

Hochschule Merseburg
Fachbereich Ingenieur- und
Naturwissenschaften



in Zusammenarbeit mit:
IBU-tec advanced materials AG



Masterarbeit

zum Thema:

**„Entwicklung eines Verfahrens zur optimierten
Auswahl von Dosierschnecken“**

Eingereicht von: Catharina Arloth
geboren am 30.07.1989 in Leipzig
Studiengang Chemie- und Umweltingenieurwesen

Zur Erlangung des Grades Master of Engineering (M. Eng.)

unter Betreuung von: Prof. Dr.-Ing. Thomas Martin
Dr. rer. nat. Claudia Hoffmann

Merseburg, 12. März 2018

Inhaltsverzeichnis

Verzeichnis der Formelzeichen	4
Verzeichnis der Abkürzungen	6
1. Einleitung und Motivation	7
2. Wissensstand.....	9
2.1. Klassifizierung nach Jenike	10
2.1.1. Auslegung von Lagerbehältern	10
2.1.2. Ermittlung der Fließfähigkeit von Schüttgütern	12
2.1.3. Vereinfachung nach Hilgraf.....	13
2.2. Klassifizierung nach Hausner	13
2.3. Klassifizierung nach Stempelversuch	14
2.4. Klassifizierung nach Geldart.....	15
2.5. Wissensdefekt	17
3. Lösungsansatz.....	19
4. Methodisches Herangehen	21
4.1. Laborversuche.....	21
4.1.1. Ermittlung der Korngrößenverteilung	21
4.1.2. Ermittlung der Reindichte.....	23
4.1.3. Ermittlung der Schüttdichte.....	24
4.1.4. Ermittlung der Stampfdichte.....	25
4.2. Dosierversuche.....	26
4.3. Stempelversuch.....	31
5. Ergebnisse und Diskussion.....	33
5.1. Beobachtungen bei den Probenahmen	33
5.2. Klassifizierung nach Jenike	34
5.3. Klassifizierung nach Hausner	38
5.4. Ergebnisse des Stempelversuchs	40
5.5. Klassifizierung nach Geldart.....	42
5.6. Ergebnisse aus den Dosierversuchen	44
5.6.1. GLD 87	44
5.6.2. GDU 201	46
5.6.3. Nutzungsgrad der Dosierung.....	49
6. Zusammenfassung.....	51
7. Hinweis auf weiterführende Arbeiten.....	53
8. Literaturverzeichnis	54
9. Abbildungsverzeichnis	57
10. Tabellenverzeichnis	57
11. Formelverzeichnis.....	58
12. Anlagenverzeichnis.....	58

Verzeichnis der Formelzeichen

Formelzeichen	Einheit	Erklärung
a_1	-	Steigung der linearisierten RRSB-Verteilung
a_2	-	Achsenabschnitt der linearisierten RRSB-Verteilung
d	μm	Partikeldurchmesser
$d_i; d_{i+1}$	μm	Grenzdurchmesser einer Partikelgrößenklasse
\bar{d}_i	μm	mittlerer Durchmesser einer Partikelgrößenklasse
\bar{d}_3	μm	mittlerer Partikeldurchmesser
d'_s	μm	Lageparameter der RRSB-Verteilung = Partikeldurchmesser bei einer Rückstandssumme von 36,8 Gew. %
f_C	N m^{-2}	Schüttgutfestigkeit
ff	-	Fließfaktor
k	-	Schneckenkonstante
\dot{m}	kg h^{-1}	Massenstrom des Schüttguts
m_{DV}	kg	dosierte Masse beim Dosierversuch
\dot{m}_{DV}	kg h^{-1}	Massenstrom des Schüttguts beim Dosierversuch
m_L	g	Masse der Flüssigkeit über dem Schüttgut im Pyknometer
m_{SS}	g	Masse des Schüttguts zur Ermittlung der Schüttdichte
m_{ST}	g	Masse des Schüttguts zur Ermittlung der Stampfdichte
m_1	g	Masse des Schüttguts im Pyknometer
m_2	g	Masse der Flüssigkeit im Pyknometer
m_3	g	Masse von Schüttgut und Flüssigkeit im Pyknometer
n	-	Gleichmäßigkeitsparameter der RRSB-Verteilung
s	mm	Ganghöhe der Schnecke
t_{DV}	s	Dosierzeit beim Dosierversuch
v_{ax}	m s^{-1}	Axialgeschwindigkeit des Schüttguts
w_i	-	Massenanteil der Partikelgrößenklasse
A_f	mm^2	freie Querschnittsfläche
$A_{f,w}$	mm^2	effektiver Transportquerschnitt
D_0	mm	Dosierrohrinnendurchmesser
D_1	mm	Wendelaußendurchmesser
D_2	mm	Wendelinnendurchmesser
D_3	mm	Kerndurchmesser
D_w	mm	wirksamer Durchmesser des Schüttguttransportbereiches
FF	-	Wert der Fließfunktion
N	s^{-1}	Schneckendrehzahl

Formelzeichen	Einheit	Erklärung
R	-	relative Rückstandssumme
R_H	-	Hausner-Zahl
SW	°	Standardabweichung des Stempelwinkels
\dot{V}	$\text{m}^3 \text{h}^{-1}$	Volumenstrom des Schüttguts
\dot{V}_{DV}	$\text{m}^3 \text{h}^{-1}$	Volumenstroms des Schüttguts beim Dosiersversuch
V_L	ml	Volumen der Flüssigkeit über dem Schüttgut im Pyknometer
V_{Pyk}	ml	Volumen des Pyknometers
V_S	ml	Volumen des Schüttguts im Pyknometer
V_{SS}	ml	Volumen des Schüttguts zur Ermittlung der Schüttdichte
V_{ST}	ml	Volumen des Schüttguts zur Ermittlung der Stampfdichte
α	°	Stempelwinkel
ϵ	-	Füllgradfaktor aufgrund der Schneckenneigung
η	-	Nutzungsgrad der Schnecke
θ	°	Neigungswinkel der Trichterwand gegen die Vertikale
ρ_F	kg m^{-3}	Fluidichte
ρ_L	kg m^{-3}	Dichte der Messflüssigkeit im Pyknometer
ρ_S	kg m^{-3}	Feststoffdichte des Schüttguts = Partikeldichte
ρ_{SB}	kg m^{-3}	Schüttgutedichte
ρ_{SS}	kg m^{-3}	Schüttdichte
ρ_{ST}	kg m^{-3}	Stampfdichte
σ_1	N m^{-2}	größte Hauptspannung = maßgebende Verfestigungsspannung
$\bar{\sigma}_1$	N m^{-2}	Spannung in einer Schüttgutbrücke
φ	-	Füllungsgrad der Schnecke
φ_e	°	effektiver Reibungswinkel
φ_w	°	Wandreibungswinkel

Verzeichnis der Abkürzungen

Abkürzung	Erklärung
DIN	Deutsches Institut für Normung
EN	Europäischen Norm
GLD 87, GDU 201	Typenbezeichnungen von Dosiergeräten der Firma „Gericke GmbH“
ISO	Internationale Organisation für Normung (von griechisch isos = gleich)
RRSB	Rosin, Rammler, Sperling und Bennett
RWMK	Rundwendel mit Kern
RWOK	Rundwendel ohne Kern
VBS	Vollblattschnecke
VDI	Verein Deutscher Ingenieure
VWMK	Vierkantwendel mit Kern
VWMKMP	Vierkantwendel mit Kern und Plättchen
VWOK	Vierkantwendel ohne Kern

1. Einleitung und Motivation

Schüttgüter werden in der chemischen Industrie in den verschiedensten Prozessen hergestellt und verarbeitet. Dabei ist eine genaue Dosierung der Schüttgüter besonders wichtig, da diese ein wichtiger Einflussfaktor für die Verweilzeit des Gutes in einem Reaktor darstellt. Somit kann zum Beispiel über die Einstellung der Füllhöhe eines Drehrohrofens ein ausreichend guter Phasenkontakt und eine geeignete Wärmeübertragung gewährleistet werden. Bei verarbeitenden Anlagen wird einmalig eine geeignete Dosierschnecke zur Schüttgutdosierung ausgewählt, um den gewünschten Massenstrom in die Anlage zu fördern. Bei einem Dienstleistungsunternehmen ist dies jedoch nicht möglich. So werden an der „IBU-tec advanced materials AG“ Versuche und Produktionen in Drehrohröfen und Pulsationsreaktoren durchgeführt. Dabei wechseln die Kundenprojekte stetig, sodass die Anlagen mit verschiedensten Materialien gefahren werden. Dafür müssen die Dosierschnecken an die zu verarbeitenden Materialien angepasst werden, da diese sich nicht nur in der chemischen Zusammensetzung unterscheiden, sondern vor allem in ihrem Fließverhalten. Selbst chemisch identische Schüttgüter können ein unterschiedliches Fließverhalten aufweisen, da sie zum Beispiel eine andere mittlere Korngröße, Korngrößenverteilung, Kornstruktur oder Feuchtigkeit aufweisen. Somit sind verschiedenste Dosierschnecken für eine optimale Dosierung notwendig. Sollte allerdings in einem Dienstleistungsunternehmen eine neue Dosierschnecke für jedes zu verarbeitende Schüttgut ausgelegt und erstanden werden, würde dies zusätzliche Anschaffungs- sowie Lagerkosten bedeuten. Somit liegt bei der „IBU-tec advanced materials AG“ ein Portfolio an Dosierschnecken vor, aus dem jeweils eine geeignete verwendet werden kann.

Zurzeit ist kein geeignetes Verfahren bekannt, um für ein Schüttgut und den gewünschten Massenstrom eine geeignete Dosierschnecke auszuwählen. Bislang erfolgte dies nach grober Abschätzung anhand der Erfahrungswerte der Mitarbeiter. Dies birgt jedoch das Risiko von Fehleinschätzungen, die dazu führen können, dass der gewünschte Massenstrom mit der gewählten Dosierschnecke nicht erreicht werden oder das Schüttgut gar nicht gefördert werden kann. Dadurch muss das Dosiergerät eventuell per Hand entleert und umgerüstet werden. Dies ist mit langen Stillstandzeiten der Anlage und damit zusätzlichen Projektkosten verbunden.

Um das Risiko von Fehleinschätzungen zu verringern soll ein Verfahren entwickelt werden, dass die Auswahl von Dosierschnecken optimiert, sodass eine sofortige Auswahl des besten an der der „IBU-tec“ vorhandenen Dosierelements erfolgen kann. Dies soll auf Basis der Schüttgutklassifizierung, der Entwicklung einer dimensionslosen Kennzahl und von Dosierversuchen erreicht werden.

Dafür sollen mittels Literaturrecherche charakteristische Eigenschaften von Schüttgütern identifiziert sowie geeignete Untersuchungsmethoden zur Klassifizierung der

Schüttgüter ermittelt werden. Anschließend sollen diese Klassifizierungsmethoden an repräsentativen Schüttgütern durchgeführt werden. Es soll eine dimensionslose Kennzahl entwickelt werden, die eine Verknüpfung von Schüttguteigenschaften mit dem Dosierverhalten in Schnecken ermöglicht. Die Kennzahl soll im Anschluss anhand von Dosierversuchen an zwei Dosiergeräten ermittelt werden, wobei unterschiedliche Dosierschnecken und -wendel eingesetzt werden und die Drehzahl dieser variiert. Anhand der erhaltenen Ergebnisse soll abschließend ein Verfahren zur optimierten Auswahl von Dosierschnecken abgeleitet werden.

2. Wissensstand

Schüttgüter stellen ein disperses System aus Feststoffpartikeln als disperse Phase und der umgebenden Luft als kontinuierliche Phase dar. Dazu zählen unter anderem Katalysatoren bzw. deren Trägermaterialien, Aktivkohlepellets, Tabletten, Sand, Zement und viele weitere Pulver. Um das Dosierverhalten von Schüttgütern einschätzen zu können, ist es notwendig, die Vorgänge, die im Dosiersystem stattfinden, zu kennen. Die für die Ermittlung der Eigenschaften des zu dosierenden Schüttguts zu verwendenden Untersuchungsmethoden müssen auf den Zustand, in dem sich das Schüttgut während der Dosierung befindet, abgestimmt sein.

Die Dosiersysteme bestehen aus zwei Haupteinheiten – dem Dosierbehälter und der Dosierschnecke. Somit müssen auch bei der Beurteilung des Dosierverhaltens zwei Aspekte beachtet werden. Zum einen muss eingeschätzt werden, wie sich das Schüttgut im Dosierbehälter verhält, d.h. ob bzw. wie gut das Schüttgut zur Dosierschnecke gelangt. Dabei können Schächte oder Brücken ein Ausfließen des Schüttguts verhindern. Zum anderen muss untersucht werden, wie sich das Schüttgut in der Dosierschnecke verhält. So kann sich beispielsweise ein Schüttgut durch die Schubwirkung der Schnecke und der entgegenwirkenden Reibung im Dosierrohr so stark verdichten, dass es genügend Kraft entwickelt, das Dosiersystem durch Verstopfen zu blockieren.

Das Verhalten eines Schüttguts ist auf die vorhandenen Kräfte zwischen den einzelnen Partikeln zurückzuführen [1]. Dazu zählen unter anderem Van-der-Waals-Kräfte, elektrostatische Kräfte, Flüssigkeitsbrücken und formschlüssige Bindungen. Die Betrachtung der Schüttgüter auf partikulärer Ebene ist jedoch sehr komplex, weshalb bei der Beurteilung des Fließverhaltens der Schüttgüter diese als ein Kontinuum angesehen werden. Dabei zeigt sich ein komplexeres Verhalten als Newton'sche Flüssigkeiten, Hooke'sche Festkörper oder Gase. Sie nehmen eine Art Zwischenstellung ein. Sie übertragen geringe Zugspannungen und können im Ruhezustand Druck- und Schubspannungen weitergeben wie Festkörper. Auch können kohäsive Schüttgüter unter Druck verdichtet werden wie Gase. Zusätzlich können sie unter der Einwirkung von genügend großen Schubspannungen ähnlich wie Flüssigkeiten fließen [2]. Aufgrund dessen liegt das theoretische Spannungsverhältnis von Schüttgütern von Horizontal- und Vertikaldruck zwischen denen von Feststoffen (null) und Flüssigkeiten (eins). Das sogenannte Horizontallastverhältnis liegt für Schüttgüter typischerweise zwischen 0,3 und 0,6 [3].

Angesichts der beschriebenen Komplexität des Verhaltens von Schüttgütern existieren verschiedenste Methoden zur Beurteilung dessen. Die in dieser Arbeit verwendeten sind nachfolgend aufgeführt. Jenike [4] beurteilt die Fließfähigkeit danach, wie hoch die im Schüttgut wirkende mechanische Spannung sein muss, damit es beginnt zu fließen. Nach Hausner ist ein Schüttgut umso fließfähiger, je

weniger sich ein locker aufgeschüttetes Schüttgut durch Bewegung komprimieren lässt. Mittels des Stemperversuchs soll ermittelt werden, ob ein Schüttgut zur Bildung eines Schachtes über der Dosierschnecke neigt. Geldart [5], [6] betrachtet das Verhalten von fluidisierten Schüttgütern in Wirbelschichten, um diese in vier Gruppen zu kategorisieren.

2.1. Klassifizierung nach Jenike

Die Klassifizierung nach Jenike dient der Auslegung von Lagerbehältern von Schüttgütern wie Silos [7] sowie der Beschreibung der Fließfähigkeit von Schüttgütern. Jenike [4] betrachtet zwei Möglichkeiten, aufgrund deren ein Schüttgut am Fließen gehindert werden kann – Brücken- und Schachtbildung. Wird ein Behälter so konstruiert, dass keines von beiden auftreten kann, so stellt sich ein zufriedenstellendes Fließverhalten ein.

2.1.1. Auslegung von Lagerbehältern

Schächte können entstehen, wenn ein Schüttgut beim Entleeren aus einem Behälter nicht gleichmäßig fließt. Dies ist der Fall, wenn die Trichterwände zu flach oder zu rau sind, sodass das Schüttgut zunächst nur im Kern und nicht an der Wand fließt. Beim Entleeren bildet sich ein Trichter, in dem das Material von der Wand zum Kern nachfließt. Hat der Trichter die Auslauföffnung erreicht, bleiben tote Zonen an Material zurück, die das aktive Behältervolumen verringern. Bei zu kleinen Auslauföffnungen kann zusätzlich ein stabiler Schacht gebildet werden.

Fließt das gesamte Schüttgut gleichmäßig, liegt Massenfluss vor. Dabei ist der Massenstrom weitgehend konstant, die Gefahr des Schießens (des ungehinderten Ausfließens) von Material ist vermindert und es wird zuerst das Schüttgut ausgetragen, das zuerst in den Behälter gelangte. Jedoch kann sich bei einer zu geringen Auslauföffnung eine stabile Schüttgutbrücke bilden, die ein weiteres fließen verhindert. [8]

Ob Kern- oder Massenfluss vorhanden ist, ist vom Neigungswinkel der Trichterwand gegen die Vertikale θ , dem Wandreibungswinkel φ_w und dem effektiven Reibungswinkel φ_e abhängig. [4], [8]

Bei kohäsiven Schüttgütern muss zusätzlich die Bildung von stabilen Schüttgutbrücken vermieden werden. Dabei sind drei Spannungen für die Bildung einer Brücke entscheidend:

- die größte Hauptspannung σ_1 als maßgebende Verfestigungsspannung
- die Schüttgutfestigkeit f_C
- die Spannung $\bar{\sigma}_1$, die in einer Brücke vorherrscht

Die Schüttgutfestigkeit f_c stellt die Festigkeit einer vorhandenen Brücke dar. Sie ist von der Verfestigungsspannung σ_1 abhängig und kann anhand von Scherversuchen experimentell bestimmt werden. Dieser Zusammenhang wird Fließfunktion FF genannt. Die Spannung $\bar{\sigma}_1$ kann anhand des Gewichts der Schüttung, der Wandreibungsverhältnisse, der Wandneigung und der Brückenspannweite berechnet werden. Da die Brückenspannweite im Trichter eines Behälters linear abnimmt, nimmt auch die Spannung $\bar{\sigma}_1$ linear ab. Auch die größte Hauptspannung σ_1 ist proportional zum Trichterdurchmesser und würde in einer gedachten Trichterspitze den Wert „Null“ betragen. Somit kann ein Fließfaktor ff zwischen der Verfestigungsspannung und der Spannung in der Brücke gebildet werden.

$$ff = \frac{\sigma_1}{\bar{\sigma}_1} \quad (2.1)$$

Durch die Bildung des Fließfaktors wurde der Einfluss des auf der Brücke aufliegenden Gewichtes eliminiert, sodass dieser in Abhängigkeit des effektiven Reibungswinkels φ_e des Schüttguts, des Wandreibungswinkels φ_w zwischen Schüttgut und Trichterwand und der Wandneigung gegenüber der Vertikalen θ in Diagrammen wie bei Jenike [4] aufgetragen werden kann. Die ersten beiden Werte werden wie die Fließfunktion FF aus Scherversuchen gewonnen. Dabei ist der effektive Reibungswinkels φ_e rein vom Schüttgut abhängig, während der Wandreibungswinkels φ_w auch vom Wandmaterial und der Wandrauigkeit beeinflusst wird. Der Wandneigungswinkel θ ist dagegen rein konstruktionsbedingt.

Eine Schüttgutbrücke kann aufrechterhalten werden, solange die Auflagerspannung $\bar{\sigma}_1$ geringer ist als die Schüttgutfestigkeit f_c . Das bedeutet, dass das Material zu fließen beginnt, sobald die Auflagerspannung die Schüttgutfestigkeit erreicht. In Abbildung 2.1 ist die Fließfunktion FF eines Schüttguts im Vergleich zu unterschiedlichen Fließfaktoren ff dargestellt. Wird z.B. durch das Schüttgut und den Behälter ein Fließfaktor ff von „2“ erreicht, kann das Schüttgut nur fließen, wenn die Verdichtungsspannung σ_1 mindestens so groß ist, wie beim Schnittpunkt zwischen FF und $ff = 2$, da nur hier die Auflagerspannung $\bar{\sigma}_1$ höher bzw. genau so groß ist wie die Schüttgutfestigkeit f_c . Dadurch, dass die Verdichtungsspannung bis zur gedachten Trichterspitze auf „Null“ sinkt, kann anhand des Abstands zur Spitze der minimale Durchmesser der Auslauföffnung ermittelt werden, der ein ungehindertes Ausfließen gewährleistet. Eine ähnliche Vorgehensweise wie für die Brückenbildung wird bei der Schachtbildung vorgenommen. Zu beachten ist, dass bei der hier beschriebenen Auslegung das Schüttgut als stetig fließend angenommen wurde. Wird dagegen für eine längere Zeit kein Schüttgut aus dem Behälter ausgetragen, kann sich dieses mit der Zeit verfestigen, wodurch es eher zu Brückenbildung neigt. Diese Zeitverfestigung kann in einer Scherzelle nachgestellt werden, indem das

Material für eine gewisse Zeit der Verfestigungsspannung ausgesetzt wird, ohne das Material zu scheren. Somit kann beispielsweise eine Fließfunktion nach ein paar Stunden oder Tagen aufgenommen werden. [4], [8]

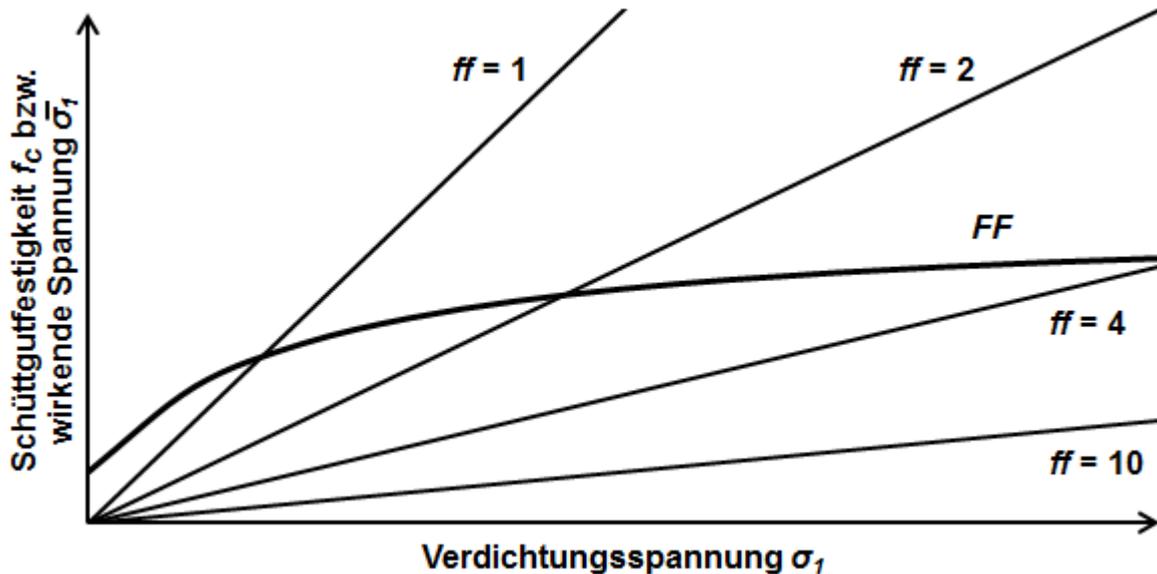


Abbildung 2.1: Fließfunktion und Fließfaktoren, nach [4].

