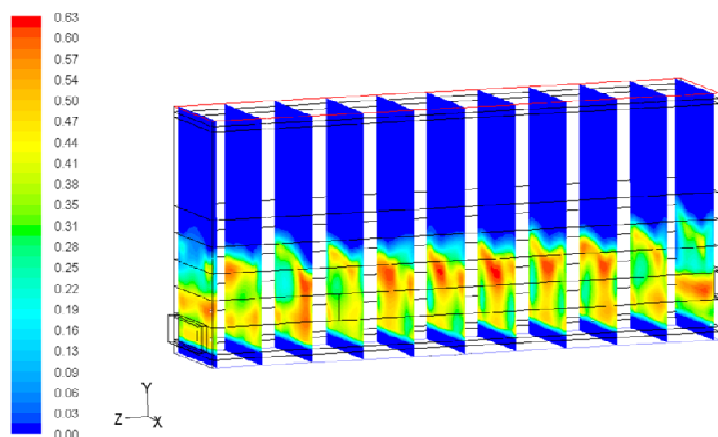


Contours of X Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

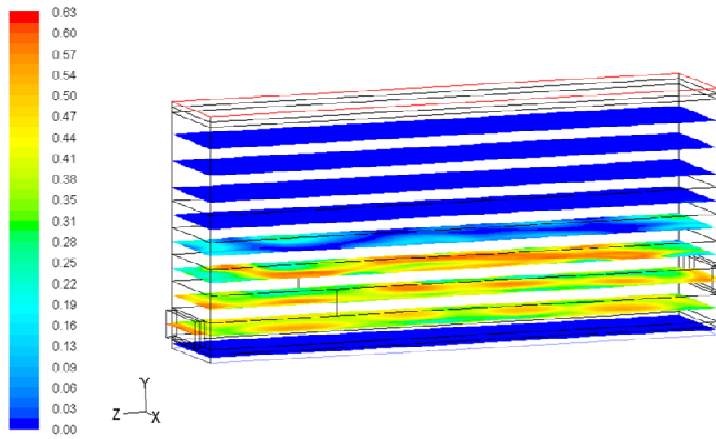


Contours of Z Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=5.0000e+00) Nov 25, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

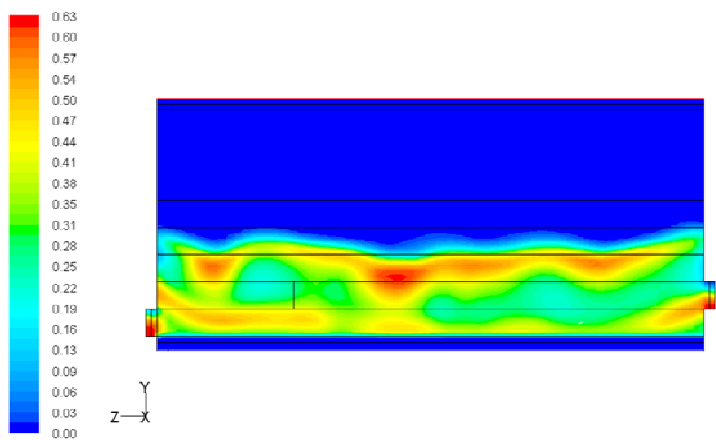
### Ergebnisse aus Simulation „B-02“ zum Zeitpunkt t=10s



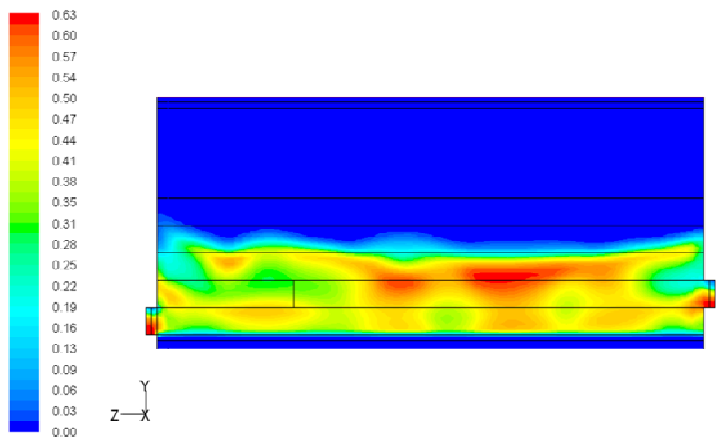
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 17, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



