1 Einleitung

Partikeln im submikronen Bereich werden zunehmend in verschiedensten Industriezweigen als Rohstoff eingesetzt. Eine Möglichkeit zur Herstellung feiner und feinster Partikeln ist die Zerkleinerung in Rührwerkskugelmühlen, da sie hohe Leistungsdichten bereitstellen und meist energetisch günstiger als alternative Zerkleinerungsmaschinen arbeiten [1]. Unter der Voraussetzung, dass bei jedem Mahlkugel-Mahlkugel-Kontakt Partikeln eingefangen werden und dass jeweils eine Partikel mit der maximalen Beanspruchungsenergie beansprucht wird, kann das Zerkleinerungsergebnis für stabile Suspensionen durch die Parameter spezifische Energie, Beanspruchungsenergie und Beanspruchungszahl bis in den Nanometerbereich beschrieben werden [2, 3, 4].

Die Zerkleinerung findet zwischen bewegten Mahlkugeln bzw. zwischen Mahlkugeln und Mahlraumwand statt. Bei deren Annäherung wird das dazwischen befindliche Fluid verdrängt. Je kleiner die Partikeln werden, desto besser folgen sie dem Fluid aus dem Spalt zwischen den sich annähernden Mahlkugeln bzw. zwischen der Mahlkugel und der Mahlraumwand. Gleichzeitig nimmt die Partikelanzahl mit abnehmendem Durchmesser exponentiell zu, wodurch der Abstand zwischen den Partikeln sinkt. In Abhängigkeit von der Feststoffkonzentration und den geometrischen Verhältnissen können einzelne Partikeln, mehrere Partikeln oder ein Gutbett im zerkleinerungsaktiven Volumen eingefangen und beansprucht werden. Kwade [2] ging nach theoretischen Überlegungen für Partikelgrößen >2 µm von einer Einzelpartikelbeanspruchung aus, bei feineren Partikeln wird eine Beanspruchung mehrerer Partikeln oder eine Gutbettbeanspruchung nicht ausgeschlossen.

In der vorliegenden Arbeit werden Ergebnisse experimenteller Untersuchungen zur Partikelbewegung und zur Anzahl der eingefangenen und beanspruchten Partikeln diskutiert. Da weder die Fluidströmung noch die Partikelbewegungen zwischen den Mahlkugeln bzw. zwischen Mahlkugel und Mahlraumwand in Originalgröße optisch zugänglich sind, wurden die Untersuchungen an einem vergrößerten Modell durchgeführt.

An diesem Modell wurden die Verdrängungsströmungen zwischen Kugeln bzw. zwischen Kugel und Wand sowie der Einfluss von Mahlkugelgröße, Mahlkugelgeschwindigkeit und -abstand sowie Partikelkonzentration und Fluidviskosität auf die Partikelanzahl im zerkleinerungsaktiven Volumen untersucht. Weiterhin wird anhand des Modells gezeigt, bei welchen Verhältnissen von Mahlkugelgröße zu Partikelgröße Ein- bzw. Mehrpartikelbeanspruchung zu erwarten ist.

2 Stand des Wissens

2.1 Zerkleinerung in Rührwerkskugelmühlen

Rührwerkskugelmühlen gehören zur Gruppe der Zerkleinerungsmaschinen mit losen, bewegten Mahlkörpern. Die Mahlkörper werden durch ein Rührorgan in die für die Zerkleinerung notwendige Relativbewegung versetzt. Für eine Übersicht der Entwicklungsgeschichte und einzelner Mühlenbauformen wird auf die Literatur verwiesen [5, 6, 7, 8].

Im Folgenden wird hauptsächlich darauf eingegangen, wo und wie stark die Produktpartikeln am wahrscheinlichsten beansprucht werden, da diese Aussagen grundlegend für die Modellbildung der Folgeuntersuchungen sind.

Bosse [9] beschrieb die Mahlkörperbewegung als Zirkulationsbewegung von der Rührscheibe zur Mahlraumwand und zwischen zwei Rührscheiben zurück zur Rührerwelle. Blecher [10] und Theuerkauf [11] untersuchten die Strömungsvorgänge, Energiedichteverteilungen sowie die Bewegung einzelner Mahlkugeln numerisch und kamen prinzipiell zum gleichen Bewegungsverlauf. Sie stellten fest, dass ein Großteil der Energie in zwei zerkleinerungsintensiven Zonen nahe der Rührscheibe und nahe der Mahlraumwand umgesetzt wird. Tab. 2.1 enthält für verschiedene Reynoldszahlen den Volumenanteil dieser Zonen am Gesamtvolumen und den Anteil der umgesetzten Leistung an der Gesamtleistung.