2.1.2. Ermittlung der Fließfähigkeit von Schüttgütern

Bei der Beurteilung der Fließfähigkeit nach Jenike wird davon ausgegangen, dass je kohäsiver ein Schüttgut ist, desto höher ist die Schüttgutfestigkeit f_c . Dadurch verschlechtert sich die Fließfähigkeit des Schüttguts. Da jedoch die Schüttgutfestigkeit f_c von der Verfestigungsspannung σ_1 abhängt, sollte zum Vergleich von Schüttgütern stets die gleiche Verfestigungsspannung Anwendung finden. Die Verwendung des Spannungsniveaus am Behälterauslauf ist deshalb ratsam. [8]

Bei einer graphischen Auftragung wird wie in Abbildung 2.1 die Fließfunktion FF gemeinsam mit unterschiedlichen Fließfaktoren dargestellt. Anschließend wird verglichen, wo sich die Fließfunktion bei einer definierten Verfestigungsspannung befindet. Liegt die Fließfunktion z.B. zwischen den Kurven von $ff = 2$ und $ff = 4$, so gilt $2 < FF < 4$. Laut der Einteilung nach Jenike gilt ein solches Schüttgut bei dieser Verfestigungsspannung somit als kohäsiv (vgl. Tabelle 2.1).

Mathematisch kann analog des Fließfaktors das Verhältnis zwischen der Verdichtungsspannung σ_1 und der Schüttgutfestigkeit f_c gebildet und so der Wert der Fließfunktion bei dieser Verdichtungsspannung berechnet werden. Dem erhaltenen Wert der Fließfunktion kann ebenfalls eine Fließfähigkeit zugeordnet werden.

$$FF = \frac{\sigma_1}{f_c} \quad (2.2)$$

Zu beachten ist, dass ein Schüttgut, das bei einer Verdichtungsspannung als gut fließend eingeordnet wird, bei einer anderen als kohäsiv gelten kann.

2.1.3. Vereinfachung nach Hilgraf

Bereits für die Ermittlung einer Festigkeitsspannung f_c bei nur einer Verfestigungsspannung σ_1 sind mehrere aufwändige Scherversuche in Scherzellen notwendig. Somit kann die Ermittlung der Fließfähigkeit nach Jenike trotz einer möglichen Automatisierung der modernen und computergesteuerten Testgeräte mühsam und zeitraubend sein. Zusätzlich können die Scherzellen in ihrer Anschaffung sehr preisintensiv sein [7]. Eine Alternative entwickelte Hilgraf [9], [10]. Er korreliert die Werte der Fließfunktion bei einer Verdichtungsspannung von 10 kPa mit Parametern der Korngrößenverteilung. Dabei wird eine Verteilung nach Rosin, Rammler, Sperling und Bennett (RRSB-Verteilung) angenommen. Er ermittelt die Fließfähigkeit der Schüttgüter anhand des Produktes aus dem Gleichmäßigkeitsparameter n und der Wurzel des Lageparameters d'_s (Partikeldurchmesser bei einer Rückstandssumme von 36,8 Gew.-%). Somit wird sowohl eine „mittlere“ Korngröße als auch die Breite der Korngrößenverteilung berücksichtigt [10]. Die Klassifizierung mittels der RRSB-Parameter ist ebenfalls in Tabelle 2.1 dargestellt.

Tabelle 2.1: Erweiterte Klassifizierung nach Jenike [4] und Alternative nach Hilgraf [10].

Wert der Fließfunktion	Schüttguteigenschaften	RRSB-Parameter
$10 < FF$	frei fließend	$20 < n \cdot \sqrt{(d'_s)}$
$4 < FF < 10$	leicht fließend	$10 < n \cdot \sqrt{(d'_s)} < 20$
$2 < FF < 4$	kohäsiv	$5 < n \cdot \sqrt{(d'_s)} < 10$
$1 < FF < 2$	sehr kohäsiv, durch Belüftung fließend	$2,5 < n \cdot \sqrt{(d'_s)} < 5$
$FF \leq 1$	nicht fließend / aushärtend	$n \cdot \sqrt{(d'_s)} \leq 2,5$

2.2. Klassifizierung nach Hausner

Bei der Klassifizierung nach Hausner wird anhand der Komprimierbarkeit des Schüttguts dessen Kohäsion ermittelt [11]. Die Komprimierbarkeit R_H wird auch Hausner-Zahl genannt und stellt den Quotienten aus Stampfdichte ρ_{ST} und Schüttdichte ρ_{SS} dar.

$$R_H = \frac{\rho_{ST}}{\rho_{SS}} \quad (2.3)$$

Es existieren mehrere Möglichkeiten, die beiden Dichten zu bestimmen. Die in dieser Arbeit gewählten sind in Kapitel 4 beschrieben. Bei den unterschiedlichen Methoden werden auch leicht unterschiedliche Dichten erhalten, sodass die daraus erhaltenen Hausner-Zahlen kaum miteinander vergleichbar sind. Werden jedoch die Schüttgüter mit derselben Methode klassifiziert, können anhand der Hausner-Zahl Aussagen zur Fließfähigkeit getroffen werden. Dabei gilt: Je größer die Hausner-Zahl ist, desto höher ist die Komprimierbarkeit und somit die Kohäsion. Der Grund dafür ist, dass kohäsive Materialien eine so starke Partikel-Partikel-Reibung besitzen, die der Schwerkraft entgegenwirkt, dass sich Hohlräume bilden. Das Aufstampfen führt zu einem Springen der Partikel, wodurch sie den gegenseitigen Kontakt verlieren und sich die Reibung verringert. Infolgedessen können die Hohlräume zumindest zum Teil geschlossen werden. Je mehr sich ein Schüttgut verdichten lässt, desto mehr Hohlräume sind vorhanden und desto kohäsiver ist das Schüttgut [12]. Da sich die Partikel während der Messung bewegen, eignet sich die Klassifizierung nach Hausner bei der Darstellung der Reibung eher für ein fließendes Schüttgut als für ein ruhendes [12].

Abdullah und Geldart [12] verdeutlichten, dass je mehr die Partikelform von einer Kugel abweicht, die Hausner-Zahl zunimmt. Dies ist darauf zurückzuführen, dass kantige Partikel verhaken können, während glatte Kugeln aneinander vorbeigleiten können. Zusätzlich zeigen größere Partikel eine kleinere Hausner-Zahl. Bei glatten Partikeln hat ein Feuchtigkeitsgehalt des Schüttgutes über 60% einen deutlich höheren Einfluss auf die Hausner-Zahl als bei rauen, da hier die Feuchtigkeit sich nicht in Rillen verstecken kann. Zusätzlich verringern antistatische Mittel die Hausner-Zahl, da die Partikel-Partikel-Kräfte, die auf Ladung beruhenden, reduziert werden.

Tabelle 2.2: Zuordnung der Kohäsion zur Hausner-Zahl [5], [13].

Hausner-Zahl	Schüttguteigenschaften
$R_H > 1,40$	kohäsiv
$1,25 \leq R_H \leq 1,40$	Zwischengruppe
$R_H < 1,25$	nicht kohäsiv
$R_H \rightarrow 1,00$	freifließend / rieselfähig

2.3. Klassifizierung nach Stempelversuch

Da die bisherigen Klassifizierungsmethoden eher dafür geeignet sind, das Schüttgutverhalten im Dosierbehälter darzustellen, wurde nach einer Methode gesucht, die das Verhalten in der Dosierschnecke oder im Übergangsbereich zwischen Behälter und Schnecke darstellt. Auf Anregung von Herrn Prof. Dr.-Ing. Thomas Martin von der Hochschule Merseburg wurde hierfür der Stempelversuch entwickelt [14].

Während des Versuchs wird mittels eines Stempels das zu untersuchende Schüttgut aus einem locker aufgeschütteten Schüttgutverband herausgehoben und somit eine Schachtbildung simuliert (detaillierte Durchführung in Kapitel 4). Dadurch kann das Verhalten des Schüttguts über der Dosierschnecke nachgestellt werden, indem überprüft wird, wie gut das Schüttgut in die Schnecke fließt. Gut fließende Schüttgüter sollten keinen stabilen Schacht bilden. Das Schüttgut fließt in einem Kern- oder Massenfluss um einen entstehenden Kanal direkt zu füllen. Somit würde sich auch ohne Zuhilfenahme eines Rührers das Schüttgut ungehindert an die Dosierschnecke gelangen. Schlecht fließende Schüttgüter bilden einen stabilen Schacht in dem kein Schüttgut fällt. Somit würde, sobald sich einmal ein Schacht von der Dosierschnecke bis zur Materialoberfläche gebildet hat, kein Schüttgut mehr zur Schnecke gelangen – der Schüttgutstrom würde ohne Hilfe eines Rührers versiegen. Bei einem mäßig fließenden Schüttgut wäre demnach ein Verhalten zwischen gut und schlecht fließenden Schüttgütern zu erwarten. Dementsprechend würde eine Schachtbildung beginnen, bis der Schacht wieder in sich zusammenbricht. Demzufolge würde kurzzeitig kein Schüttgut in eine Dosierschnecke gelangen, bis sie bei einem Schachteinsturz wieder gefüllt wird. Daraus würde ein pulsierender Schüttgutstrom resultieren. Damit können anhand von Beobachtungen Rückschlüsse auf die Fließfähigkeit und dadurch auf das Dosierverhalten der Schüttgüter gezogen werden.

2.4. Klassifizierung nach Geldart

Die Klassifizierung nach Geldart dient der Beurteilung der Fluidisierbarkeit von Schüttgütern in Wirbelschichten. Anhand von Beobachtungen wie der Gasdurchlässigkeit, der Bettausdehnung und dem Beginn der Blasenbildung ordnete Geldart Schüttgüter in vier Gruppen [6]. Diese und ihre Eigenschaften sind in Tabelle 2.3 dargestellt.

Geldart [6] entdeckte, dass sich bei der Auftragung der Differenz der Feststoffdichte des Schüttguts ρ_S und der Fluidichte ρ_F über dem mittleren Partikeldurchmesser \bar{d}_3 Grenzen zwischen den einzelnen Gruppen ziehen lassen (vgl. Abbildung 2.2). Dabei definiert er die Grenze zwischen Gruppe A und Gruppe B als Grenze ab der die Blasenbildung bei Minimalfluidisation einsetzt. Daraus definiert Geldart unter Verwendung von Luft als Fluid:

$$(\rho_S - \rho_F) \cdot \bar{d}_3 = 225 \frac{g}{cm^3} \cdot \mu m = 225.000 \frac{kg}{m^3} \cdot \mu m \quad (2.4)$$

Die Grenze zwischen Gruppe B und Gruppe D ist weniger eindeutig. Er folgt dem theoretischen Ansatz einer Dichte-Partikelgrößen-Kombination, bei der Blasen, die

kleiner als eine definierte Größe von 25 cm sind, langsamer aufsteigen, als das Fluid das Schüttgut durchströmt. Dadurch wird die Grenze unter Verwendung von Luft als Fluid definiert als:

$$(\rho_S - \rho_F) \cdot (\bar{d}_3)^2 = 10^6 \frac{g}{cm^3} \cdot \mu m^2 = 10^9 \frac{kg}{m^3} \cdot \mu m^2 \quad (2.5)$$

Die Grenze zwischen Gruppe C und Gruppe A wurde von ihm rein empirisch gezogen. Daraus ergibt sich das in Abbildung 2.2 dargestellte Diagramm. Zu beachten ist, dass bei Geldart [6] zum Teil Schüttgüter, die die Eigenschaften einer Gruppe zeigten, formal eher einer Nachbargruppe zugeordnet wurden. Das zeigt, dass die Grenzen nicht als scharfe Trennungen der Gruppen zu sehen sind.

Obwohl die Klassifizierung nach Geldart für Wirbelschichten entwickelt wurde, lassen sich mittels des Diagramms Rückschlüsse auf das Fließverhalten von Schüttgütern ermitteln. So beschreiben Hilgraf und Kleibs [10] bei Schüttgütern mit einer ausreichend engen Korngrößenverteilung die Grenzkurve zwischen Gruppe A und Gruppe B als Übergang zu freifließenden kohäsionslosen Materialien. Auch bezeichnet Geldart selbst Gruppe-C-Schüttgüter als kohäsiv [10] und gemeinsam mit Harnby und Wong [5] einigte er sich darauf, dass Gruppe-A-Schüttgüter leicht kohäsiv sind.

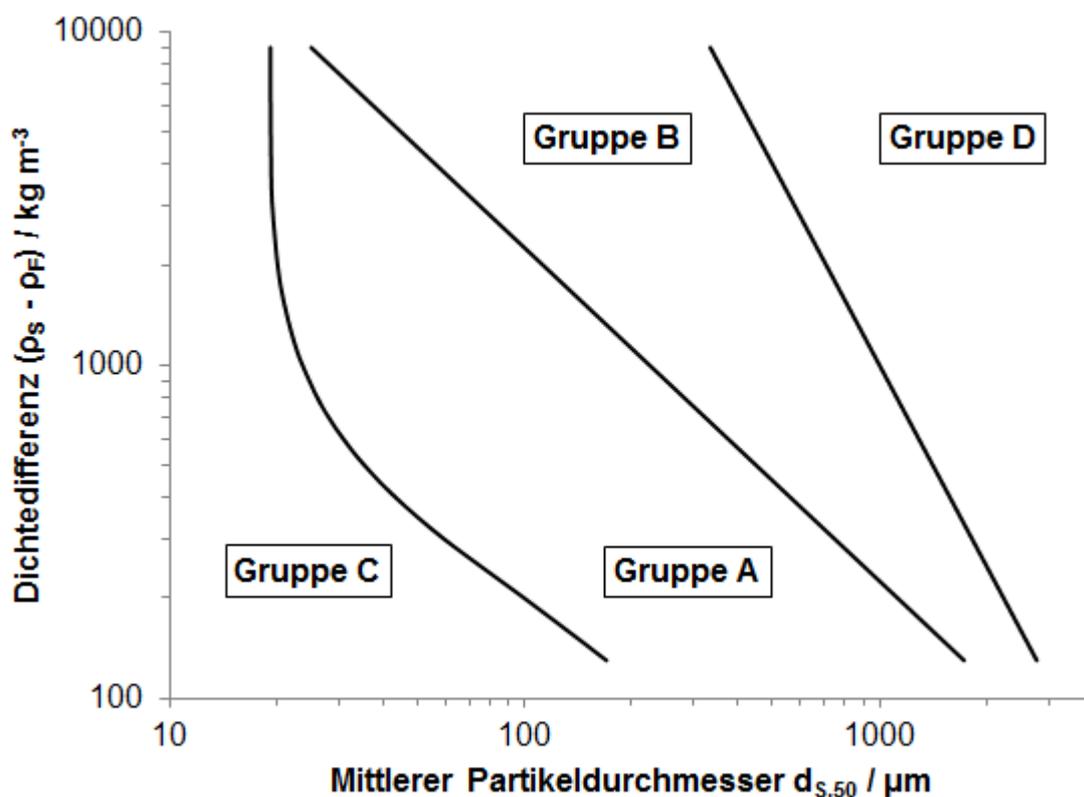


Abbildung 2.2: Geldart-Diagramm, nach [6].

Tabelle 2.3: Geldart-Gruppen [6].

Gruppe	Eigenschaften
C cohesive [6]	<ul style="list-style-type: none"> - kohäsive Materialien - Fluidisation extrem schwierig - Schüttung im Ganzen angehoben oder Kanalbildung, da Haftkräfte zwischen Partikeln größer als die vom Gas übertragenen Kräfte - z.B. Mehl, Flugasche, Zement [15]
A aeratable [6]	<ul style="list-style-type: none"> - geringe Korngröße und/oder Feststoffdichte ($\rho_S < 1400 \text{ kg/m}^3$) - Bett expandiert merklich oberhalb der Minimalfluidisation, bevor Blasenbildung einsetzt - bei Entfernung der Gaszufuhr kollabiert Bett langsam - Gasblasen bewegen sich schneller als Zwischenraumgas - z.B. Cracking-Katalysatoren [6], [15]
B bubble-ready [16]	<ul style="list-style-type: none"> - Korngröße und Feststoffdichte befinden sich im mittleren Bereich ($40 \mu\text{m} \leq d_S \leq 500 \mu\text{m}$; $1400 \text{ kg/m}^3 \leq \rho_S \leq 4000 \text{ kg/m}^3$) - Blasenbildung setzt direkt oberhalb der Minimalfluidisation ein - geringe Bettausdehnung - bei Entfernung der Gaszufuhr kollabiert Bett sehr rasch - die meisten Gasblasen steigen schneller auf als das Zwischenraumgas - z.B. Sand [6], [15]
D different (spoutable) [17]	<ul style="list-style-type: none"> - große und/oder sehr schwere Partikel - die meisten Gasblasen (außer die allergrößten) steigen langsamer auf als das Zwischenraumgas → Gas durchfließt Blase - bei einzelner zentraler Gaszufuhr → „spouted beds“ - z.B. Weizenkörner [15]

2.5. Wissensdefekt

Alle Methoden der Klassifizierung von Schüttgütern besitzen einen anderen Ansatz. So betrachtet Jenike die Spannung, die notwendig ist, um ein ruhendes Schüttgut in den fließenden Zustand zu überführen. Dagegen untersucht Hausner, wie stark sich ein locker aufgeschüttetes Schüttgut komprimieren lässt. Im Stempelversuch wird beobachtet, ob ein Schüttgut beim Dosieren dazu neigt, einen stabilen Schacht zu bilden. Geldart betrachtet letztlich das Fluidisationsverhalten von Schüttgütern in Wirbelschichten. Zusätzlich existieren viele weitere Methoden mit anderen Denkansätzen. Folglich kann ein Schüttgut nicht eindeutig als freifließend oder schlecht

fließend klassifiziert werden. Die Klassifizierung muss stets an den Zustand angepasst werden, in dem es sich befindet. Somit ist keine Methode bekannt, nach der das Fließverhalten von Schüttgütern in Schneckendosierern als einheitliches System voraussagt werden kann. Ziel ist es mittels der Klassifizierungsmethoden das Verhalten der Schüttgüter entlang ihres Fließweges durch den Schneckendosierer vorherzusagen, um ein geeignetes System aus Dosierer und Schnecke wählen zu können.

3. Lösungsansatz

Obwohl die Klassifizierungsmethoden unterschiedliche Ausgangspunkte zur Betrachtung des Schüttgutverhaltens besitzen, sollten sie sich in ihrem Ergebnis tendenziell nicht zu stark unterscheiden. So sollte ein Schüttgut, das nur geringe kohäsive Kräfte besitzt, keine Brücken in einem Behälter bilden, sondern gut ausfließen. Zusätzlich wird es kaum Hohlräume bilden können, sodass die Komprimierbarkeit sehr gering ist. Außerdem sollten sich die Schüttgutpartikel durch einen Luftstrom gut voneinander entfernen lassen und so leicht fluidisiert werden. Folglich sollte ein Schüttgut, welches bei allen Klassifizierungsmethoden als gut handhabbar eingestuft wird, sich ohne Probleme durch einen Schneckendosierer bewegen können und damit gut dosierbar sein.

Schneckenförderer lassen sich nach der Norm DIN 15262 [18] sowie der VDI-Richtlinie VDI 2330 Blatt 2 [19] berechnen. Eine Auslegung erfolgt demzufolge mit nachstehender Gleichung:

$$\dot{m} = \dot{V} \cdot \rho_{SB} = A_f \cdot v_{ax} \cdot \rho_{SB} = A_f \cdot s \cdot N \cdot \varphi \cdot \rho_{SB} \quad (3.1)$$

Dabei sind:	\dot{m}	Massenstrom des Schüttguts
	\dot{V}	Volumenstrom des Schüttguts
	ρ_{SB}	Schüttgutdichte (englisch: bulk density)
	A_f	freie Querschnittsfläche
	v_{ax}	Axialgeschwindigkeit des Schüttguts
	s	Ganghöhe der Schnecke
	N	Schneckendrehzahl
	φ	Füllungsgrad der Schnecke

Diese Berechnungsvorschrift ist allerdings nur für horizontale bis leicht geneigte (bis zu einem Winkel von 20°) Schneckenförderer jedoch nicht für Dosierschnecken geeignet, da bei dieser Vorschrift der Füllungsgrad φ der Schnecke danach auszuwählen ist, wie stark ein Schüttgut schleißt. Bei Dosierschnecken ergibt sich jedoch ein Füllungsgrad von 95 % bis 100 % [20]. Dies liegt deutlich über den maximal angegebenen Füllungsgrad von 45 % für die Auslegung eines Schneckenförderers. Dabei wird bei zu hohen Füllgraden vor einer nicht unerheblichen Differenz zwischen der tatsächlichen und der theoretischen Fördergeschwindigkeit gewarnt [18]. Folglich bewegt sich nicht das gesamte Schüttgut mit der Schnecke – die Bewegung der Schnecke wird nicht gänzlich genutzt. Zusätzlich wird darauf hingewiesen, dass der sinnvolle maximale Füllungsgrad neben der Steigung der Schneckengänge und der Neigung der Schneckenachse von den Reibungs- und

Haftigenschaften des Fördergutes abhängig ist [18], [19]. Demnach sind für gut fließende Schüttgüter höhere Füllungsgrade sinnvoll, sodass sich für gut fließende Schüttgüter bei einem Füllungsgrad von 100 % ein höherer Nutzungsgrad ergeben müsste als für schlecht fließende. Somit sollten sich Dosierschnecken anhand des gewünschten Massenstroms und der Schüttguteigenschaften auslegen lassen. Es ergibt sich eine ähnliche Formel wie für Schneckenförderer, wobei anstelle des Füllungsgrades der Nutzungsgrad η eingeführt wird.

$$\dot{m} = A_f \cdot s \cdot N \cdot \rho_{SB} \cdot \eta \quad (3.2)$$

Der Nutzungsgrad sollte vom Schüttgut abhängig sein, sodass sich ein Zusammenhang mit den Klassifizierungen ergeben müsste. Es wird davon ausgegangen, dass kohäsivere Schüttgüter schlechter aus dem Dosierbehälter in die Schnecke fließen. Damit gelangt weniger Schüttgut in die Dosierschnecke und der Massenstrom sinkt. Zusätzlich wird angenommen, dass kohäsive Schüttgüter aufgrund ihrer interpartikulären Haftkräfte eher dazu neigen die Dosierschnecke zu verstopfen. Folglich kann mittels der Klassifizierungen der Nutzungsgrad ermittelt werden. Anhand dessen kann schließlich für eine ausgewählte Schnecke die benötigte Drehzahl berechnet werden, um einen gewünschten Massenstrom zu erhalten. Ist die erhaltene Drehzahl höher als die, die der Antriebsmotor des Dosierers maximal erreichen kann, muss eine größere Schnecke gewählt werden. Ist die Drehzahl so gering, dass der Antriebsmotor mangels Kühlung überhitzen könnte, muss eine kleinere verwendet werden (vgl. [19]).