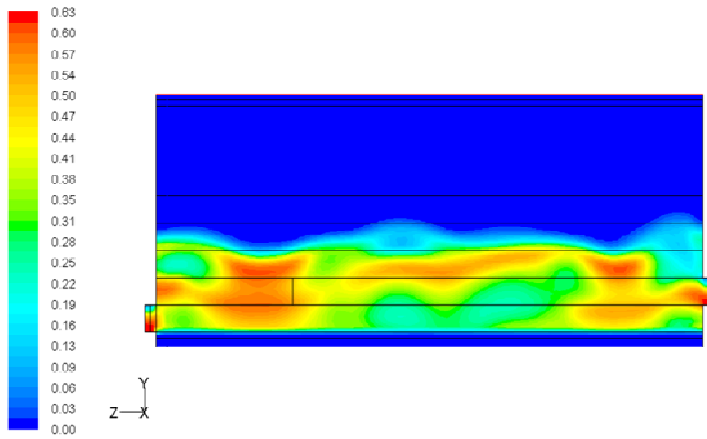
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 17, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



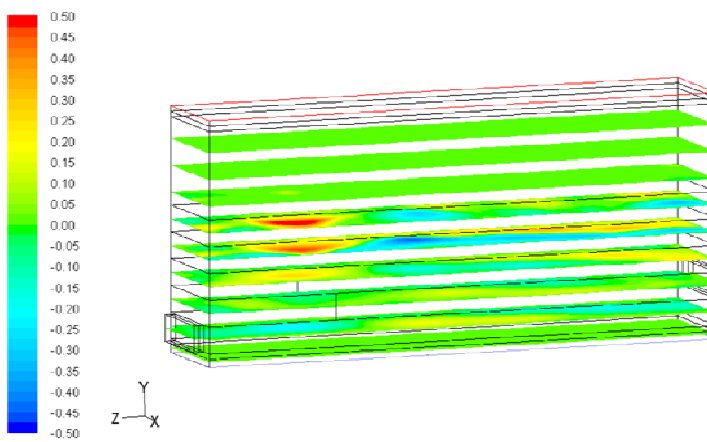
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 17, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



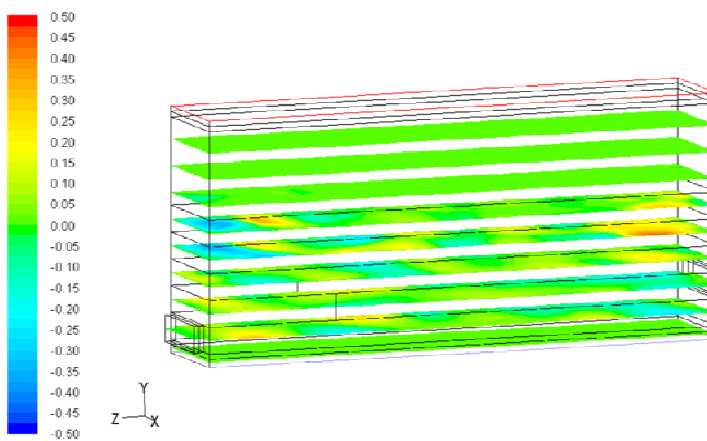
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 17, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=1.0000e+01) Nov 17, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

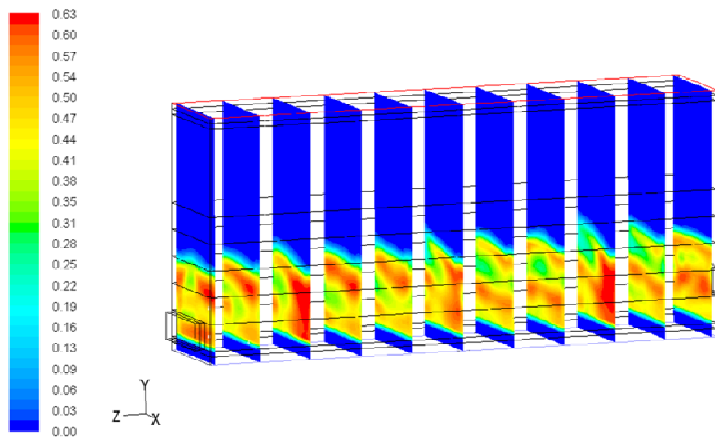


Contours of X Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=1.0000e+01) Nov 17, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

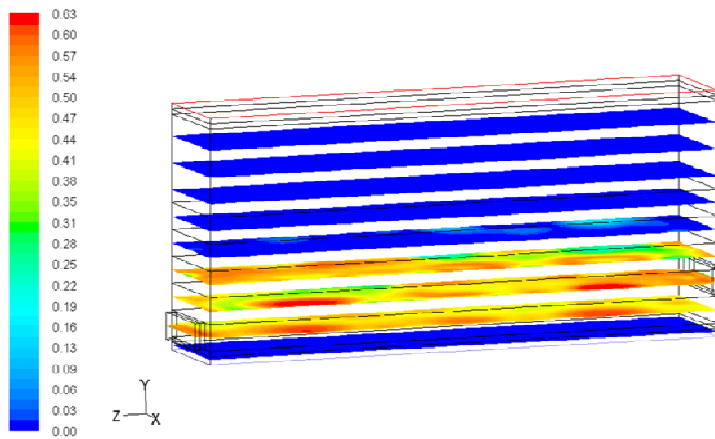


Contours of Z Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=1.0000e+01) Nov 17, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

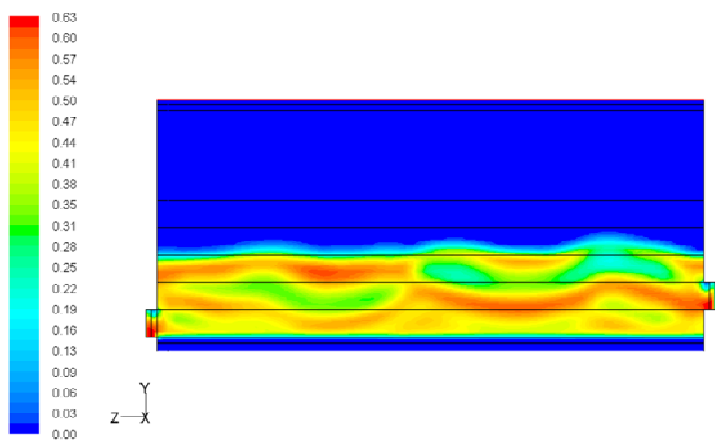
### Ergebnisse aus Simulation „B-03“ zum Zeitpunkt t=60s



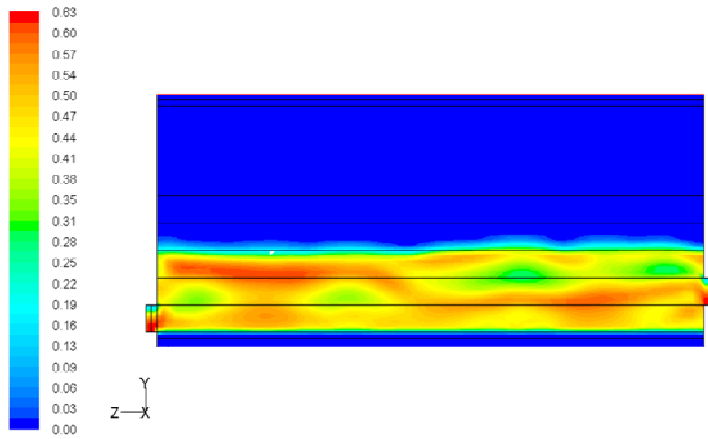
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