4. Methodisches Herangehen

Zuerst wurden Schüttgüter ausgewählt, die bereits an der „IBU-tec advanced materials AG“ verarbeitet wurden, sodass bekannt war, dass diese ein unterschiedliches Dosierverhalten aufweisen. Anschließend wurden jeweils Proben von etwa einem Liter für die Untersuchungen im Labor und etwa zehn Litern für die Dosierversuche genommen. Bereits bei den Probenahmen konnten Beobachtungen bezüglich des Schüttgutverhaltens erfasst werden. Anschließend wurden die Parameter der verwendeten Klassifizierungsmethoden in Laborversuchen ermittelt und die Fließeigenschaften der Schüttgüter abgeleitet. An ausgewählten Schüttgütern wurden Dosierversuche an zwei verschiedenen Schneckendosierern durchgeführt, wobei die Motorfrequenz f bzw. relative Antriebsleistung P variiert und unterschiedliche Dosierschrauben eingesetzt wurden. Die Schüttgüter aus den Dosierversuchen wurden zusätzlich mittels des Stempelversuchs untersucht.

4.1. Laborversuche

Die Laborversuche dienen der Ermittlung der Parameter für die in Kapitel 2 erläuterten Klassifizierungen. Da die Schüttgüter in Kundenprojekten unbehandelt, das heißt im Anlieferungszustand, in eine Anlage dosiert werden, wurde für die Laborversuche auf eine Trocknung der Schüttgüter verzichtet, um die Eigenschaften der Schüttgüter nicht zu verfälschen.

4.1.1. Ermittlung der Korngrößenverteilung

Aus der Korngrößenverteilung können der Ersatzparameter für die Klassifizierung nach Jenike $n \cdot \sqrt{(d'_s)}$ sowie der mittlere Partikeldurchmesser \bar{d}_3 für die Klassifizierung nach Geldart gewonnen werden. Die Analyse erfolgte entsprechend der ISO 13320 [21] mittels eines Laserbeugungsspektrometers CILAS 920 unter Zuhilfenahme der Software GRANULOG in der Version 4.36. Die in Isopropanol dispergierten Schüttgüter wurden mit monochromatischem Laserlicht bestrahlt und somit jeweils ein spezifisches Beugungsmuster erstellt. Eine Auswertung des Beugungsmusters erfolgte automatisch durch die Software unter der Verwendung der Modelle von Fraunhofer und Mie. Damit wurde jeweils eine Korngrößenverteilung von 0,3 bis 400 μm in 30 Partikelgrößenklassen erhalten. [22]

Da größere Partikel in der Messzelle des Laserbeugungsspektrometers schnell sedimentieren und damit sich diese leicht zusetzt, wurde eine Schutzsiebung vorgenommen, bei der Partikel über 200 μm entfernt wurden. Nach erfolgter Nullpunktprüfung des Messgeräts wurde ca. ein halber Spatellöffel Schüttgut in die

Probenkammer gegeben, in der sich Isopropanol befand. In der Kammer erfolgte eine Dispergierung für 120 s unter Einwirkung von Ultraschall [23]. Anschließend wurde die automatisierte Messprozedur mit 20 Messungen gestartet. Mittels der Software erfolgte die Messwertausgabe als gemittelte Volumenverteilung in Form einer Rückstandskurve.

Für die alternative Klassifizierung nach Jenike, wird angenommen, dass eine Verteilung nach Rosin, Rammler, Sperling und Bennet (RRSB) vorliegt. Diese folgt der unten stehenden Verteilungsfunktion.

$$R(d) = \exp \left[- \left(\frac{d}{d'_s} \right)^n \right] \quad (4.1)$$

Dabei sind R die relative Rückstandssumme, d der Partikeldurchmesser, d'_s der Lageparameter der RRSB-Verteilung (entspricht dem Partikeldurchmesser bei einer Rückstandssumme von 36,8 Gew.-%) und n der Gleichmäßigkeitsparameter der RRSB-Verteilung. Nach Linearisierung der Gleichung (4.1) wird Gleichung (4.2) erhalten.

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{R(d)} \right) \right] = n \cdot \ln(d) - n \cdot \ln(d'_s) = a_1 \cdot \ln(d) + a_2 \quad (4.2)$$

Aus der ermittelten Korngrößenverteilung wird durch Regression die Steigung a_1 sowie der Achsenabschnitt a_2 erhalten. Aus diesen können die Parameter der RRSB-Verteilung berechnet werden. Dabei gilt:

$$n = a_1 \quad (4.3)$$

und

$$d'_s = \exp \left(- \frac{a_2}{a_1} \right) \quad (4.4)$$

Somit kann der Ersatzparameter für die Klassifizierung nach Jenike $n \cdot \sqrt[n]{(d'_s)}$ ermittelt werden.

Für die Klassifizierung nach Geldart wird der mittlere Durchmesser \bar{d}_3 benötigt. Dafür wird der mittlere Durchmesser einer Partikelgrößenklasse \bar{d}_i aus den beiden Grenzdurchmessern d_i und d_{i+1} gebildet [2].

$$\bar{d}_i = \frac{d_i + d_{i+1}}{2} \quad (4.5)$$

Der Massenanteil der Partikelgrößenklasse w_i wird aus der Differenz der Rückstandssummen der beiden Grenzdurchmesser $R(d_i)$ und $R(d_{i+1})$ gebildet.

$$w_i = R(d_i) - R(d_{i+1}) \quad (4.6)$$

Schließlich wird der mittlere Durchmesser \bar{d}_3 als gewichteter Mittelwert durch folgende Gleichung berechnet [2]:

$$\bar{d}_3 = \sum_{i=1}^n \bar{d}_i \cdot w_i \quad (4.7)$$

4.1.2. Ermittlung der Reindichte

Die Reindichte von Schüttgütern stellt einen Parameter zur Klassifizierung nach Geldart dar. Sie wird mittels eines Pyknometers in Anlehnung an die Normen DIN EN 1097-7 [24] und DIN EN ISO 787-10 [25] ermittelt. Dabei wurde meist Isopropanol als Messflüssigkeit verwendet. Lediglich bei Kieselgur wurde Wasser verwendet, da sonst keine Phasengrenze erkennbar war und sich die Kieselgur scheinbar in Isopropanol gelöst hatte [26]. Es wurden jeweils Doppelbestimmungen durchgeführt und die erhaltenen Reindichten gemittelt.

Zunächst wurde das Pyknometer auf einer Laborwaage tariert. Anschließend wurde es mittels eines kleinen Trichters mit Probesubstanz auf etwa ein Drittel des Pyknometervolumens befüllt und die Masse der Probe m_1 durch Rückwägung des Pyknometers bestimmt. Die Probe wurde mit Messflüssigkeit überdeckt, wobei gut erkennbare Luftblasen durch Drehen, Rütteln und vorsichtiges Klopfen entfernt wurden. Ein erstes Entlüften fand im Ultraschallbad mit „Degas“-Funktion für 5 bis 10 min statt, gefolgt von mehrfachem Entlüften durch Evakuierung in einem Witt'schen Topf, bis keine auftretenden Luftblasen mehr erkennbar waren. Das Pyknometer wurde vollständig mit Messflüssigkeit gefüllt und anschließend auf 20 °C temperiert. Direkt an der Waage wurde der Schliffstopfen des Pyknometers in das Pyknometer eingesetzt und Flüssigkeitsreste auf der Außenwandung abgetupft. Es erfolgte eine sofortige Wägung des Pyknometers zur Bestimmung der Masse der Probe mit Messflüssigkeit m_3 , da Isopropanol schnell flüchtig ist und somit sonst eine zu geringe Masse ermittelt wird. Anschließend wurde das Pyknometer mit Probe in ein Becherglas entleert und gut mit Messflüssigkeit nachspült, um alle Probenreste zu entfernen. Es wurde erneut mit Messflüssigkeit gefüllt, entlüftet und auf 20 °C temperiert. Der Schliffstopfen wurde in das Pyknometer eingesetzt, die Flüssigkeitsreste auf der Außenwandung abgetupft und durch Wägung die Masse der Messflüssigkeit m_2 bestimmt. [27]

Für die Berechnung der Reindichte ρ_S eines Schüttguts ist das Volumen V_S notwendig, welches das Schüttgut im Pyknometer eingenommen hat.

$$V_S = V_{Pyk} - V_L \quad (4.8)$$

Mittels der Dichte der Messflüssigkeit ρ_L bei 20 °C kann das Volumen des Pyknometers V_{Pyk} ermittelt werden.

$$V_{Pyk} = \frac{m_2}{\rho_L} \quad (4.9)$$

Das Volumen V_L der Flüssigkeit über der Probe kann über dessen Masse m_L berechnet werden. Dabei gilt:

$$m_L = m_3 - m_1 \quad (4.10)$$

Somit ergibt sich analog zu Gleichung (4.9):

$$V_L = \frac{m_L}{\rho_L} = \frac{m_3 - m_1}{\rho_L} \quad (4.11)$$

Werden Gleichungen (4.9) und (4.11) in Gleichung (4.8) eingesetzt, wird folgender Ausdruck erhalten:

$$V_S = \frac{m_2}{\rho_L} - \frac{m_3 - m_1}{\rho_L} = \frac{m_2 - m_3 + m_1}{\rho_L} \quad (4.12)$$

Somit kann die Reindichte ρ_S eines Schüttguts berechnet werden.

$$\rho_S = \frac{m_1}{V_S} = \frac{m_1}{m_2 - m_3 + m_1} \cdot \rho_L \quad (4.13)$$

4.1.3. Ermittlung der Schüttdichte

Die Schüttdichte ρ_{SS} stellt einen Parameter zur Ermittlung der Hausner-Zahl dar. Sie ergibt sich aus dem Quotienten aus der Masse m_{SS} im Prüfzustand und dem Volumen V_{SS} , welches das Schüttgut einnimmt, wenn es aufgelockert vorliegt.

$$\rho_{SS} = \frac{m_{SS}}{V_{SS}} \quad (4.14)$$

Die Schüttdichte ist abhängig von der Rohdichte und den granulometrischen Eigenschaften, insbesondere von Kornform, Kantigkeit und Oberflächenrauigkeit des Schüttguts sowie von dessen Feuchtigkeitsgehalt. Während der Messung muss eine Verdichtung des Schüttguts vermieden werden. Es wurden jeweils Dreifachbestimmungen durchgeführt und die erhaltenen Schüttdichten gemittelt. [28]

Die Ermittlung der Schüttdichte erfolgte nach DIN EN 1097-3 [29]. Dafür wurde ein zylindrisches Gefäß benötigt, dessen Volumen auf 0,1 % genau bekannt ist. Das Volumen wird dafür halbjährig durch Wägung mit auf (20 ± 2) °C temperiertem Wasser überprüft. Das saubere Messgefäß wurde auf einer Laborwaage tariert und langsam bis zum Überlaufen mit Probenmaterial gefüllt. Um eine Entmischung des Schüttguts zu vermeiden, wurde das Probengefäß beim Entleeren in das Messgefäß stetig um seine Achse gedreht [30]. Das über den Rand des Messgefäßes hinausragende überschüssige Probenmaterial wurde mit einem Lineal vorsichtig entfernt und somit die Oberfläche geglättet. Dabei wurde darauf geachtet, die Probe beim Abstreichen nicht zu verdichten. Anschließend wurde das gefüllte Messgefäß gewogen und die Schüttdichte nach Gleichung (4.14) berechnet. [28]

4.1.4. Ermittlung der Stampfdichte

Die Stampfdichte ρ_{ST} stellt den zweiten Parameter für die Ermittlung der Hausner-Zahl dar. Vor allem fein- und feinstteilige Schüttgüter (in der Regel Pulver) neigen dazu, sich durch Transport und Lagerung zu verdichten, und weisen so Dichten auf, die höher liegen als die ermittelten Schüttgutdichten aus loser Schüttung. Die Stampfdichte eines Schüttguts stellt den Quotienten aus der Masse m_{ST} im Prüfzustand und dem Volumen V_{ST} , welches das Schüttgut nach dem Stampfen einnimmt, dar.

$$\rho_{ST} = \frac{m_{ST}}{V_{ST}} \quad (4.15)$$

Die Stampfdichte der Schüttgüter wurde nach DIN EN ISO 787-11 [31] mittels eines Stampfvolumeters STAV 2003 bzw. STAV II 2012 der Firma „J. Engelsmann AG“ aus Ludwigshafen durchgeführt. Beide besitzen eine Fallhöhe bzw. einen Hub von (3 ± 1) mm. Dieser wird jeweils nach 200 Betriebsstunden überprüft. Es wurde stets eine Doppelbestimmung durchgeführt, wobei, wenn die abgelesenen Volumina um mehr als 10 ml abwichen, die Analyse vollständig wiederholt wurde.

Da die Schüttgüter eine geringe Feuchte und keine groben Agglomerate aufwiesen, wurde auf eine Trocknung bei 105 °C sowie eine Siebung auf 500 µm verzichtet. Der trockene, saubere und unbeschädigte 250 ml-Messzylinder des Stampfvolumeters wurde auf einer Laborwaage tariert und das zu untersuchende Schüttgut auf

(200 ± 10) ml so eingefüllt, dass sich keine Hohlräume bildeten. Dies wurde durch Neigung und Drehung des Messzylinders um die eigene Achse erreicht. Anschließend wurde die eingefüllte Masse m_{ST} bestimmt. Der Messzylinder wurde in das Stampfvolumeter eingespannt und mit einem passenden Stopfen abgedeckt, um Staubemissionen während des Verdichtens des Materials zu vermeiden. Das Schüttgut wurde in einer ersten Stufe von 1250 Hieben mittels des Stampfvolumeters verdichtet und anschließend das erreichte Schüttgutvolumen auf 1 ml genau vom Messzylinder abgelesen. Es folgten weitere Verdichtungsstufen von 1250 Hieben, bis das abgelesene Volumen von zwei aufeinander folgenden Stufen um weniger als 2 ml voneinander abwich. Das Volumen nach der letzten Stufe V_{ST} wurde zur Berechnung der Stampfdichte nach Gleichung (4.15) verwendet. [32]

4.2. Dosierversuche

Anhand der Dosierversuche soll gezeigt werden, wie gut sich die Schüttgüter in der Realität dosieren lassen. Die Versuche wurden an zwei Dosiergeräten der Firma „Gericke GmbH“ aus Rielasingen-Worblingen durchgeführt. Diese sind in Tabelle 4.1 dargestellt. Bei beiden Dosiergeräten wurde als Austragshilfe ein Rührwerk mit einem getrennten Antrieb verwendet (vgl. Abbildung 4.2 und Abbildung 4.3). Die Dosierbehälter wurden jeweils mit Aufbauten vergrößert, sodass mehr Schüttgut in die Dosierer gegeben werden konnte. Um die Reibung an den Behälterwänden zu verringern wurden diese mit selbstklebender Teflonfolie ausgekleidet.

In den Dosierversuchen wurde das Dosierverhalten der Schüttgüter mit verschiedenen Dosierschnecken untersucht. Diese sind in Tabelle 4.2 dargestellt. Die genauen Abmessungen wurden nach Abbildung 4.1 entnommen und können in der Anlage 1 eingesehen werden.

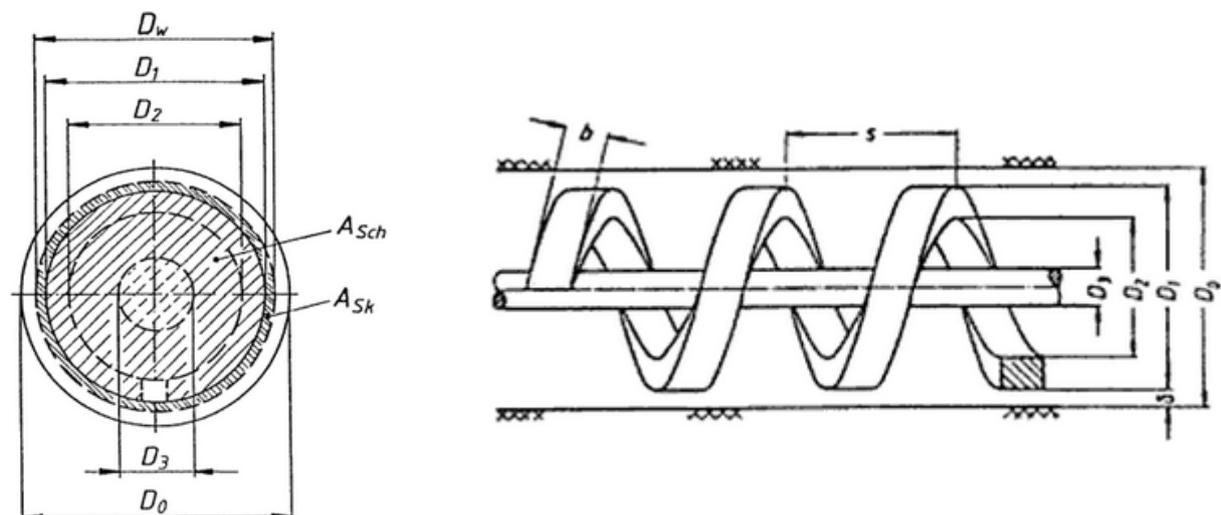
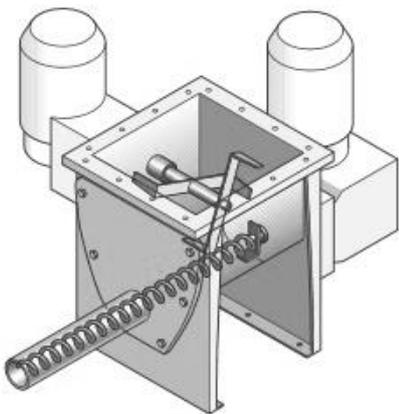
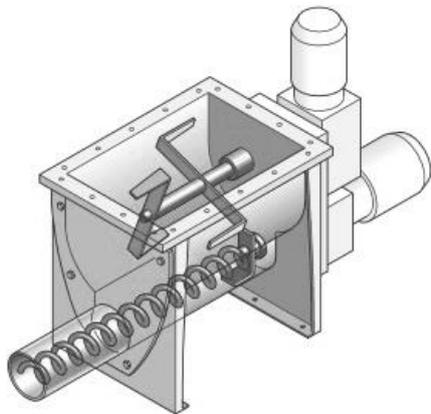


Abbildung 4.1: Abmessungen einer Wendel im Dosierrohr [33].

Tabelle 4.1: Verwendete Schneckendosierer.

	GLD 87	GDU 201
Skizze [34]	 <p>Abbildung 4.2: Skizze einer GLD 87.</p>	 <p>Abbildung 4.3: Skizze einer GDU 201.</p>
Leistungsbereich* [34]	0,05 – 600 l h ⁻¹	1,3 – 800 l h ⁻¹
Besonderheit	Rührwerk separat zuschaltbar	restentleerbar [34]
verwendetes Rührwerk	zweiarmiger Trogrührer	Balkenrührer mit mehreren über die Achse versetzt angeordneten, flach angestellten Balken
Rührwerkposition	horizontal; senkrecht zur Schneckenachse	horizontal; parallel oberhalb Dosierschnecke
Aufbauten	25 cm hoch; gleiche Abmessungen, wie oberer Teil des Dosierbehälters; mit Schutzgitter	65 cm hoch; unten gleiche Abmessungen, wie oberer Teil des Dosierbehälters; hinten abgeschrägt, sodass Aufweitung von 30 cm auf 50 cm
Schnecken Größen**	00, 0, 1	(1), 2, 3, 4, 5, (6) [35]
Drehzahlsteuerung	über Motorfrequenz → 20, 50 und 80 Hz	über relative Antriebsleistung → 10, 50 und 90 %

* Richtwerte; gemessen mit Mais-Grieß; können je nach Schüttgut, Ausführung, Befüllgrad und Zubehör abweichen

min.: kleinste Spirale mit 5% Drehzahl, max.: größte Spirale mit 100% Drehzahl

** in dieser Arbeit nicht genutzte Schnecken Größen sind in Klammern

Laut Vetter [33] wird der effektive Transportquerschnitts $A_{f,w}$ je nach Schnecken-
ausführung unterschiedlich berechnet:

Ebene Vollblattschnecke:

$$A_{f,w} = \frac{\pi}{4}(D_w^2 - D_3^2) - \frac{b}{2s}(D_1 - D_3) \sqrt{\frac{\pi^2}{4}(D_1 + D_3)^2 + s^2} \quad (4.16)$$

Wendel mit Rechteckquerschnitt und Mittelachse:

$$A_{f,w} = \frac{\pi}{4}(D_w^2 - D_3^2) - \frac{b}{2s}(D_1 - D_2) \sqrt{\frac{\pi^2}{4}(D_1 + D_2)^2 + s^2} \quad (4.17)$$

Wendel mit Rechteckquerschnitt ohne Mittelachse ($D_3 = 0$):

$$A_{f,w} = \frac{\pi}{4}D_w^2 - \frac{b}{2s}(D_1 - D_2) \sqrt{\frac{\pi^2}{4}(D_1 + D_2)^2 + s^2} \quad (4.18)$$

Wendel mit Rundstabquerschnitt ohne Mittelachse ($b = \frac{1}{2}(D_1 - D_2)$, $D_3 = 0$):

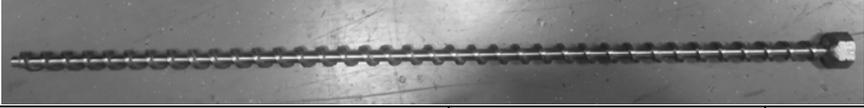
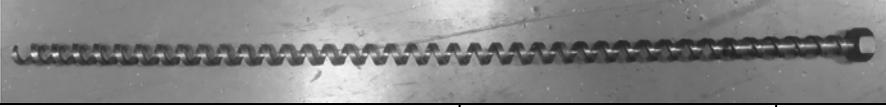
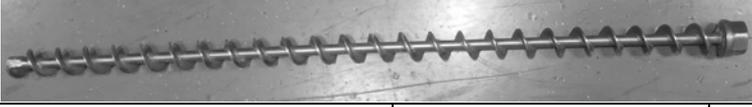
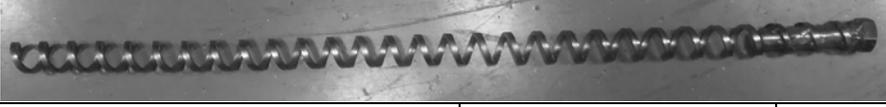
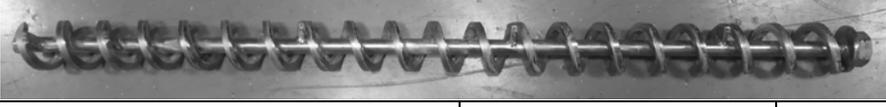
$$A_{f,w} = \frac{\pi}{4}D_w^2 - \frac{\pi b^2}{4s} \sqrt{\frac{\pi^2}{4}(D_1 + D_2)^2 + s^2} \quad (4.19)$$

Wendel mit Rundstabquerschnitt und Mittelachse ($b = \frac{1}{2}(D_1 - D_2)$):

$$A_{f,w} = \frac{\pi}{4}(D_w^2 - D_3^2) - \frac{\pi b^2}{4s} \sqrt{\frac{\pi^2}{4}(D_1 + D_2)^2 + s^2} \quad (4.20)$$

Bei granularen Schüttgütern erfolgt eine mechanische Verklammerung der Art, dass der Spalt bis zum Dosierrohrinnendurchmesser D_0 zur Schüttgutförderung beiträgt. Kohäsive Schüttgüter neigen dagegen zu einer Belagbildung an der Dosierrohrinnenwand, sodass sich der wirkliche Durchmesser des Schüttguttransportbereiches D_w zwischen dem Wendelaußendurchmesser D_1 und D_0 befindet. Der Belag kann sich periodisch bilden und wieder verschwinden, wodurch Dosierschwankungen entstehen [33]. Somit kann theoretisch der gesamte freie Querschnitt zur Schüttgutdosierung beitragen. Für die freie Querschnittsfläche A_f wird folglich der Dosierrohrinnendurchmesser D_0 anstelle des Durchmessers des Schüttguttransportbereiches D_w verwendet. Eine nicht vorhandene Nutzung des Spaltes wird bei der weiteren Berechnung im Nutzungsgrad η in Gleichung (3.2) berücksichtigt.

Tabelle 4.2: Verwendete Dosierschnecken.

Kürzel	Bezeichnung	freie Querschnittsfläche A_f / mm ²	Ganghöhe s / mm
RWMK 00	Rundwendel mit Kern Größe 00	63,6	7
			
RWMK 0	Rundwendel mit Kern Größe 0	92,7	9
			
VWOK 1	Vierkantwendel ohne Kern Größe 1	174,9	13
			
VWMK 2	Vierkantwendel mit Kern Größe 2	829,0	20
			
VWOK klein	Vierkantwendel ohne Kern klein	878,8	22
			
VBS 3	Vollblattschnecke Größe 3	843,4	29
			
VWOK groß	Vierkantwendel ohne Kern groß	862,8	20
			
VWMK 4	Vierkantwendel mit Kern Größe 4	1924,0	38
			
VWMK 5	Vierkantwendel mit Kern Größe 5	3471,7	40
			
VWMKMP 5	Vierkantwendel mit Kern und Plättchen Größe 5	3528,2	50
			

Bei allen Versuchspunkten wurden jeweils mindestens Dreifachbestimmungen vorgenommen. Bei größeren Messwertschwankungen wurden weitere Werte aufgenommen. Das Dosierrohr wurde möglichst passend zu der jeweiligen Dosierschnecke gewählt (z.B. Dosierrohr „00 III“ zu Schnecke „00“). Jedoch waren keine Dosierrohre der Größen 2 und 4 vorhanden, sodass die nächstgrößeren genutzt werden mussten. Bei der VWMKMP 5 wurde ein Dosierrohr der Größe 6 verwendet, da diese Wendel aufgrund der angeschweißten Plättchen zu groß für ein Dosierrohr der Größe 5 war. Um zu vergleichen, wie sich das Dosierverhalten der Schüttgüter durch die Plättchen ändert, wurde auch bei der VWMK 5 ein Dosierrohr der Größe 6 genutzt.

Nachdem ein Auffangbehälter am Auslauf des Dosierrohrs positioniert wurde, wurde der Dosierbehälter mit dem zu untersuchenden Schüttgut gefüllt. Dabei wurde die GLD 87 bis etwa zur Hälfte der Aufbaute gefüllt. Bei der GDU 201 wurde die gesamte Probe verwendet, sodass der Dosierbehälter bis oberhalb der Mittelachse des Rührers gefüllt wurde. Anschließend wurde die Motorfrequenz bzw. relative Drehzahl eingestellt und die Dosierschnecke gemeinsam mit dem Rührer gestartet. Ein zweiter Auffangbehälter wurde auf einer Waage mit einer Anzeigegenauigkeit von 2 g tariert. Sobald etwa einmal das von dem Dosierrohr eingeschlossene Schüttgutvolumen dosiert wurde, wurde auf den tarierten Auffangbehälter gewechselt und gleichzeitig eine Stoppuhr gestartet. Nach einem geeigneten Zeitraum wurde wieder auf den ersten Behälter gewechselt, daraufhin der Dosierer gestoppt und die dosierte Masse ermittelt. Als Zeitraum wurde ein Vielfaches von 36 s gewählt, um die Umrechnung des Massenstroms in kg/h zu erleichtern, dabei wurde darauf geachtet, dass genügend Schüttgut dosiert wurde, sodass die Anzeigegenauigkeit der Waage nur einen geringen Einfluss hat.

Zur Bestimmung der Drehzahl wurde die Motorfrequenz bzw. die relative Drehzahl variiert und die Zeit für eine bestimmte Anzahl an Umdrehungen gemessen. Es wurde für beide Schneckendosierer eine Regression durchgeführt, sodass für jeden Wert der jeweiligen Stellgröße die Drehzahl ermittelt werden konnte.

Aus der dosierten Masse m_{DV} und der Dosierzeit t_{DV} wurde der Massenstrom \dot{m}_{DV} berechnet.

$$\dot{m}_{DV} = \frac{m_{DV}}{t_{DV}} \quad (4.21)$$

Daraus erfolgte die Ermittlung des Volumenstroms \dot{V}_{DV} unter Verwendung der Schüttdichte ρ_{SS} als Näherung für die Schüttgütdichte ρ_{SB} .

$$\dot{V}_{DV} = \frac{\dot{m}_{DV}}{\rho_{SS}} \quad (4.22)$$

Schließlich konnte der Nutzungsgrad η aus Gleichung (3.2) berechnet werden.

$$\eta = \frac{\dot{V}}{A_f \cdot N \cdot s} \quad (4.23)$$

4.3. Stempelversuch

Mittels des Stempelversuchs soll das Verhalten des Schüttguts über der Dosierschnecke nachgestellt werden. Dabei wird abgebildet wie ein entstandener Schacht einstürzt und somit wie gut das Schüttgut in die Dosierschnecke gelangt.

Die Apparatur besteht hauptsächlich aus einem Stempel, der mithilfe einer Gleitstange senkrecht nach oben bewegt und fixiert werden kann. Die quadratische Stempelplatte mit einer Kantenlänge von 50 mm wurde mittels Gewinde an die Stempelstange angebracht und durch eine Mutter fixiert. An die Stempelstange wurden von der Stempelplatte beginnend Markierungen im Abstand von 5 cm angezeichnet.

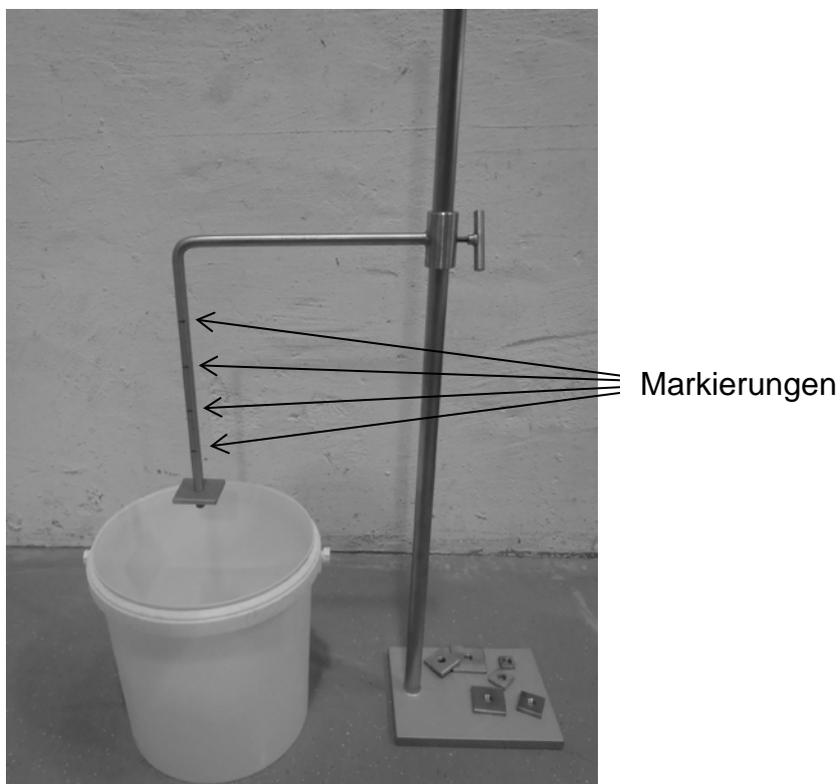


Abbildung 4.4: Aufbau des Stempelversuchs.

Der Versuch wurde jeweils als Doppelbestimmung durchgeführt. Dafür wurde der Stempel so tief wie möglich in einen 10-Liter-Eimer abgesenkt, ohne dass die Querstange auf dem Eimerrand auflag, und mit der Feststellschraube fixiert. Anschließend wurde das Schüttgut mit einer Schaufel locker auf den Stempel aufgeben. Dies wurde erreicht, indem die Schaufel in einer Hand 20 bis 25 cm (4. Markierung) über den Stempel gehalten und gegen die Fingerknöchel der anderen Hand geschlagen wurde. Das Schüttgut wurde auf 15 cm über der Platte (3. Markierung) nivelliert. Diese Höhe entsprach in etwa der Höhe des Schüttguts über den Dosierschnecken. Somit lag eine ähnliche Belastung des Schüttguts aufgrund von Schwerkraft wie in den Dosierversuchen vor. Beim Nivellieren wurde darauf geachtet, keinen Druck auszuüben, um das Schüttgut nicht zusätzlich zu verdichten. Wenn der Füllstand zu gering war, wurde weiteres Material nachgeben, wenn er zu hoch war, wurde vorsichtig welches entfernt. Anschließend wurde erneut nivelliert. Die Feststellschraube wurde gelöst und der Stempel langsam angehoben. Die Beobachtungen des gesamten Versuchs wurden notiert. Sobald der Stempel die Schüttgutoberfläche verlassen hat, wurde er in geeigneter Höhe fixiert. Da die Schüttgüter einen unterschiedlichen Böschungswinkel auf der Platte bildeten, wurde dieser Stempelwinkel mittels Gliedermaßstab abgegriffen (vgl. Abbildung 4.5). Der Winkel des Gliedermaßstabs wurde anschließend mittels eines Geodreiecks ablesen. So wurde der Winkel an allen vier Kanten ermittelt. Zusätzlich sollte die Tiefe des zurückbleibenden Schachtes ermittelt werden. Diese war jedoch stark davon abhängig, ob beim Lösen, Anheben oder Fixieren gewackelt wurde (Verdichten oder Herunterreißen von Material). Somit konnte zwar dieser Wert nicht verwendet werden, jedoch war es möglich die Schüttgüter qualitativ durch die beim Anheben des Stempels gemachten Beobachtungen und quantitativ anhand des Stempelwinkels zu beurteilen.

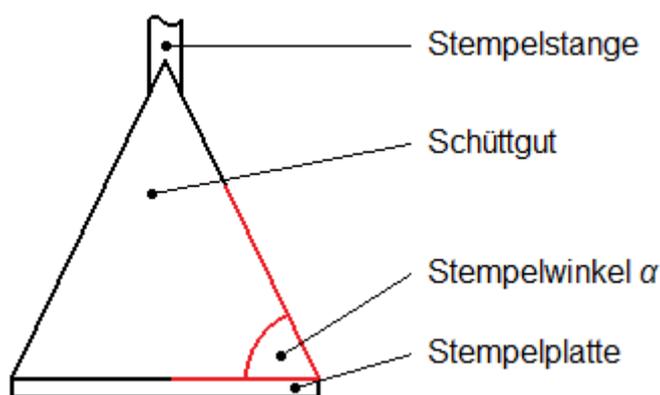


Abbildung 4.5: Stempelwinkel.

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1. Beobachtungen bei den Probenahmen

Mit einer Schaufel wurden Proben von jeweils etwa einem Liter Schüttgut für die Laboruntersuchungen und von etwa zehn Liter für die Dosiersuche genommen. Dabei konnten die Partikelbeschaffenheit sowie das Rieserverhalten beobachtet werden. Zusätzlich wurden Beobachtungen beim Umdrehen des geschlossenen Gefäßes mit den Laborproben gemacht. Diese sind in Tabelle 5.1 zusammengestellt. Rieselte ein Schüttgut sehr leicht von der Schaufel, wurde davon ausgegangen, dass die Kräfte zwischen den Schüttgutpartikeln sehr gering waren. Somit wurde ein sehr gutes Dosierverhalten erwartet. Dementsprechend könnten Schüttgüter, die einen leichten Materialzusammenhalt beim Schütteln der Schaufel zeigten, gut dosierbar sein. Bei Schüttgütern, die als Ganzes von der Schaufel glitten, wurde ein weniger gutes Dosierverhalten erwartet. Zusätzlich wurde damit gerechnet, dass bei stabileren Brücken die interpartikulären Kräfte größer waren, sodass ein schlechteres Dosierverhalten erwartet wurde.

Tabelle 5.1: Beobachtungen bei den Probenahmen der Schüttgüter (1. Partikelbeschaffenheit; 2. Bewegung von Schaufel; 3. Beobachtung beim Umdrehen des Probenbehälters; 4. sonstige).

Schüttgut	Beobachtungen
Aluminiumhydroxid	<ol style="list-style-type: none">1. kristallin, wie sehr feiner Sand2. sehr rieselfähig3. Materialbewegung ab bestimmten Neigungswinkel
Basisches Zirkoniumcarbonat	<ol style="list-style-type: none">1. pulverförmig mit großen festen Agglomeraten2. leichter Materialzusammenhalt3. stabile Brückenbildung4. Kondenswasser an Behälterdeckel
Calciumcarbonat	<ol style="list-style-type: none">1. pulverförmig mit weichen Agglomeraten2. leichter Materialzusammenhalt3. Brücke über gesamten Querschnitt
Titandioxid	<ol style="list-style-type: none">1. pulverförmig2. bewegt sich als Ganzes von Schaufel3. Brückenbildung4. geringe Schüttdichte
Zirkoniumoxid	<ol style="list-style-type: none">1. pulverförmig2. bewegt sich als Ganzes von Schaufel3. Brückenbildung4. geringe Schüttdichte

Fortsetzung von Tabelle 5.1.

Schüttgut	Beobachtungen
Kieselgur	<ol style="list-style-type: none"> 1. kristallin, wie sehr feiner Sand 2. leichter Materialzusammenhalt 3. wie Flüssigkeit (→ fluidisiert)
Kupfercarbonat	<ol style="list-style-type: none"> 1. pulverförmig 2. leichter Materialzusammenhalt 3. Brückenbildung 4. Schachtbildung bei pneumatische Entnahme
Aluminiumoxidhydroxid	<ol style="list-style-type: none"> 1. kristallin, wie sehr feiner Sand 2. sehr rieselfähig 3. leicht zu fluidisieren
Aluminiumoxid	<ol style="list-style-type: none"> 1. kristallin, wie sehr feiner Sand 2. sehr rieselfähig 3. leicht zu fluidisieren
Siliciumdioxid	<ol style="list-style-type: none"> 1. kristallin, sandartig 2. sehr rieselfähig 3. Materialbewegung ab bestimmten Neigungswinkel
Calciumhydroxid	<ol style="list-style-type: none"> 1. pulverförmig 2. leichter Materialzusammenhalt 3. leichte Brückenbildung

5.2. Klassifizierung nach Jenike

Mittels der Klassifizierung nach Jenike werden Schüttgüter danach eingeteilt, ab welcher in einem Schüttgut wirkenden Spannung ein Schüttgut zu fließen beginnt. Die Klassifizierung erfolgte in dieser Arbeit nicht anhand einer Fließfunktion. Anstelle dessen wurde der von Hilgraf [9], [10] eingeführte Ersatzparameter $n \cdot \sqrt{d'_S}$ verwendet. Dabei wurden der Gleichmäßigkeitsparameter n und der Lageparameter d'_S aus der Korngrößenverteilung nach Rosin, Rammler, Sperling und Bennet (RRSB) ermittelt. Mittels des Laserbeugungsspektrometers CILAS 920 und der Software GRANULOG Version 4.36 wurden die in Abbildung 5.1 dargestellten Rückstandssummenkurven erhalten. An Schüttgütern, die mit einer Raute als Symbol versehen wurden, wurden Dosierversuche durchgeführt; an Schüttgütern mit einem Dreieck nicht.

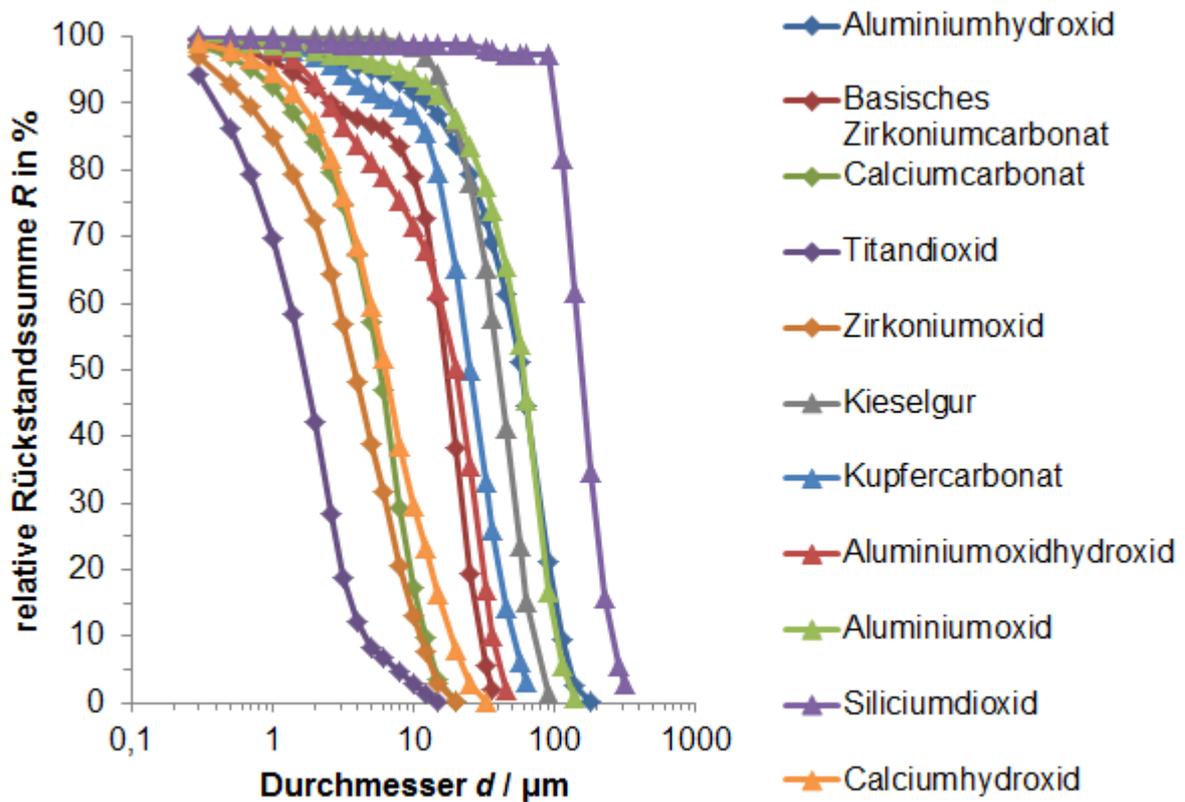


Abbildung 5.1: Rückstandssummenkurven.

Die Rückstandssummenkurven wurden nach Gleichung (4.2) umgeformt, sodass durch Regression die Steigung a_1 sowie der Achsenabschnitt a_2 erhalten wurden. Die Regressionsgerade ist beispielhaft in Abbildung 5.2 für Aluminiumhydroxid eingezeichnet. Die Parameter a_1 und a_2 sind gemeinsam mit den aus Gleichungen (4.3) und (4.4) erhaltenen RRSB-Parametern n und d'_S in Tabelle 5.2 enthalten. Wie in Abbildung 5.3 zu erkennen ist, folgte Siliciumdioxid keiner RRSB-Verteilung, da es aus drei Fraktionen bestand. Dies war durch zwei Nullanstiege, die die Fraktionen trennten, erkennbar. Dadurch war die Abweichung von einer Geraden zu stark, sodass eine Auswertung nach Jenike nicht möglich war.