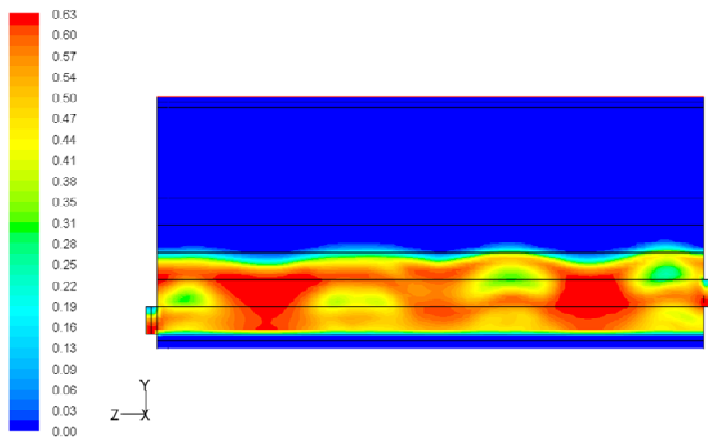
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



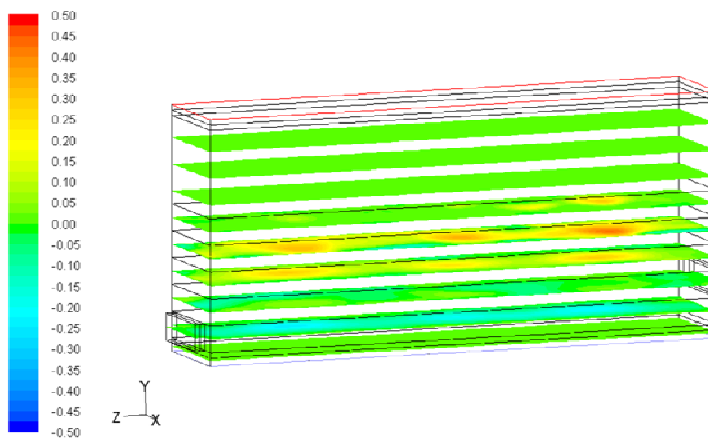
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



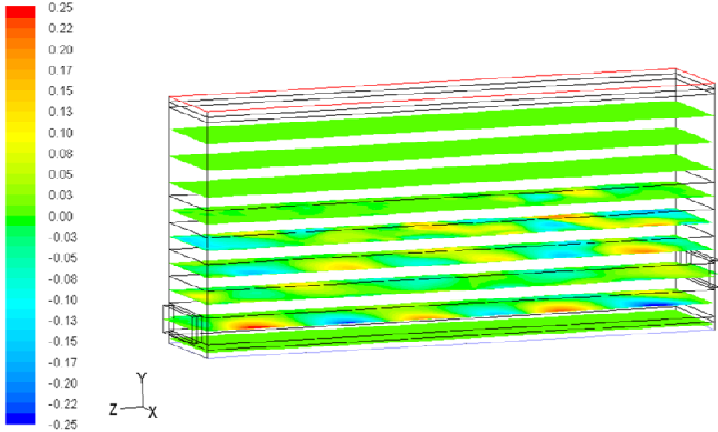
Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



Contours of Volume fraction (disp-phase) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



Contours of X Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)



Contours of Z Velocity (disp-phase) (m/s) (Time=6.0000e+01) Dec 30, 2008  
FLUENT 6.2 (3d, dp, segregated, eulerian, ske, unsteady)

## Lebenslauf

Name	Michael Jacob
Geburtsdatum	29. Juli 1969
Geburtsort	Calbe/Saale
Schulbildung	
1976-1986	POS „Dr. Theodor Neubauer“, Förderstedt
Berufsausbildung	
1986-1989	Berufsausbildung mit Abitur im Chemieanlagenbau Staßfurt zum Maschinen- und Anlagenmonteur / Spezialisierung: Anlagenbau
Wehrdienst	
1989-1990	Grundwehrdienst
Studium	
1990-1995	Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Abschluss: Dipl.-Ingenieur Fachrichtung: Verfahrenstechnik / Thermischer Maschinenbau Spezialisierung: Apparatebau
Berufslaufbahn	
1995-2001	Glatt Ingenieurtechnik GmbH Verfahreningenieur
2001-2007	Glatt Ingenieurtechnik GmbH Leiter Forschung und Entwicklung
seit 2007	Glatt Ingenieurtechnik GmbH Leiter Verfahrenstechnik