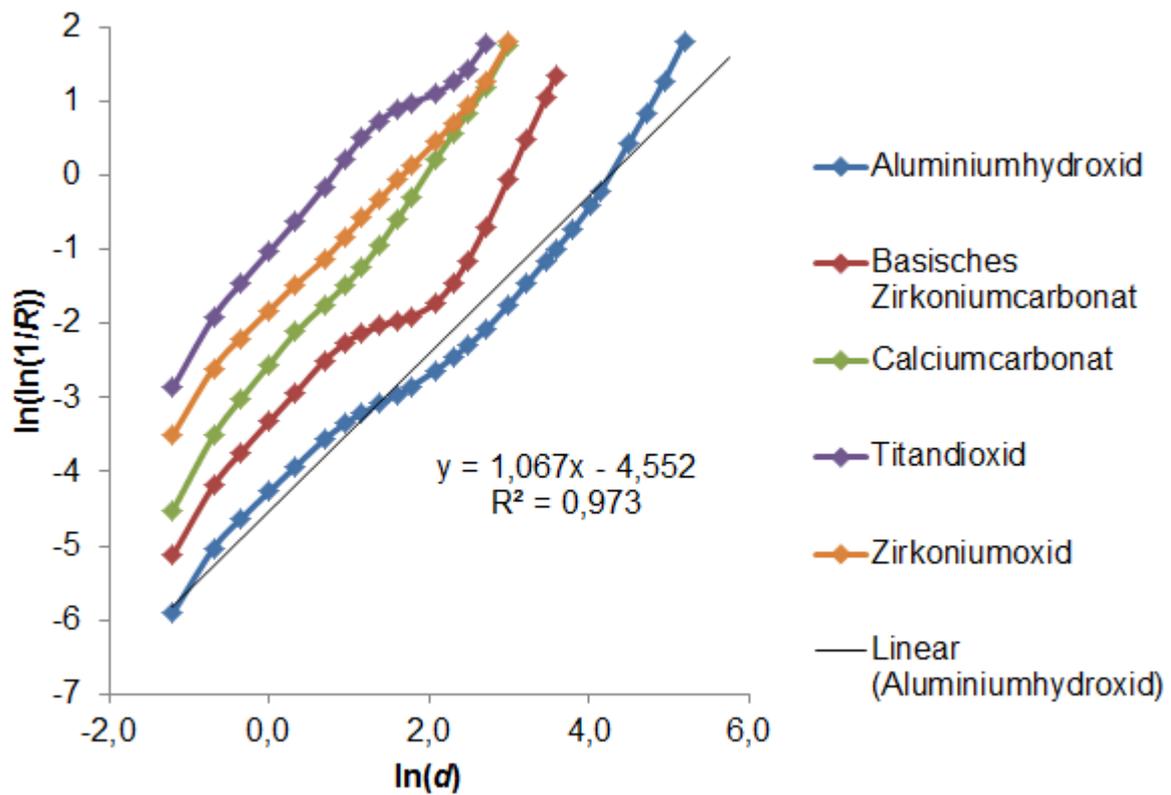


Abbildung 5.2: Linearisierte Kurven der Schüttgüter mit Dosierversuchen.

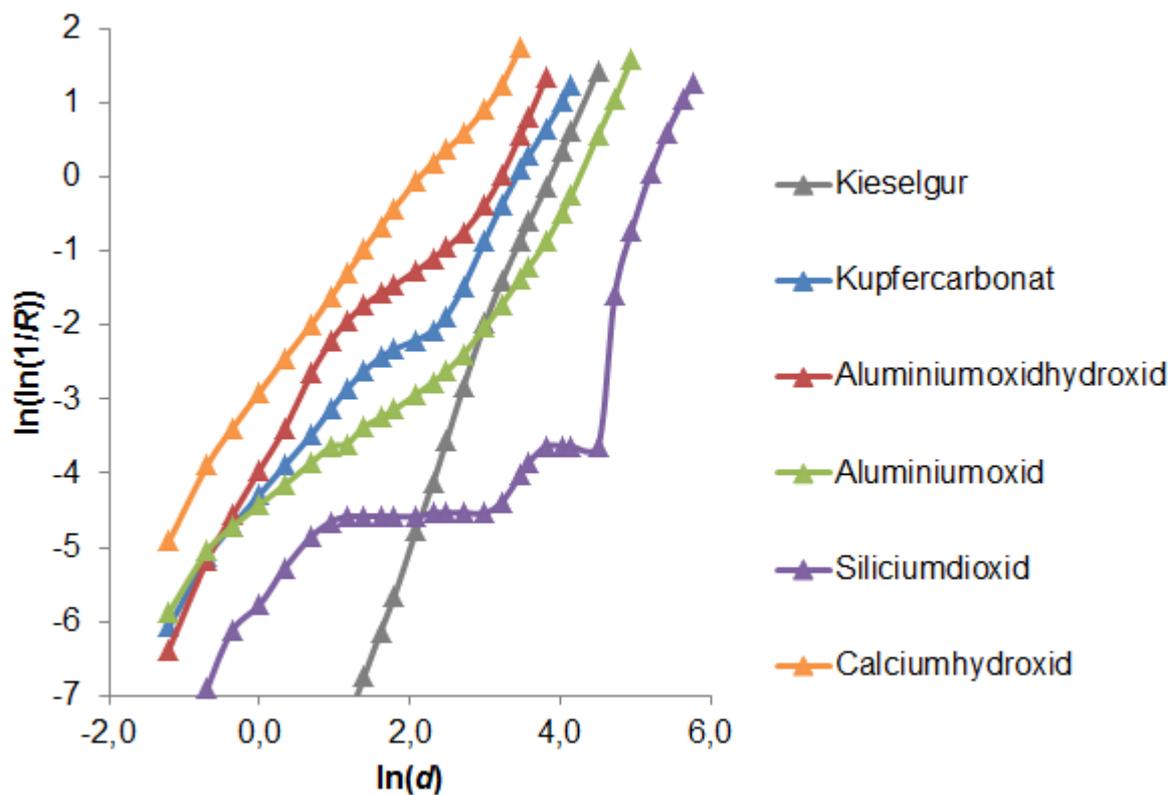


Abbildung 5.3: Linearisierte Kurven der Schüttgüter ohne Dosierversuch.

Tabelle 5.2: Parameter aus der RRSB-Korngrößenverteilung.

Schüttgut	Anstieg a_1 = Gleichmässigkeitsparameter n	Achsenabschnitt a_2	Lageparameter d'_s / μm
Aluminiumhydroxid	1,067	-4,552	71,3
Basisches Zirkoniumcarbonat	1,170	-3,557	20,9
Calciumcarbonat	1,407	-2,692	6,8
Titandioxid	1,122	-1,077	2,6
Zirkoniumoxid	1,172	-1,908	5,1
Kieselgur	2,678	-10,296	46,7
Kupfercarbonat	1,272	-4,451	33,1
Aluminiumoxidhydroxid	1,346	-4,006	19,6
Aluminiumoxid	1,067	-4,750	85,7
Siliciumdioxid	---	---	---
Calciumhydroxid	1,354	-2,954	8,9

Das Fließverhalten der Schüttgüter wurde anschließend anhand des Parameters $n \cdot \sqrt{(d'_s)}$ in Abbildung 5.4 klassifiziert. Die dabei verwendeten Grenzen entsprechen denen aus Tabelle 2.1.

Grundsätzlich nimmt mit steigendem Durchmesser die Fließfähigkeit von Schüttgütern zu, da zwar die Haftkräfte wie die Van-der-Waals-Kräfte steigen aber die entgegenwirkende Gewichtskraft stärker anwächst, sodass die resultierende Kraft mit steigendem Durchmesser sinkt. Gleiches gilt bei der Wurzel des Durchmessers. Zusätzlich wirkt sich eine breite Korngrößenverteilung negativ auf die Fließfähigkeit von Schüttgütern aus, da sich unter Last die feinen Partikel in die Hohlräume zwischen den groben Partikeln schieben und das Schüttgut dadurch stark verdichtet wird. Durch den verminderten Abstand der Partikel erhöhen sich zwischen ihnen die Haftkräfte. Somit nimmt die Fließfähigkeit mit steigendem Gleichmässigkeitsparameter n zu. Folglich gilt: Je größer $n \cdot \sqrt{(d'_s)}$ ist, desto freifließender ist das Schüttgut.

So ist beispielsweise bei Kieselgur die Korngrößenverteilung sehr eng, sodass der Gleichmässigkeitsparameter n und damit der Parameter $n \cdot \sqrt{(d'_s)}$ sehr groß ist. Dadurch gilt Kieselgur als leicht fließend, wodurch mit keiner Brückenbildung zu rechnen ist. Aluminiumoxid besitzt die breiteste Korngrößenverteilung. Jedoch besteht es aus verhältnismäßig großen Partikeln, sodass sich der Effekt der breiten

Verteilung zum Teil aufhebt. Somit besitzt es nur eine geringe Kohäsion und ist nahezu leicht fließend. Bei Aluminiumhydroxid ist der Gleichmäßigkeitsparameter n genauso groß wie bei Aluminiumoxid. Jedoch sind die Partikel kleiner, sodass der Parameter $n \cdot \sqrt{(d'_s)}$ geringer ist. Dadurch ist Aluminiumhydroxid kohäsiver. Titanoxid besteht aus sehr kleinen Partikeln. Zusätzlich ist die Korngrößenverteilung relativ breit. Daher ist es nach der Klassifizierung aushärtend und dürfte demzufolge nicht fließen. Ähnliches gilt bei Zirkoniumoxid. Es ist als sehr kohäsiv klassifiziert, liegt aber sehr nah an der Grenze zu „aushärtend“. Somit könnte auch Zirkoniumoxid aufgrund der hohen Haftkräfte sehr starke Brückenbildung hervorrufen.

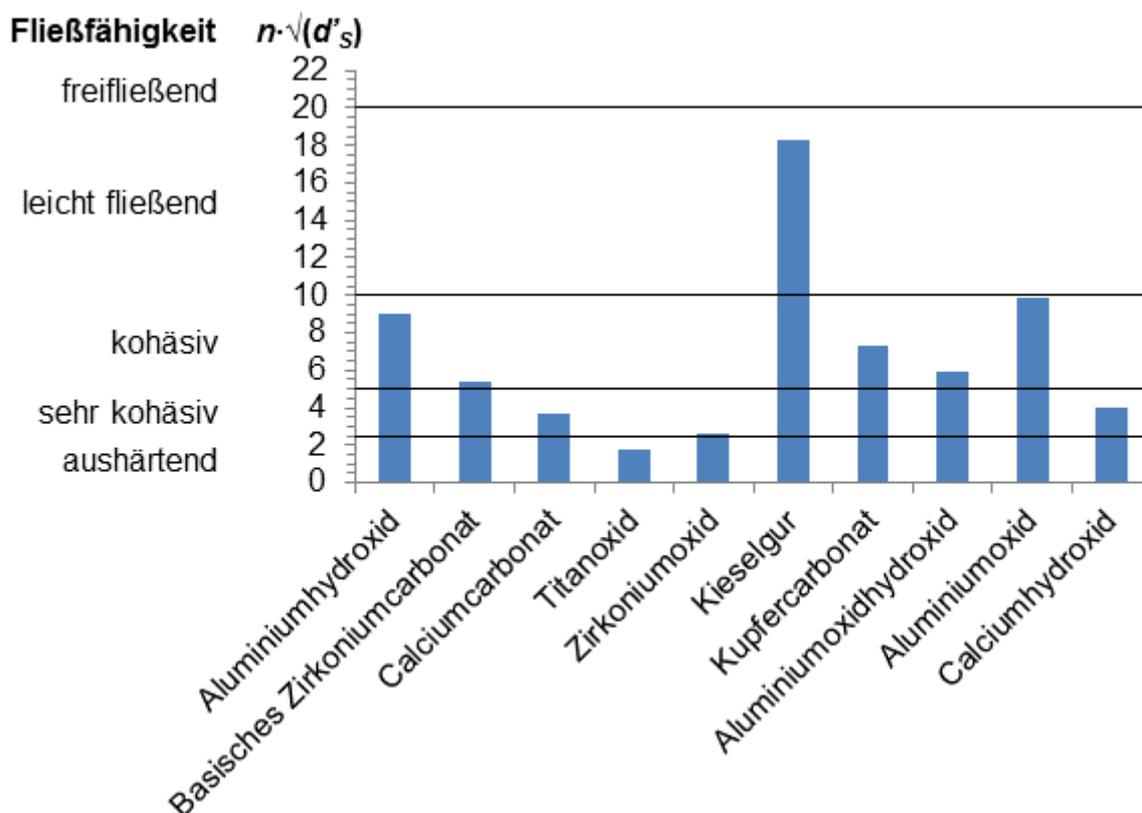


Abbildung 5.4: Fließverhalten der Schüttgüter nach Jenike (Hilgraf).

5.3. Klassifizierung nach Hausner

Die Komprimierbarkeit von Schüttgütern kann mittels der Hausner-Zahl dargestellt werden. Diese ist aus Stampf- und Schüttdichte nach Gleichung (2.1) berechenbar. Kohäsive Schüttgüter besitzen interpartikuläre Kräfte, die so stark sind, dass sich entgegen der Schwerkraft Hohlräume zwischen den Partikeln bilden [3]. Dadurch ist die Schüttdichte geringer als bei einem freifließenden Schüttgut mit gleicher Feststoffdichte. Durch Aufstampfen des Schüttguts wirkt zusätzlich die Trägheitskraft auf die Partikel. Dadurch werden die Kohäsionskräfte überwunden und die Hohlräume verringern sich – das Schüttgut wird verdichtet. Dabei gilt: Je mehr sich

ein Schüttgut verdichten ließ, desto größer ist die Hausner-Zahl und desto kohäsiver ist das Schüttgut. Die Eigenschaften der Schüttgüter (vgl. Tabelle 2.2) sind in Tabelle 5.3 dargestellt. Zum Vergleich der Komprimierbarkeit ist die Hausner-Zahl der einzelnen Schüttgüter in Abbildung 5.5 dargestellt.

Tabelle 5.3: Kompressionsverhalten der Schüttgüter nach Hausner.

Schüttgut	ρ_{SS} / kg m ⁻³	ρ_{ST} / kg m ⁻³	R_H	Eigenschaften
Aluminiumhydroxid	1280	1620	1,27	leicht kohäsiv
Basisches Zirkoniumcarbonat	530	740	1,40	(sehr) kohäsiv
Calciumcarbonat	410	640	1,56	sehr kohäsiv
Titandioxid	300	520	1,73	sehr kohäsiv
Zirkoniumoxid	300	520	1,73	sehr kohäsiv
Kieselgur	200	270	1,35	kohäsiv
Kupfercarbonat	650	1040	1,60	sehr kohäsiv
Aluminiumoxidhydroxid	560	900	1,61	sehr kohäsiv
Aluminiumoxid	990	1240	1,25	leicht kohäsiv
Siliciumdioxid	1350	1510	1,12	einfach zu fluidisieren, hohes Gashaltevermögen → lange Entlüftungszeit
Calciumhydroxid	370	580	1,57	sehr kohäsiv

Abdullah und Geldart [12] beobachteten eine asymptotische Zunahme der Schüttdichte zweier Verbindungen mit der Korngröße, sodass diese anfangs stark anstieg und ab einer gewissen Korngröße nahezu konstant war. Die Stampfdichte dagegen erreichte ein Maximum und nahm anschließend mit steigender Korngröße wieder ab. Somit sank die Hausner-Zahl mit steigender Korngröße, was ein Absinken der Kohäsion mit der Korngröße bestätigte. In dieser Arbeit wurde jedoch nicht die Korngröße von Verbindungen variiert, sondern unterschiedliche Schüttgüter untersucht. Allerdings besitzen Aluminiumhydroxid und Kupfercarbonat die gleiche Feststoffdichte (vgl. Tabelle 5.5), sodass dieser wichtige Einfluss auf die Schüttgutdichten ausgeschlossen werden kann. Es zeigt sich, dass Kupfercarbonat, welches kleinere Partikel besitzt als Aluminiumhydroxid, eine 50 % kleinere Schüttdichte aufweist. Dagegen beträgt die Stampfdichte von Kupfercarbonat 60 % der Stampfdichte von Aluminiumhydroxid. Dadurch ergibt sich eine größere Hausner-Zahl und somit eine höhere Kohäsion.

Siliciumdioxid besitzt sehr große Partikel, wodurch die Kohäsion gering ist. Zusätzlich besitzen die Partikel eine hohe Dichte, sodass die interpartikulären Haftkräfte relativ

gesehen noch geringer ausfallen. Somit ist im Vergleich zu kohäsiveren Schüttgütern das Verhältnis aus Stampfdichte zu Schüttdichte wesentlich geringer, weshalb die Hausner-Zahl niedrig ist. Folglich ist bei Siliciumdioxid mit einer sehr geringen Kohäsion zu rechnen.

Basisches Zirkoniumcarbonat besitzt sowohl kleinere Partikel als Kupfercarbonat als auch eine geringere Dichte. Beides spricht für ein kohäsiveres Verhalten und damit eine höhere Hausner-Zahl. Diese ist jedoch wesentlich geringer. Somit scheinen weitere Größen die Komprimierbarkeit von Schüttgütern zu beeinflussen. Diese könnten unter anderem die Partikelrauigkeit oder die Oberflächenfeuchtigkeit sein.

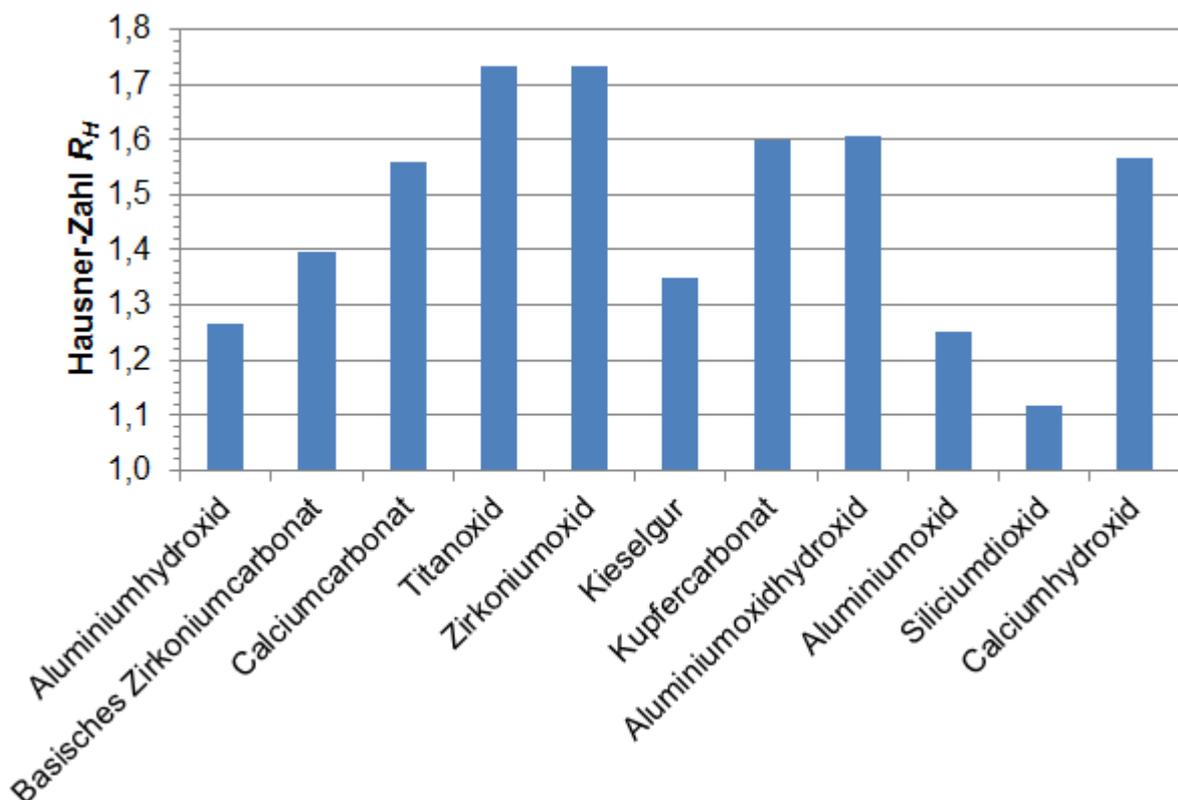


Abbildung 5.5: Hausner-Zahlen der untersuchten Schüttgüter.

5.4. Ergebnisse des Stempelversuchs

Der Stempelversuch diente der Nachbildung des Schüttgutverhaltens über der Dosierschnecke. Es wurde dargestellt wie ein gebildeter Schacht einstürzt. Aus den in Tabelle 5.4 beschriebenen Beobachtungen ist es möglich, Rückschlüsse darüber zu ziehen, wie gut das Schüttgut in die Dosierschnecke gelangt.

Tabelle 5.4: Beobachtungen während des Stempelversuchs.

	Aluminiumhydroxid	basisches Zirkoniumcarbonat	Calciumcarbonat	Titanoxid	Zirkoniumoxid
Stempelwinkel α	61,6°	99,7°	104,5°	93,1°	97,6°
Standardabweichung SW	1,5°	6,1°	2,8°	2,3°	2,8°
Beobachtung	beim Anheben Trichterbildung um Stange	Material bewegte sich anfangs nicht, obwohl Stempel angehoben			
	weiter anheben → Materialbewegung ohne Höhengewinn, leichte Rissbildung	weiter anheben → sehr weitreichende Rissbildung an Oberfläche	weiter anheben → Rissbildung an Oberfläche		
	weiter → Materialpyramide angehoben	weiter → Material wird angehoben			
Enderscheinung	sehr flacher Trichter, kein Hohlraum	Schacht noch gut erkennbar aber weniger tief	kein Schacht, nur breiter Trichter	quaderförmiger Schacht, nur wenig Material hereingefallen	quaderförmiger Schacht, oben leichte Trichteröffnung

Die bei Aluminiumhydroxid beobachtete Trichterbildung um die Stange und Materialbewegung ohne Höhengewinn zeigen, dass das Schüttgut um den Stempel herum fließt, um den entstandenen Hohlraum unterhalb des Stempels zu füllen. Dies zeigt, dass das Aluminiumhydroxid sehr fließfähig ist. Dadurch bildet sich kein Schacht und das Material fließt ungehindert in die Schneckenzwischenräume. Bei den anderen Schüttgütern wurde beim Anheben des Stempels am Anfang keine oberflächliche Materialbewegung beobachtet, da vermutlich die Schüttgüter verdichtet wurden.

Nach der Enderscheinung zu urteilen, wären Titanoxid und Zirkoniumoxid sehr schlecht dosierbar, da sie einen stabilen Schacht gebildet haben, während bei den anderen Schüttgütern der Schacht zumindest zum Teil eingestürzt ist. Jedoch zeigten das basische Zirkoniumcarbonat und Calciumcarbonat eine weitreichende Rissbildung beim Anheben des Stempels. Dies spricht dafür, dass die Bewegung nach oben über eine große Strecke übertragen wurde, was starke Kräfte zwischen

den Partikeln zur Grundlage hat. Somit zeigen das basische Zirkoniumcarbonat und Calciumcarbonat ein kohäsives Verhalten und sind schlecht dosierbar. Als die beiden Schüttgüter weiter mit dem Stempel angehoben wurden, wurde ein gewisser Punkt erreicht, ab dem die Schwerkraft des mitangehobenen Materials so groß war, dass die Kräfte zwischen den Partikeln überwunden wurden. Das mitangehobene Material löste sich von dem Material auf dem Stempel, fiel nach unten und rutschte durch die Bewegung in den Schacht. Dagegen besitzen Titanoxid und Zirkoniumoxid geringere Kräfte zwischen Partikeln, sodass nur minimal zusätzliches Material mit angehoben wurde und das Schüttgut auf dem Stempel an restlichem Schüttgut vorbeiglitt. Somit entstand ein stabiler quaderförmiger Schacht obwohl die Oxide weniger kohäsiv waren als die Carbonate.

Als weiteres Unterscheidungsmerkmal zwischen den Schüttgütern zeigte sich der gebildete Winkel des Schüttguts auf dem Stempel (siehe Abbildung 4.5). Dabei wurde angenommen, dass analog zum statischen Böschungswinkel und zum Spatelwinkel die Fließfähigkeit eines Schüttguts steigt, je geringer der Winkel ist. Somit sollte Aluminiumhydroxid mit einem Winkel von etwa 62° besser dosierbar sein, als die anderen Schüttgüter mit einem Winkel von über 90° .

5.5. Klassifizierung nach Geldart

Zur Klassifizierung der Schüttgüter nach ihrer Fluidisierbarkeit werden diese in einem Geldart-Diagramm (siehe Abbildung 5.6) aufgetragen. Da die Fluiddichte ρ_F nur einen geringen Einfluss auf die Dichtedifferenz ($\rho_S - \rho_F$) hat, wurde nur die Feststoffdichte des Schüttguts ρ_S über dem mittleren Partikeldurchmesser \bar{d}_3 aufgetragen. Dabei sind die eingezeichneten Grenzen nicht so scharf, wie es das Diagramm vermuten lässt, sodass grenznahe Schüttgüter als Mischung beider Gruppen eingeordnet werden können. So wurde das basische Zirkoniumcarbonat sowohl der Gruppe A als auch der Gruppe C zugeordnet und besitzt somit Eigenschaften von beiden. Weitere Eigenschaften können gemeinsam mit den Parametern der Geldart-Klassifizierung in Tabelle 5.5 eingesehen werden.

Tabelle 5.5: Fluidisationsverhalten der Schüttgüter nach Geldart.

Schüttgut	Reindichte $\rho_s / \text{kg m}^{-3}$	\bar{d}_3 / μm	Geldart- Gruppe	Beschreibung nach Geldart
Aluminiumhydroxid	2480	60,6	A	leicht kohäsiv, hohes Gashaltevermögen
Basisches Zirkoniumcarbonat	1870	17,3	A/C	(leicht) kohäsiv, sehr hohes Gashaltevermögen
Calciumcarbonat	2540	6,3	C	kohäsiv, Fluidisation extrem schwierig, Bett im Ganzen angehoben
Titandioxid	3160	2,4	C	kohäsiv, Fluidisation extrem schwierig, Bett im Ganzen angehoben
Zirkoniumoxid	5150	5,0	C	kohäsiv, Fluidisation extrem schwierig, Bett im Ganzen angehoben
Kieselgur	2090	42,7	A	leicht kohäsiv, hohes Gashaltevermögen
Kupfercarbonat	2480	27,8	A/C	(leicht) kohäsiv, sehr hohes Gashaltevermögen
Aluminium- oxidhydroxid	2910	19,7	A/C	(leicht) kohäsiv, sehr hohes Gashaltevermögen
Aluminiumoxid	3590	59,9	A/B	leicht fließend, mittleres Gashaltevermögen
Siliciumdioxid	2690	166,0	B	freifließend, geringes Gashaltevermögen
Calciumhydroxid	2390	8,4	C	kohäsiv, Fluidisation extrem schwierig, Bett im Ganzen angehoben

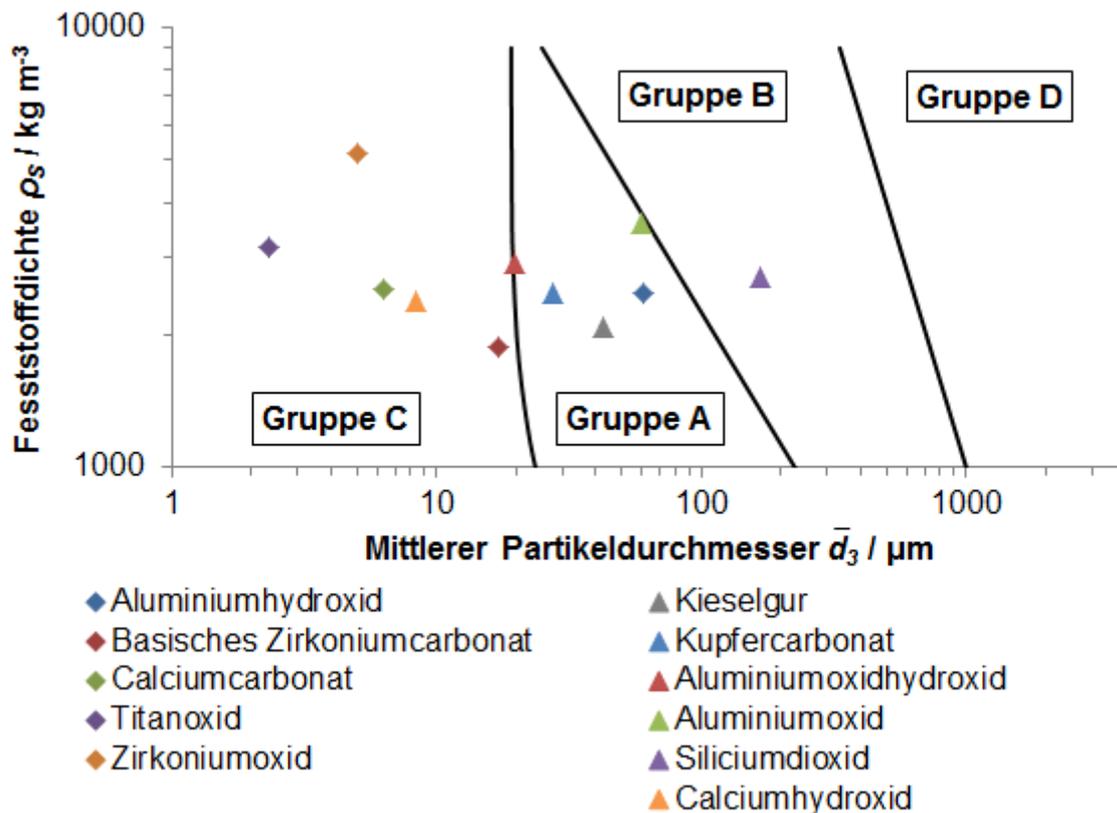


Abbildung 5.6: Klassifizierung der Schüttgüter nach Geldart.

5.6. Ergebnisse aus den Dosierversuchen

Die Dosierversuche wurden an zwei unterschiedlich großen Schneckendosiergeräten durchgeführt – der GLD 87 und der GDU 201. Der markanteste Unterschied dieser beiden Geräte ist ihre Größe und damit auch ihre Dosierleistung.

5.6.1. GLD 87

Wie in Abbildung 5.7 zu sehen ist, wurde zuerst die Drehzahl der Schnecke in Abhängigkeit der Motorfrequenz als Stellgröße ermittelt. Somit konnten weitere Berechnungen mit der Drehzahl als Kenngröße durchgeführt werden.

Anschließend wurden die Dosierversuche mit unterschiedlichen Schüttgütern durchgeführt. Dabei stellte sich heraus, dass sich bei diesem Dosiergerät lediglich Aluminiumhydroxid problemlos dosieren ließ. Wie in Abbildung 5.8 zu erkennen ist, war bei jeder verwendeten Schnecke ein linearer Zusammenhang zwischen der Drehzahl N und dem Massenstrom \dot{m}_{DV} bzw. dem Volumenstrom \dot{V}_{DV} feststellbar. Zusätzlich waren die Dosierungen sehr reproduzierbar. Dies ist daran zu sehen, dass die Markierungen für die Standardabweichung nur wenig von den Datenpunkten abweichen.

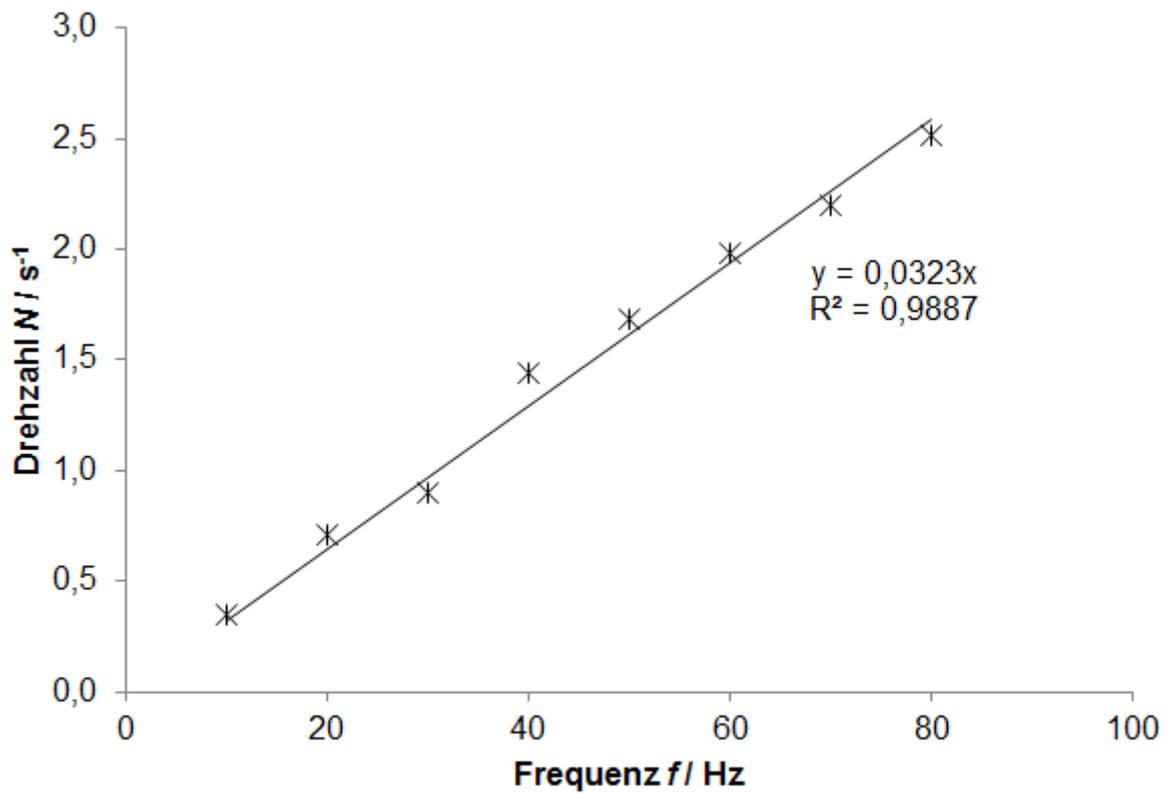


Abbildung 5.7: Kalibrierung der Drehzahl N der GLD 87.

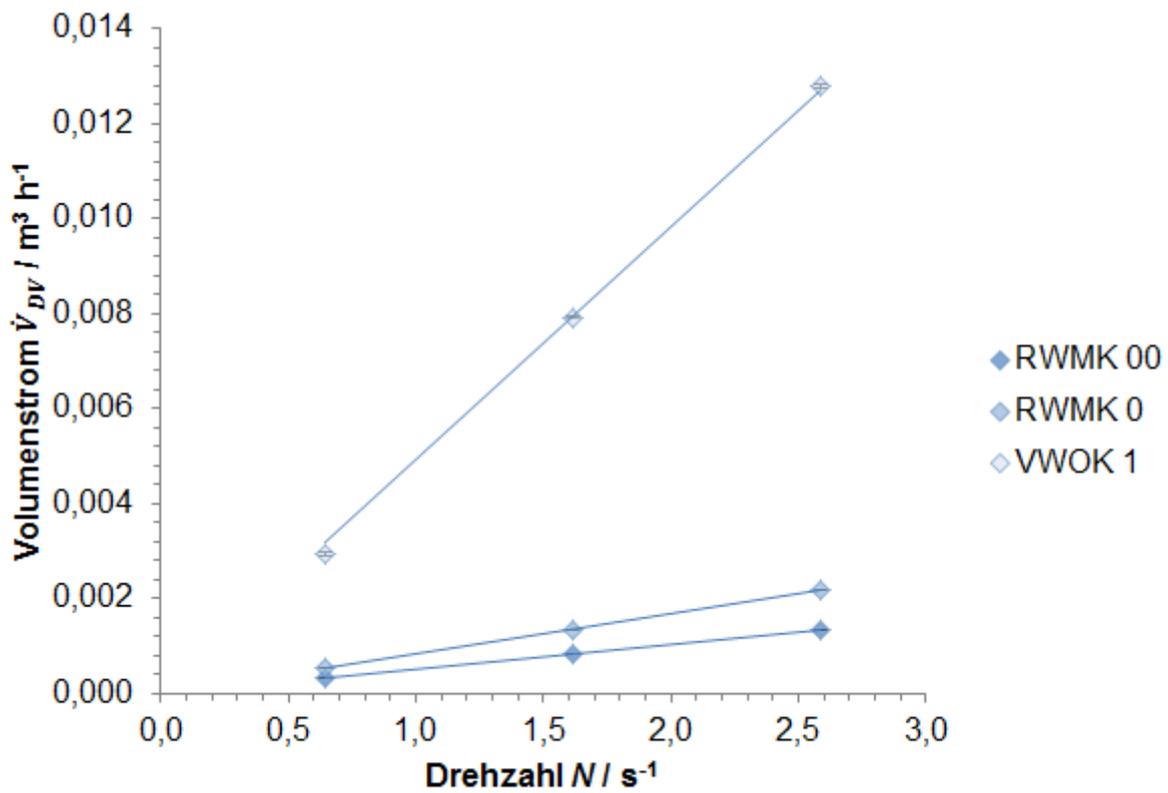


Abbildung 5.8: Dosierkurven von Aluminiumhydroxid an der GLD 87.

Titandioxid ließ sich gut mit der größten Schnecke (VWOK 1) fördern. Jedoch nahm der Massenstrom des Schüttguts mit der Füllhöhe des Dosierbehälters ab. Zusätzlich waren eine Schachtbildung sowie eine leichte Brückenbildung außerhalb des Wirkungsbereichs des Rührers zu beobachten. Stürzten diese ein, wurde das Schüttgut über der Schnecke so verdichtet, dass zwar das gleiche Volumen aber eine höhere Schüttgutmasse dosiert wurde. Dadurch ergaben sich starke Dosierschwankungen. Da sich mit kleineren Dosierschnecken eher mehr Dosierprobleme ergeben, ist die GLD 87 nicht für die Dosierung von Titandioxid geeignet.

Es wurde bei den Schüttgütern basisches Zirkoniumcarbonat, Calciumcarbonat und Zirkoniumoxid eine Brückenbildung außerhalb des Wirkungsbereichs des Rührers beobachtet, sodass der anfängliche Massenstrom schnell versiegte. Vermutlich wurde dadurch, dass der Rührer oberhalb seiner Antriebswelle Schüttgut in den hinteren Bereich des Behälters bewegt, dieses dort so verdichtet wird, dass eine stabile Brücke entstand, die sich nach und nach über den gesamten Behälterquerschnitt aufbaute. Die gebildeten Brücken waren so stabil, dass sie mit einem Loch versehen werden konnten, ohne einzustürzen. Dabei war die Brücke aus basischem Zirkoniumcarbonat besonders fest.

Somit lässt sich unter den hier getesteten Schüttgütern einzig Aluminiumhydroxid mit der GLD 87 dosieren.

5.6.2. GDU 201

Wie bei dem kleinen Dosiergerät wurde die Drehzahl in Abhängigkeit von der Stellgröße Antriebsleistung ermittelt. Wie in Abbildung 5.9 zu sehen ist, ist ein linearer Zusammenhang zwischen den beiden Größen gegeben.

Auch bei der GDU 201 ließ sich Aluminiumhydroxid sehr gut dosieren. Dies ist auch hier das einzige Schüttgut, das sich mit allen Schnecken dosieren ließ. Bei den anderen Schüttgütern stellten sich Probleme ein. Häufig war zunächst ein Massenstrom an Schüttgut aus der Schnecke zu erkennen bis dieser versiegte. Zur anschließenden Entleerung des Dosierers und zum Wechsel der Schnecke, wurde das Dosierrohr entfernt. Dabei war bei Dosierproblemen häufig eine Wand an Schüttgut zu erkennen. Dies ist beispielhaft in Abbildung 5.10 anhand von Zirkoniumoxid dargestellt. Zusätzlich war zu erkennen, dass sich außerhalb des Wirkungsbereichs der Schnecke das Schüttgut verfestigte. Bei Calciumcarbonat waren die Anlagerungen an das Dosierrohr besonders massiv. Bei der Dosierung des basischen Zirkoniumcarbonats mit der Schnecke VWMK 5 war zu beobachten, dass der Massenstrom an Schüttgut bei höheren Drehzahlen wieder nachließ. Möglicherweise konnte nicht so viel Schüttgut aus dem Behälter in die Schnecke gelangen, wie theoretisch mit der Schnecke gefördert werden konnte. Bei

Calciumcarbonat schwankte bei der gleichen Schnecke der Massenstrom derart stark, dass keine Dosierung möglich war.

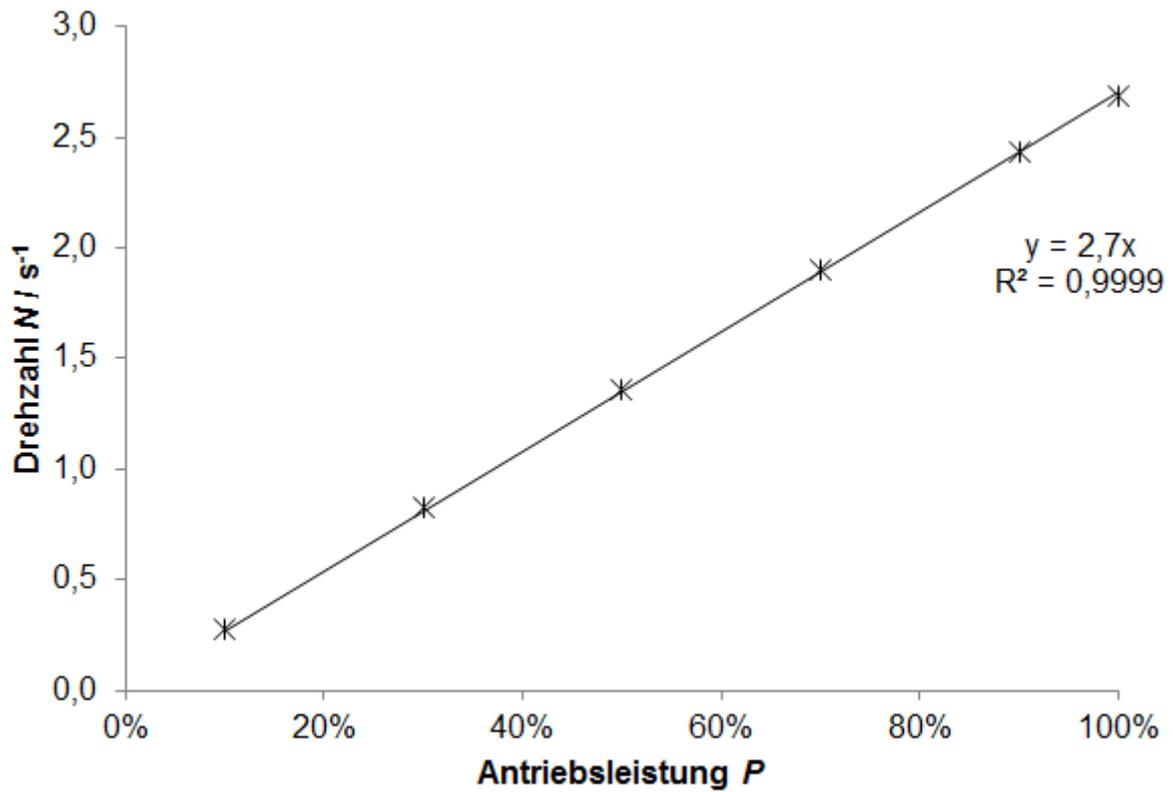


Abbildung 5.9: Kalibrierung der Drehzahl N der GDU 201.

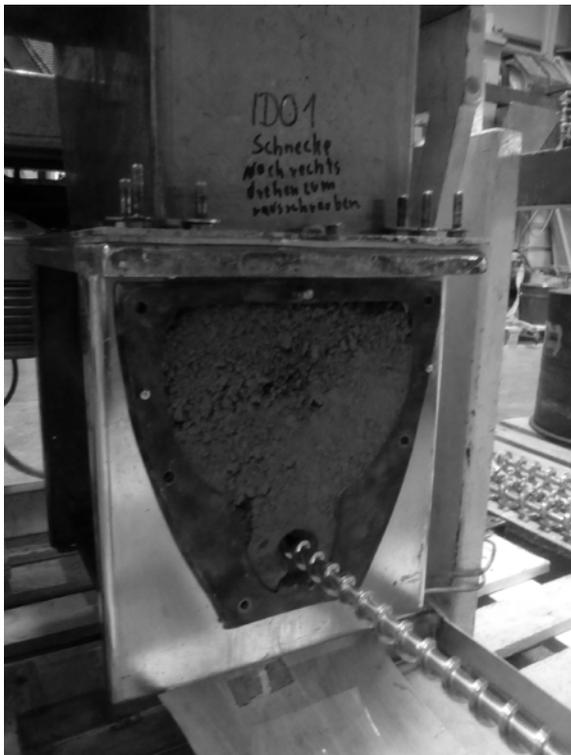


Abbildung 5.10: Darstellung des Dosierproblems am Zirkoniumoxid.

Ob ein Schüttgut mit der jeweiligen Schnecke dosierbar ist, ist nochmals in Tabelle 5.6 dargestellt. Demnach ergibt sich eine Abfolge der Dosierbarkeit von Aluminiumhydroxid > Titandioxid > Zirkoniumoxid > basisches Zirkoniumcarbonat > Calciumcarbonat. Ein ähnliches Bild ergibt sich bei der Darstellung der Volumenströme in Abhängigkeit von der Drehzahl bei der größten Schnecke wie in Abbildung 5.11, nur dass hier das basische Zirkoniumcarbonat am schlechtesten dosierbar ist. Weitere Werte aus den Dosierversuchen können der Anlage 2 entnommen werden. In den Diagrammen zu den Dosierversuchen ist zusätzlich der jeweilig maximal mögliche Volumenstrom dargestellt, der sich aus der freien Querschnittsfläche A_f , der Ganghöhe s und der Schneckendrehzahl N ergibt. Dadurch kann der Nutzungsgrad η aus Gleichung (3.2) optisch eingeordnet werden.

Tabelle 5.6: Dosierbarkeit der Schüttgüter mit der GDU 201.

Schüttgut	VWMK 2	VWOK klein	VBS 3	VWOK groß	VWMK 4	VWMK 5	VWMKMP 5
Aluminiumhydroxid	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Basisches Zirkoniumcarbonat	○	○	○	○	×	(✓)	✓
Calciumcarbonat	○	○	○	×	○	×	✓
Titandioxid	×	○	×	✓	✓	✓	✓
Zirkoniumoxid	○	○	○	○	×	✓	✓

✓ gut dosierbar

× nicht dosierbar

○ nicht getestet, da mit größerer Schnecke nicht dosierbar

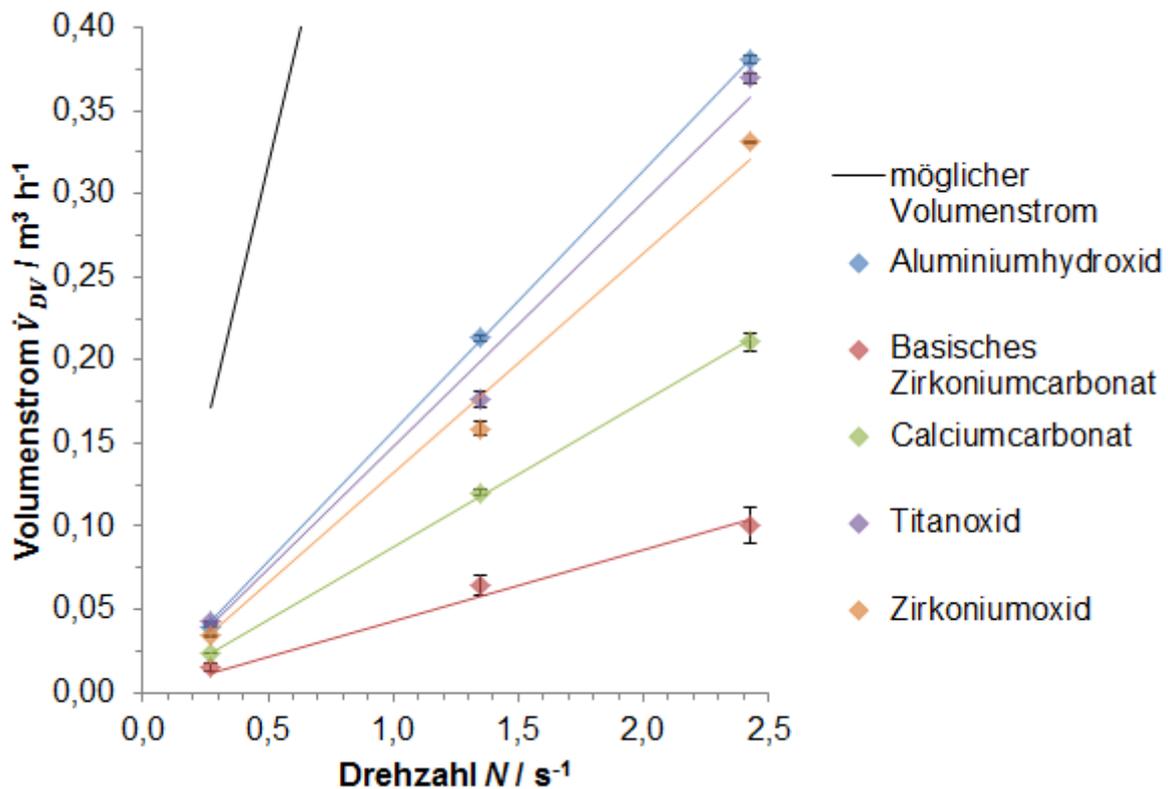


Abbildung 5.11: Dosierversuche mit Schnecke VWMKMP 5 an der GDU 201.

5.6.3. Nutzungsgrad der Dosierung

Der Nutzungsgrad η wurde jeweils für jedes Schüttgut, jede Dosierschnecke bei jeder untersuchten Drehzahl nach Gleichung (3.2) ermittelt. Er ist für jeden Messpunkt in Tabelle 5.7 dargestellt. Es ist zu beobachten, dass häufig der Nutzungsgrad mit der Schneckendrehzahl abnimmt. Das bedeutet, dass Kräfte entgegen der Förderung wirken, die nicht linear von der Drehzahl abhängen.

Nach Pahl, Ernst und Wilms [8] kann überschlägig der Volumenstrom nach Gleichung (5.1) berechnet werden. Dabei ist φ der Füllgrad, welcher vom Fließverhalten des Schüttguts abhängig ist, k eine Schneckenkonstante, welche je nach Schneckentyp variiert, und ϵ der Füllgradfaktor, der bei horizontaler Förderung „1“ beträgt.

$$\dot{V} = \frac{\pi}{4} \cdot D_0^2 \cdot N \cdot s \cdot \varphi \cdot k \cdot \epsilon \quad (5.1)$$

Damit sollte der Nutzungsgrad vom Schüttgut und Schneckentyp abhängen, wodurch sich bei allen Schnecken, die das gleiche Schüttgut fördern, der gleiche Nutzungsgrad ergeben müsste. Beim Vergleich der Nutzungsgrade aus Tabelle 5.7 fällt auf, dass zwar jeweils bei Aluminiumhydroxid und Titanoxid die Nutzungsgrade für die

beiden großen Vierkantwendeln mit Kern ähnlich groß sind, jedoch unterscheiden diese sich sehr stark von denen der kleineren Vierkantwendeln mit Aluminiumhydroxid. Auch ist im Verhältnis der Nutzungsgrad der großen Vierkantwendel ohne Kern mit Aluminiumhydroxid sehr viel größer als mit Titanoxid. Somit kann keine Übereinstimmung mit der Theorie nach Pahl, Ernst und Wilms gefunden werden. Dadurch ist es nicht möglich, anhand dieser Kriterien eine Vorhersage zum Volumenstrom (oder anwendungsbezogen zum Massenstrom) des Schüttguts zu treffen.

Tabelle 5.7: Nutzungsgrade an allen Messpunkten.

	GLD 87				GDU 201							
	Drehzahl N/s^{-1}	Nutzungsgrad $\eta / \%$			Drehzahl N/s^{-1}	Nutzungsgrad $\eta / \%$						
		RWMK 00	RWMK 0	VWOK 1		VWMK 2	VWOK klein	VBS 3	VWOK groß	VWMK 4	VWMK 5	VWMKMP 5
Aluminiumhydroxid	0,65	31,1	27,6	55,5	0,27	16,0	24,5	44,8	84,4	24,7	28,2	22,9
	1,62	31,4	27,3	59,8	1,35	16,2	24,5	43,6	81,9	24,6	28,1	24,8
	2,59	31,7	28,1	60,4	2,43	16,2	24,5	43,2	81,9	24,4	28,0	24,7
Basisches Zirkoniumcarbonat	0,65	--	--	--	0,27	--	--	--	--	0,0	12,6	8,8
	1,62	--	--	--	1,35	--	--	--	--	0,0	18,1	7,5
	2,59	--	--	--	2,43	--	--	--	--	0,0	8,0	6,5
Calciumcarbonat	0,65	--	--	--	0,27	--	--	--	0,0	--	--	13,6
	1,62	--	--	--	1,35	--	--	--	0,0	--	13,5	14,0
	2,59	--	--	--	2,43	--	--	--	0,0	--	--	13,7
Titanoxid	0,65	--	--	--	0,27	0,0	--	0,0	39,3	16,2	23,2	24,7
	1,62	--	--	--	1,35	0,0	--	0,0	32,3	16,4	16,7	20,6
	2,59	--	--	--	2,43	0,0	--	0,0	37,7	15,0	15,3	24,0
Zirkoniumoxid	0,65	--	--	--	0,27	--	--	--	--	0,0	21,2	19,8
	1,62	--	--	--	1,35	--	--	--	--	0,0	18,2	18,5
	2,59	--	--	--	2,43	--	--	--	--	0,0	17,1	21,4

6. Zusammenfassung

Die bei den Probenahmen getroffenen Beobachtungen konnten bereits einen guten Eindruck darüber geben, wie sich die Schüttgüter verhalten. Schüttgüter, die leicht von der Schaufel rieseln, besitzen eine gute Fließfähigkeit. Schüttgüter, die sich in größeren Bruchstücken oder als Ganzes von der Schaufel bewegen, besitzen einen stärkeren Partikelzusammenhalt und neigen eher zur Brückenbildung.

Bei der Klassifizierung nach Jenike erfolgte die Beurteilung der Fließfähigkeit nicht anhand von Scherversuchen, sondern anhand des von Hilgraf vorgeschlagenen Ersatzparameters $n \cdot \sqrt{(d'_s)}$. Dieser setzt sich aus zwei Parametern der Korngrößenverteilung nach Rosin, Rammler, Sperling und Bennet (RRSB) zusammen. Es wurde somit ein Parameter gefunden, der berücksichtigt, dass kleine Partikel zu einer erhöhten Kohäsivität des Schüttguts beitragen.

Die Kohäsivität wurde auch anhand der Hausner-Zahl ermittelt. Je kohäsiver ein Schüttgut ist, desto mehr Hohlräume bilden sich beim lockeren Aufschütten, die durch Aufstampfen der Probe geschlossen werden. Je stärker sich ein Schüttgut verdichten lässt, desto größer ist die Hausner-Zahl.

Bei der Klassifizierung nach Geldart wird der Partikelzusammenhalt anhand der Partikeldichte und des mittleren Partikeldurchmessers abgeschätzt.

Diese drei Klassifizierungen ergaben häufig ähnliche Ergebnisse. Jedoch ergaben sich aufgrund der unterschiedlichen Beurteilungsansätze auch starke Abweichungen. So wurde beispielsweise Kieselgur aufgrund seiner sehr engen Korngrößenverteilung nach Jenike als besser fließend als die anderen Schüttgüter eingeordnet. Nach Geldart und Hausner liegt es jedoch nur an der vierten Stelle bei der Beurteilung der Fließfähigkeit. Kieselgur besitzt eine relativ geringe Partikeldichte, weshalb die Schwerkraft des Partikels gering ist. Dabei sind die Oberflächenhaftkräfte zwischen den Partikeln genau so groß, wie es bei anderen Schüttgütern mit gleicher Partikelgröße der Fall wäre. Dadurch wird Kieselgur nach Geldart weniger gut fließend eingeordnet. Durch die verhältnismäßig hohen Haftkräfte bilden sich beim lockeren Aufschütten mehr Hohlräume, was eine höhere Hausner-Zahl begründet.

Bei den drei Klassifizierungsmethoden wurden jeweils unterschiedliche Schüttgutenkennwerte zur Beschreibung der Fließfähigkeit verwendet. Dabei wurden jedoch zusätzlich Kennwerte wie Oberflächenrauigkeit, Partikelform oder Feuchtigkeit nicht betrachtet. Doch selbst wenn diese Werte bekannt wären, ist es sehr schwierig aus all diesen Kennwerten einen Zusammenhang zu finden, um die Fließfähigkeit zu beurteilen. Aus diesem Grund wurde ein anderes Verfahren gewählt, um den Zusammenhalt der Partikel und damit die Fließfähigkeit zu beurteilen. Auf einen Stempel wurde Schüttgut so hoch aufgegeben, wie es bei den Dosiersuchen über der Dosierschnecke stand. Damit sollten die Spannungsverhältnisse, die oberhalb

der Schnecke vorlagen, nachgestellt werden. Das gut fließfähige Schüttgut Aluminiumhydroxid floss beim Anheben des Stempels um diesen herum und hinterließ einen geringen Böschungswinkel auf dem Stempel – den sogenannten Stempelwinkel. Titanoxid und Zirkoniumoxid wurden als schlecht fließende Schüttgüter eingeordnet, da sie mit dem Stempel angehoben wurden und einen Schacht außerhalb des Wirkungsbereichs des Stempels hinterließen. Der Stempelwinkel betrug über 90°. Das basische Zirkoniumcarbonat und das Calciumcarbonat gelten als sehr schlecht fließend, da die Haftkräfte zwischen den Partikeln so groß waren, dass auch Material weit außerhalb des Wirkungsbereichs des Stempels mit angehoben wurde, bis die Schwerkraft die Haftkraft überschritt und das Material lawinenartig abrutschte. Der übriggebliebene Stempelwinkel war noch größer als bei den Oxiden. Damit wurden durch diesen Stempelversuch anders als bei den anderen Klassifizierungen die hier untersuchten Carbonate als schlechter fließend eingestuft als die Oxide.

Bei den Dosierversuchen ließ sich lediglich Aluminiumhydroxid mit allen verwendeten Schnecken dosieren. Titanoxid ließ sich nur mit den vier größten Schnecken, bezogen auf den Außendurchmesser, dosieren, Zirkoniumoxid nur mit den zwei größten und beim basischen Zirkoniumcarbonat und dem Calciumcarbonat war dies nur mit der größten Schnecke möglich. Dies entspricht auch der Einordnung aus dem Stempelversuch, sodass dieser verwendet werden könnte, um eine Einordnung der Dosierbarkeit nach dem Stempelwinkel oder den Beobachtungen durchzuführen. So könnte die Grenze zur Dosierbarkeit mit der Schnecke VWMK 4 zwischen 90° und 100° und mit der Schnecke VWMK 5 zwischen 95° und 107° liegen. Diese Grenzen sollten jedoch mit weiteren Messungen belegt werden.

Wurden die Dosierversuche mit einem Schüttgut durchgeführt, zeigten die Dosierschnecken des gleichen Typs unterschiedliche Nutzungsgrade. Im Vergleich von zwei Schüttgütern variierten die Nutzungsgrade zwischen zwei Schnecken auch unterschiedlich stark. Somit ist der Nutzungsgrad einer Schnecke nicht nur vom Schneckentyp und vom Schüttgut abhängig, wodurch eine Voraussage des Volumen- bzw. Massenstroms mit den hier ermittelten Werten nicht möglich ist.

7. Hinweis auf weiterführende Arbeiten

In dieser Arbeit wurde ein direkter Zusammenhang zwischen den im Stempelversuch gemachten Beobachtungen inklusive des Stempelwinkels und der Dosierbarkeit der Schüttgüter entdeckt. Da diese Versuche lediglich mit fünf Schüttgütern durchgeführt wurden, sollten die Ergebnisse mit weiteren validiert werden. Da die Ermittlung des Stempelwinkels der Ermittlung des Spatelwinkels nach Carr [36] ähnelt, kann zusätzlich überprüft werden, ob ähnliche Ergebnisse mit den beiden Versuchen erhalten werden. Dadurch läge ein genormtes Verfahren vor.

Zusätzlich sollten die Dosierversuche an der GDU 201 mit einer größeren Füllhöhe an Schüttgut durchgeführt werden, da sich sowohl durch die größere Masse an Schüttgut über den Dosierschnecken und eine seltenere Befüllung unterschiedliche Spannungsverhältnisse über den Schnecken ergeben, wodurch die Schüttgutdichte sowie der Massenstrom variiert [8], [33].

Mittels Scherversuchen ist es möglich den inneren Reibungswinkel eines Schüttguts in Abhängigkeit der vorliegenden Spannungen sowie die Reibungswinkel mit den unterschiedlichen Materialien (Teflonfolie des Behälters, Dosierrohr und Dosierschnecke) zu ermitteln. Somit könnte es möglich sein die Spannungen in unterschiedlichen Schichttiefen des Behälters und evtl. in der Dosierschnecke zu ermitteln und damit den Dosiervorgang zu simulieren. Dabei muss jedoch ermittelt werden, welche Spannungen im Schüttgut nach Verlassen des Wirkungsbereichs des Rührers vorliegen.

8. Literaturverzeichnis

- [1] S. Heydt, „Synthese von Nanopartikeln und der Einfluss ihrer Primärpartikelgröße auf die Fließregulierung von idealen und nicht-idealen Schüttgütern,“ Julius-Maximilians-Universität Würzburg, 2011.
- [2] M. Stieß, *Mechanische Verfahrenstechnik 1*, 2. Auflage, Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 1995.
- [3] D. Schulze, *Pulver und Schüttgüter - Fließeigenschaften und Handhabung*, 3. Auflage, Heidelberg: Springer Vieweg, 2014.
- [4] A. Jenike, „Storage and flow of solids,“ *Bulletin of the University of Utah*, Bd. 53, Nr. 26, 1964.
- [5] D. Geldart, N. Harnby und A. Wong, „Fluidization of Cohesive Powders,“ *Powder Technology*, Bd. 37, Nr. 1, pp. 25-37, 1984.
- [6] D. Geldart, „Types of gas fluidization,“ *Powder Technology*, Bd. 7, Nr. 5, pp. 285-292, 1973.
- [7] H. Y. Saw, C. E. Davies, A. H. J. Paterson und J. R. Jones, „Correlation between Powder Flow Properties Measured by Shear Testing and Hausner Ratio,“ *Procedia Engineering*, Bd. 102, pp. 218 - 225, 2015.
- [8] M. H. Pahl, R. Ernst und H. Wilms, *Lagern, Fördern und Dosieren von Schüttgütern*, 2. überarbeitete Auflage, Fachbuchverlag Leipzig/Verlag TÜV Rheinland, 1993.
- [9] P. Hilgraf, „Verfahrenstechnik der Schüttfüter,“ in *Neue und bewährte Methoden der Charakterisierung von Schüttgütern*, Altdorf, 2016.
- [10] P. Hilgraf und R. Kleibs, „Schüttguteigenschaften und Lagerzeit als Einflußgrößen bei der Auswahl des Silierungskonzeptes von Flugaschen,“ *VGB Kraftwerkstechnik*, Bd. 70, Nr. 6, pp. 479-486, 1990.
- [11] S. Rastogi, S. V. Dhodapkar, F. Cabrejos, J. Baker, M. Weintraub, G. E. Klinzing und W.-C. Yang, „Survey of characterization techniques of dry ultrafine coals and their relationships to transport, handling and storage,“ *Powder Technology*, Bd. 74, Nr. 1, pp. 47-59, 1993.
- [12] E. C. Abdullah und D. Geldart, „The use of bulk density measurements as flowability indicators,“ *Powder Technology*, Bd. 102, Nr. 2, pp. 151-165, 1999.
- [13] S. A. Mohammed, E. C. Abdullah, D. Geldart und A. A. A. Raman, „Measuring powder flowability with a modified Warren Spring cohesion tester,“ *Particuology*, Bd. 9, pp. 148-154, 2011.
- [14] T. Martin, Hochschule Merseburg, Interviewee, [Interview]. 03. August 2017.

- [15] J. R. v. Ommen und N. Ellis, „Fluidization,“ *JMBC/OSPT course Particle Technology*, 2010.
- [16] M. Han, „Characterization of fine particle fluidization,“ *Electronic Thesis and Dissertation Repository, University of Western Ontario*, Bd. 3073.
- [17] J. Zhu und H. Zhang, „Method and apparatus for uniformly dispersing additive particles in fine powders“. Patent U.S. Patent Nr. 7,878,430.
- [18] DIN 15262, „Stetigförderer - Schneckenförderer für Schüttgut - Berechnungsgrundsätze“. Januar 1983.
- [19] VDI 2330-2, „Schneckenförderer für Schüttgut - Auslegung von horizontalen und leicht geneigten Schneckenförderern“. Dezember 2011.
- [20] VDI 2330-1, „Schneckenförderer für Schüttgut - Allgemeine Beschreibung“. Dezember 2011.
- [21] ISO 13320, „Particle size analysis - Laser diffraction methods“. Oktober 2009.
- [22] IBU-tec advanced materials AG, „Arbeitsanweisung - Messung der Korngrößenverteilung“. AA-L-030.R2015/2.
- [23] G. Nowotny, IBU-tec advanced materials AG, Interviewee, [Interview]. 27. September 2017.
- [24] DIN EN 1097-7, „Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Bestimmung der Rohdichte von Füller - Pyknometer-Verfahren“. Juni 2008.
- [25] DIN EN ISO 787-10, „Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe - Bestimmung der Dichte - Pyknometerverfahren“. Oktober 1995.
- [26] T. Narr, IBU-tec advanced materials AG, Interviewee, [Interview]. 19. Mai 2017.
- [27] IBU-tec advanced materials AG, „Bestimmung der Reindichte von Feststoffen mit der Pyknometer Methode“. AA-L-029.R2015/3.
- [28] IBU-tec advanced materials AG, „Bestimmung der Schüttdichte“. AA-L-053.R2015/2.
- [29] DIN EN 1097-3, „Prüfverfahren für mechanische und physikalische Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Bestimmung von Schüttdichte und Hohlraumgehalt“. Juni 1998.
- [30] G. Nowotny, IBU-tec advanced materials AG, Interviewee, [Interview]. 27. April 2017.
- [31] DIN EN ISO 787-11, „Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe - Bestimmung des Stampfvolumens und der Stampfdichte“. Oktober 1995.
- [32] IBU-tec advanced materials AG, „Bestimmung des Stampfvolumens bzw. der Stampfdichte von Pulvern“. AA-L-015.R2015/3.

- [33] G. Vetter, Handbuch Dosieren, 2. Auflage, Essen: Vulkan-Verlag, 2001.
- [34] Gericke GmbH, „Hochpräzise Dosiergeräte - High-Tech für anspruchsvolle Produktionsprozesse,“ [Online]. Available: https://www.gericke.net/fileadmin/user_upload/_imported/fileadmin/user_upload/PDFs/Prospekte/Deutsch/Hochpräzise_Dosiergeräte_627.pdf. [Zugriff am 29. September 2017].
- [35] Gericke GmbH, „High accuracy feeder Type GDU,“ [Online]. Available: <http://www.proorganika.com.pl/urzadzenia/05dozowanie/05A%20Dozowniki/DozownikSpiralnyTypuGDU-Katalog.pdf>. [Zugriff am 29. September 2017].
- [36] ASTM D6393, „Standard Test Method for Bulk Solids Characterization by Carr Indices“. 2008.
- [37] R. L. Carr, „Classifying Flow Properties of Solids,“ *Chemical Engineering*, Bd. 72, Nr. 3, pp. 69-72, 1965.
- [38] D. Geldart, E. C. Abdullah und A. Verlinden, „Characterisation of dry powders,“ *Powder Technology*, Nr. 190, pp. 70-74, 2009.
- [39] D. Geldart, „The effect of particle size and size distribution on the behaviour of gas-fluidised beds,“ *Powder Technology*, Bd. 6, Nr. 4, pp. 201-215, 1972.
- [40] S. Hinterreiter, „Bestimmung und Einflussgrößen der Brückenbildung bei der Lagerentnahme von biogenen Festbrennstoffen,“ Technische Universität München, 2010.
- [41] A. Jenike, „Gravity Flow of Bulk Solids,“ *Bulletin of the University of Utah*, Bd. 52, Nr. 29, 1961.
- [42] P. Lloyd und P. Webb, „The flooding of a powder - the importance of particle size distribution,“ *Powder Technology*, Bd. 51, Nr. 1, pp. 125-133, 1987.
- [43] D. Schulze, „Zur Fließfähigkeit von Schüttgütern – Definition und Meßverfahren,“ *Chemie Ingenieur Technik*, Bd. 67, Nr. 1, pp. 60-68, 1995.
- [44] M. Stieß, *Mechanische Verfahrenstechnik 2*, Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 1997.
- [45] A. Wong, „Fluidization of cohesive powders,“ University of Bradford, 1983.

9. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Fließfunktion und Fließfaktoren	12
Abbildung 2.2: Geldart-Diagramm	16
Abbildung 4.3: Abmessungen einer Wendel im Dosierrohr	26
Abbildung 4.1: Skizze einer GLD 87	27
Abbildung 4.2: Skizze einer GDU 201	27
Abbildung 4.4: Aufbau des Stempelversuchs	31
Abbildung 4.5: Stempelwinkel.....	32
Abbildung 5.1: Rückstandssummenkurven.....	35
Abbildung 5.2: Linearisierte Kurven der Schüttgüter mit Dosierversuchen.....	36
Abbildung 5.3: Linearisierte Kurven der Schüttgüter ohne Dosierversuch.....	36
Abbildung 5.4: Fließverhalten der Schüttgüter nach Jenike (Hilgraf).....	38
Abbildung 5.5: Hausner-Zahlen der untersuchten Schüttgüter	40
Abbildung 5.6: Klassifizierung der Schüttgüter nach Geldart.....	44
Abbildung 5.7: Kalibrierung der Drehzahl N der GLD 87	45
Abbildung 5.8: Dosierkurven von Aluminiumhydroxid an der GLD 87	45
Abbildung 5.9: Kalibrierung der Drehzahl N der GDU 201	47
Abbildung 5.10: Darstellung des Dosierproblems am Zirkoniumoxid.....	47
Abbildung 5.11: Dosierversuche mit Schnecke VWMKMP 5 an der GDU 201	49

10. Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1: Erweiterte Klassifizierung nach Jenike und Alternative nach Hilgraf.....	13
Tabelle 2.2: Zuordnung der Kohäsion zur Hausner-Zahl.....	14
Tabelle 2.3: Geldart-Gruppen	17
Tabelle 4.1: Verwendete Schneckendosierer	27
Tabelle 4.2: Verwendete Dosierschnecken	29
Tabelle 5.1: Beobachtungen bei den Probenahmen der Schüttgüter	33
Tabelle 5.2: Parameter aus der RRSB-Korngrößenverteilung.....	37
Tabelle 5.3: Kompressionsverhalten der Schüttgüter nach Hausner.....	39
Tabelle 5.4: Beobachtungen während des Stempelversuchs	41
Tabelle 5.5: Fluidisationsverhalten der Schüttgüter nach Geldart	43
Tabelle 5.6: Dosierbarkeit der Schüttgüter mit der GDU 201.....	48
Tabelle 5.7: Nutzungsgrade an allen Messpunkten.....	50

11. Formelverzeichnis

Gleichung (2.1): Fließfaktor ff	11
Gleichung (2.2): Fließfunktion FF	13
Gleichung (2.3): Hausner-Zahl	13
Gleichung (2.4): Grenze zwischen Geldart-Gruppe A und B	15
Gleichung (2.5): Grenze zwischen Geldart-Gruppe B und D	16
Gleichung (3.1): Massenstrom Schneckenförderer	19
Gleichung (3.2): Massenstrom Dosierschnecken	20
Gleichung (4.1): Verteilungsfunktion der RRSB-Verteilung	22
Gleichung (4.2): Linearisierte RRSB-Verteilung	22
Gleichung (4.3): Gleichmäßigkeitsparameter der RRSB-Verteilung	22
Gleichung (4.4): Lageparameter der RRSB-Verteilung	22
Gleichung (4.5): Mittlerer Durchmesser einer Partikelgrößenklasse	22
Gleichung (4.6): Massenanteil einer Partikelgrößenklasse	23
Gleichung (4.7): Mittlerer Partikeldurchmesser	23
Gleichung (4.8): Volumen des Schüttguts im Pyknometer	24
Gleichung (4.9): Volumen des Pyknometers	24
Gleichung (4.10): Masse der Flüssigkeit im Pyknometer	24
Gleichung (4.11): Volumen der Flüssigkeit im Pyknometer	24
Gleichung (4.12): Volumen des Schüttguts im Pyknometer, eingesetzt	24
Gleichung (4.13): Reindichte des Schüttguts	24
Gleichung (4.14): Schüttdichte	24
Gleichung (4.15): Stampfdichte	25
Gleichung (4.16): Effektiver Transportquerschnitts einer VBS	28
Gleichung (4.17): Effektiver Transportquerschnitts einer VWMK	28
Gleichung (4.18): Effektiver Transportquerschnitts einer VWOK	28
Gleichung (4.19): Effektiver Transportquerschnitts einer RWOK	28
Gleichung (4.20): Effektiver Transportquerschnitts einer RWMK	28
Gleichung (4.21): Massenstrom beim Dosiersversuch	30
Gleichung (4.22): Volumenstrom beim Dosiersversuch	31
Gleichung (4.23): Nutzungsgrad der Dosierung	31
Gleichung (5.1): Überschlägige Berechnung des Volumenstroms	49

12. Anlagenverzeichnis

Anlage 1: Schneckendimensionierung

Anlage 2: Messwerte der Dosiersversuche an der GDU 201

Selbstständigkeitserklärung

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe.

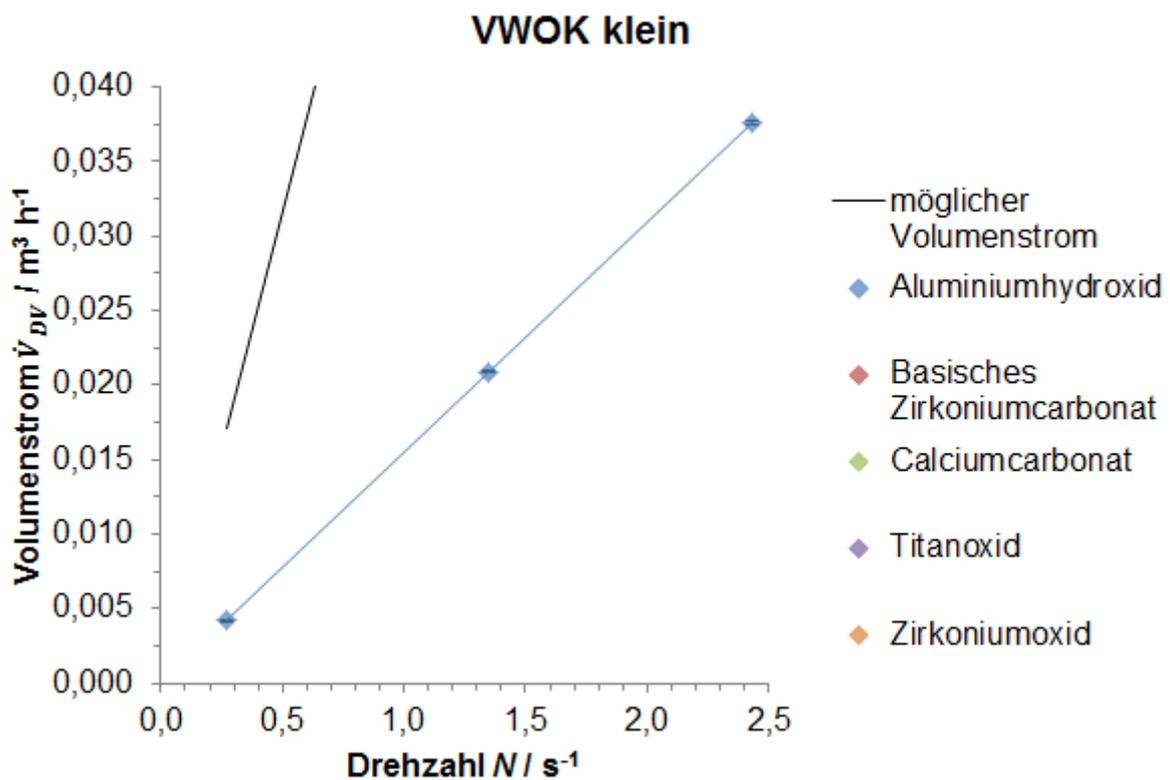
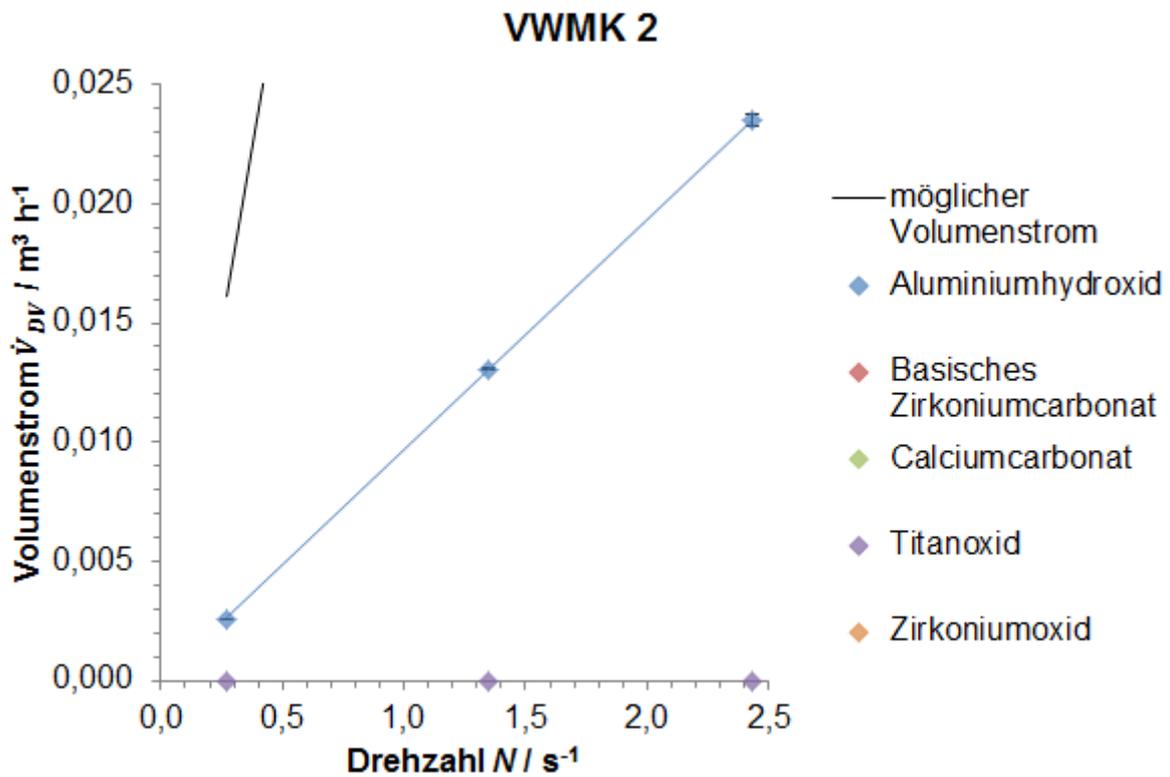
Merseburg, 12. März 2018

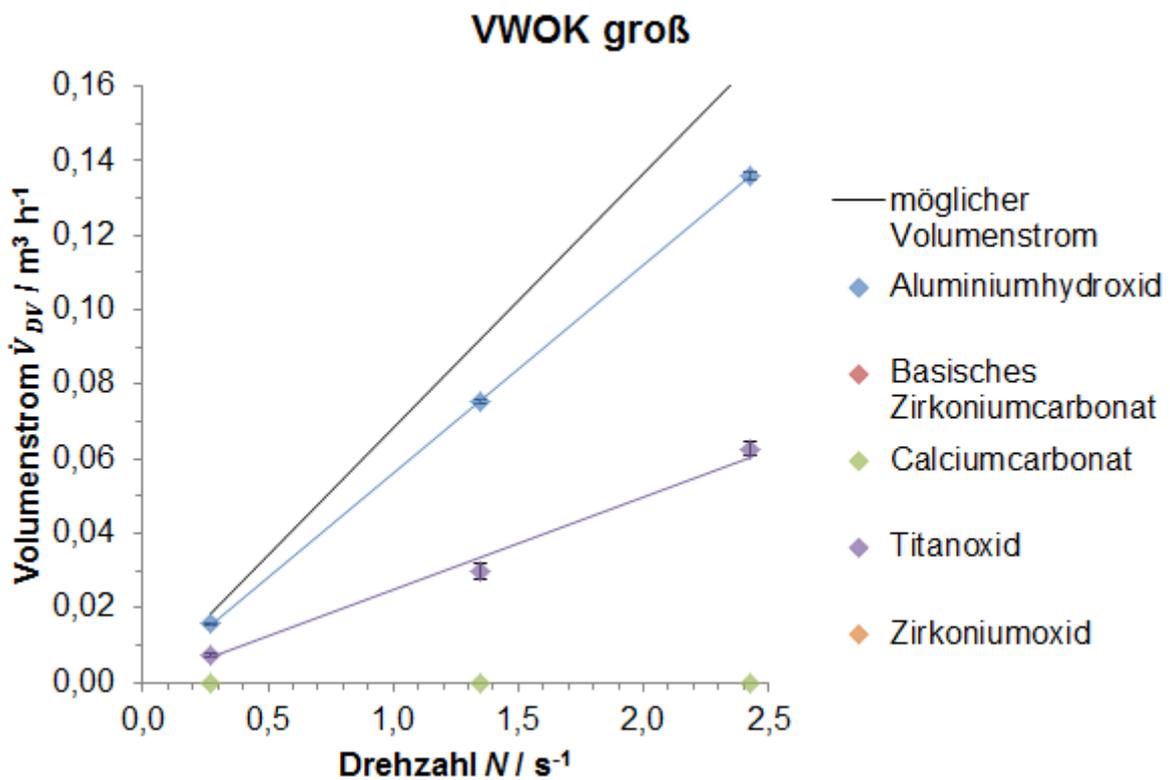
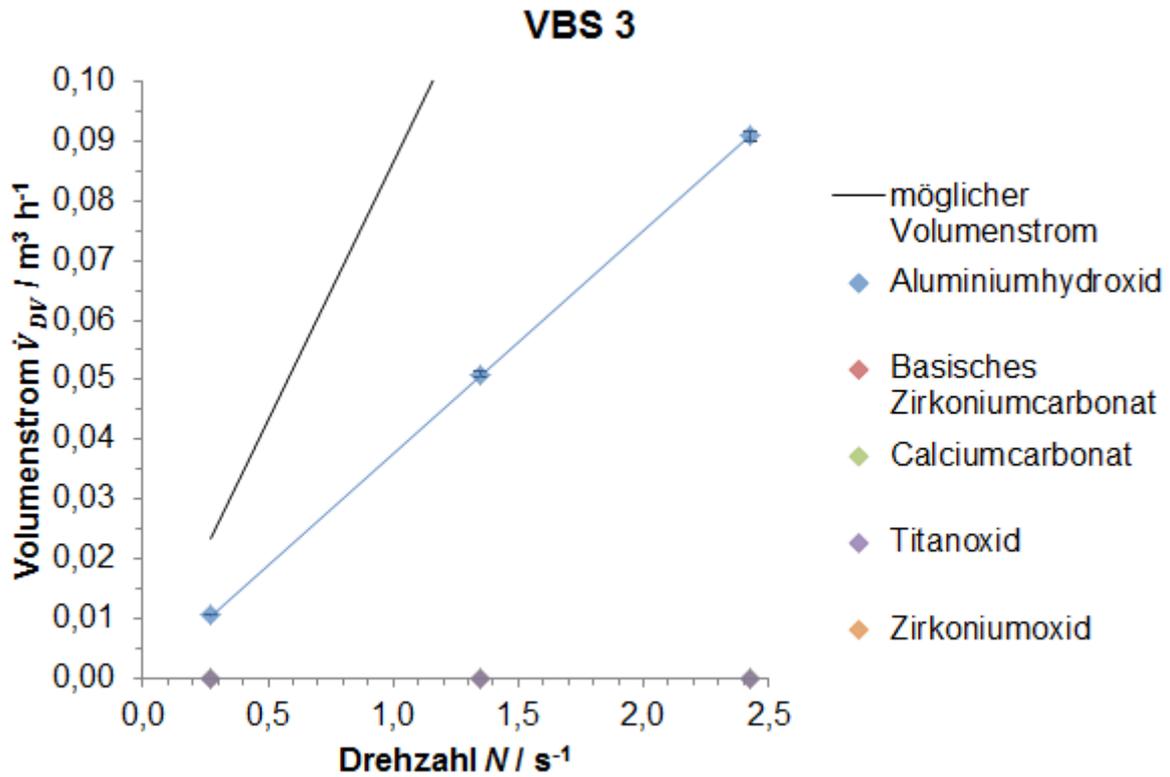
Unterschrift

Anlage 1: Schneckendimensionierung.

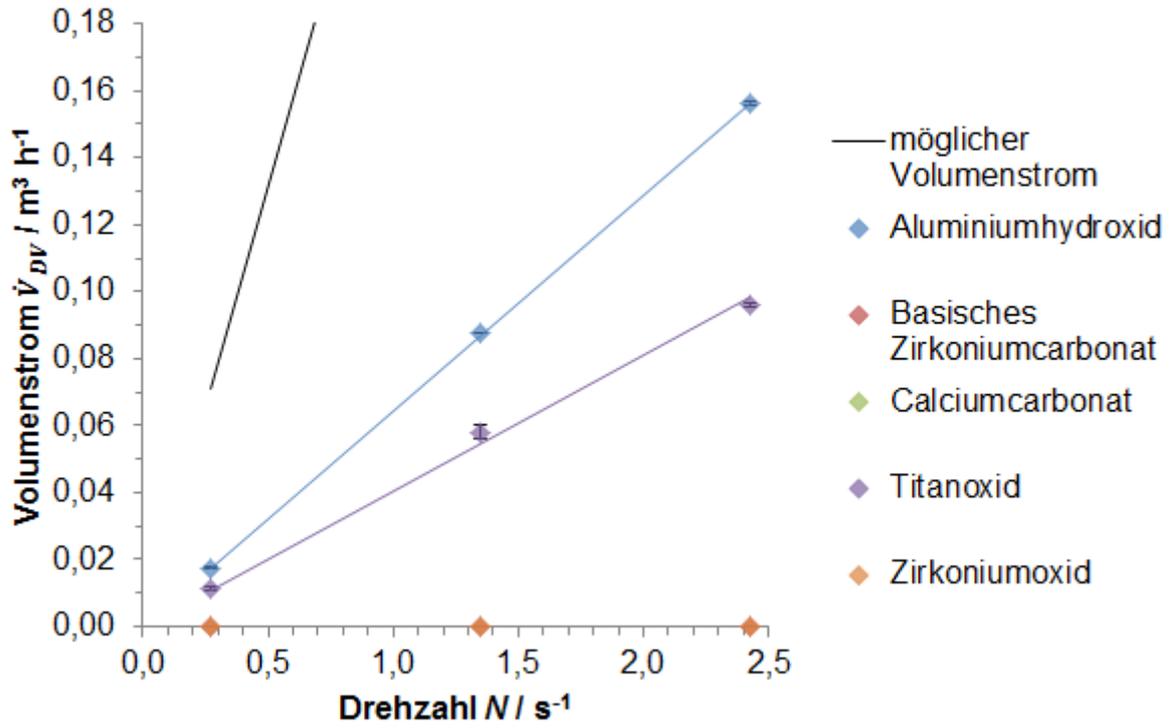
Kürzel	Bezeichnung	Länge l_s / mm	Wendelaußendurchmesser D_1 / mm	Wendelinnendurchmesser D_2 / mm	Wendelstärke b / mm	Ganghöhe s / mm	Kerndurchmesser D_3 / mm	Dosierrohrinnendurchmesser D_0 / mm	Dosierrohrlänge l_R / mm	freie Querschnittsfläche A_f / mm ²
RWMK 00	Rundwendel mit Kern, Größe 00	432	7,0	3,0	2,0	7	2,5	9,85	272	63,6
RWMK 0	Rundwendel mit Kern, Größe 0	433	8,5	4,5	2,0	9	4,0	12,0	300	92,7
VWOK 1	Vierkantwendel ohne Kern, Größe 1	425	13,1	7,1	3,3	13	---	16,0	300	174,9
VWMK 2	Vierkantwendel mit Kern, Größe 2	790	19,6	12,6	4,0	20	11,0	35,0	481	829,0
VWOK klein	Vierkantwendel ohne Kern, klein	815	21,5	11,5	6,0	20	---	35,0	481	878,8
VBS 3	Vollblattschnecke, Größe 3	700	27,5	---	2,0	28	10,0	35,0	481	843,4
VWOK groß	Vierkantwendel ohne Kern, groß	817	30,6	22,1	6,0	22	---	35,0	481	862,8
VWMK 4	Vierkantwendel mit Kern, Größe 4	982	37,5	25,5	6,3	38	15,0	53,0	400	1924,0
VWMK 5	Vierkantwendel mit Kern, Größe 5	800	48,5	32,5	7,5	40	15,0	70,0	602	3471,7
VWMKMP 5	Vierkantwendel mit Kern und Plättchen, Größe 5	900	44,0	32,6	8,5	50	15,0	70,0	602	3528,2

Anlage 2: Messwerte der Dosierversuche an der GDU 201.





VWMK 4



VWMK 5