Re	Volumenanteil / %	Anteil an der Gesamtleistung / %
10*	28	75
2000*	14	85
8000*	10	88
20000**	8,6	95

Tab. 2.1: Anteil der Gesamtleistung, der in einem Anteil des Mühlenvolumens umgesetzt wird (* [10], ** [11])

Theuerkauf [11] zeigte anhand von Berechnungen, dass sich die Mahlkugeln nahe der Rührscheibe (Vollscheibenrührwerk) mit etwa 25 % der Rührscheibenumfangsgeschwindigkeit v_t bewegen. Bei experimentellen Untersuchungen mittels Particle Tracking Velocimetry an einer durchsichtigen Modellmühle konnte er maximale Mahlkugelgeschwindigkeiten von 30 % der Rührscheibenumfangsgeschwindigkeit messen. Ähnliches zeigen Experimente von Kuhlmann [12] und Bunge [13]. An einer mit einem Glasmahlraum ausgestatteten Rührwerkskugelmühle mit Schlitzscheiben

ermittelten sie Mahlkugelgeschwindigkeiten mittels fotografischer Auswertung. Mahlkugelgeschwindigkeiten von 0,3-0,5 v_t wurden in der Nähe der Rührscheiben gemessen.
Die Beanspruchung der Produktpartikeln findet nach Kwade [2] zwischen Mahlkugeln bzw. zwischen Mahlkugel und Wand statt:

A) Im Bereich der Rührscheibe werden die Mahlkörper in Richtung Mahlraumwand beschleunigt und beanspruchen beim Auftreffen auf die sich an der Mahlraumwand abstützenden Mahlkörper eingefangene Produktpartikeln.
B) Im Bereich der Mahlraumwand werden Produktpartikeln zwischen den Mahlkörpern beansprucht, die sich aufgrund der wirkenden Zentrifugalkräfte an der Mahlraumwand abstützen.
C) In beiden zerkleinerungsintensiven Bereichen stoßen Mahlkörper aufgrund unterschiedlicher Geschwindigkeiten, vor allem unterschiedlicher Tangentialgeschwindigkeiten, zusammen und beanspruchen dabei die eingefangenen Produktpartikeln.

Kwade schätzt Vorgang C) für die Echtzerkleinerung als bedeutendsten Mechanismus ab. Deshalb wird dieser in der Arbeit für die Modellbildung zugrunde gelegt.
Da die Zerkleinerung der Mahlgutpartikeln zwischen den Mahlkugeln stattfindet, ist die bei Kollisionen dissipierte Energie von Bedeutung. Die Simulationen von Theuerkauf [11] ergaben, dass 90 % der Stöße zu einem geringen Energieverlust der Mahlkörper führen, da diese in Zonen niedriger Geschwindigkeitsgradienten stattfinden. Energiereiche Stöße erfolgen in den zerkleinerungsintensiven Zonen.
Das Zerkleinerungsverhalten von Rührwerkskugelmühlen kann im wesentlichen durch die Parameter spezifische Energie E_m, Beanspruchungszahl BZ und Beanspruchungsenergie BE beschrieben werden [2].
Untersuchungen zum Bewegungsverhalten des Mahlguts zwischen den Mahlkugeln und zur Anzahl der beanspruchten Partikeln liegen bisher nicht vor.
Abschätzungen zur Anzahl der Mahlgutpartikeln zwischen den Mahlkugeln wurden von Kwade [2] durchgeführt. Hierauf wird im folgenden Kapitel detailliert eingegangen.

2.1.1 Anzahl der beanspruchten Mahlgutpartikeln zwischen den Mahlkugeln

Voraussetzung für eine Beanspruchung der Mahlgutpartikeln ist, dass Partikeln zwischen den Mahlkugeln eingefangen und nicht bei der Annäherung der Mahlkörper aneinander oder an die Wand mit dem verdrängten Fluid ausgetragen werden.
Nach Kwade [2] werden nach der Anzahl der eingefangenen Partikeln folgende Fälle unterschieden:

1) Nur eine Partikel wird eingefangen, die mit der gesamten Energie beansprucht wird (Einzelpartikelbeanspruchung).
2) Mehrere Partikeln werden zwischen den Mahlkörperoberflächen eingefangen, wobei jede einzelne Partikel am Ende des Beanspruchungsvorganges Kontakt zu beiden Mahlkörpern hat und unabhängig von den anderen Partikeln beansprucht wird. Bei der Annäherung der Mahlkörper wird zunächst die Partikel eingefangen, die am größten ist und/oder den geringsten Abstand zur Verbindungslinie der Mahlkugelmittelpunkte aufweist. Diese Partikel wird mit der gesamten zur Verfügung stehenden Energie beansprucht. Die Partikeln, die anschließend noch zwischen den zwei Mahlkörpern eingefangen werden, werden mit einer entsprechend geringeren Beanspruchungsenergie beansprucht. Am Ende des Beanspruchungsvorganges liegen mehrere Einzelpartikelbeanspruchungen mit unterschiedlichen Beanspruchungs-energien vor.
3) Ein Gutbett wird zwischen den Mahlkörpern eingefangen und beansprucht.

Das Volumen, in dem Partikeln eingefangen und beansprucht werden können, wird als zerkleinerungsaktives Volumen bezeichnet. Der Durchmesser des zerkleinerungsaktiven Volumens hängt vom Mahlkugeldurchmesser d_{MK}, der Partikelgröße x und vom Abstand der Kugeln bzw. von Kugel und Wand a ab. Nach Abb. 2.1 ergibt sich der Durchmesser des zerkleinerungsaktiven Volumens für zwei Kugeln nach Glg. (2.1)

$$d_{akt} = \sqrt{2 \cdot d_{MK} \cdot (x - a) + x^2 - a^2} \qquad (2.1)$$

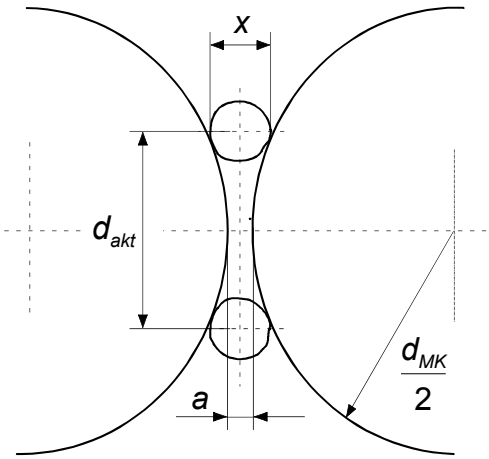

Abb. 2.1: Zerkleinerungsaktives Volumen zwischen zwei Mahlkugeln

Nach Kwade [2] ist das Verhältnis zwischen dem Durchmesser des zerkleinerungsaktiven Volumens und dem mittleren Abstand der Partikelmittelpunkte in der Suspension ein Maß zur Abschätzung der Anzahl der eingefangenen Partikeln. Der mittlere Abstand y zwischen den Partikelmittelpunkten in Abhängigkeit von der Feststoffvolumenkonzentration c_V und der Partikelgröße x folgt aus Glg. (2.2).

$$y = \sqrt[3]{\frac{\pi}{6 \cdot c_V}} \cdot x \tag{2.2}$$

Unter der Annahme, dass nach dem Einfangen der ersten Partikel die Mahlkugeln einen Abstand a einhalten, welcher proportional zur Partikelgröße ist, d. h. $a=a' x$, ergibt sich aus den Glgen. (2.1) und (2.2) folgender Zusammenhang für das Verhältnis d_{akt}/y:

$$\frac{d_{akt}}{y} = \sqrt[3]{\frac{6 \cdot c_V}{\pi}} \sqrt{2 \cdot (1 - a') \cdot \frac{d_{MK}}{x} + 1 - a'^2} \tag{2.3}$$

Mehr als eine Partikel kann theoretisch dann eingefangen werden, wenn das Verhältnis d_{akt}/y größer als 1 ist. Von Kwade wird jedoch u. a. aufgrund der Verdrängungsströmung abgeschätzt, dass erst bei d_{akt}/y deutlich größer als 2 von einer Mehrpartikelbeanspruchung ausgegangen werden kann, ein Verhältnis von 4 jedoch ausreichen sollte, um immer mehr als eine Partikel zu beanspruchen. Abb. 2.2 zeigt die Verhältnisse d_{akt}/y als Funktion des Verhältnisses d_{MK}/x, die sich bei einer Feststoffvolumenkonzentration von 20 % für unterschiedliche relative Abstände $a'=a/x$ ergeben.

Hiernach war für das von Kwade betrachtete Stoffsystem Kalkstein mit einem mittleren Durchmesser von 50 µm bei einer Volumenkonzentration von 20 % erst mit

1500 bzw. 3000 µm großen Mahlkugeln zu erwarten, dass mehrere Partikeln eingefangen werden.

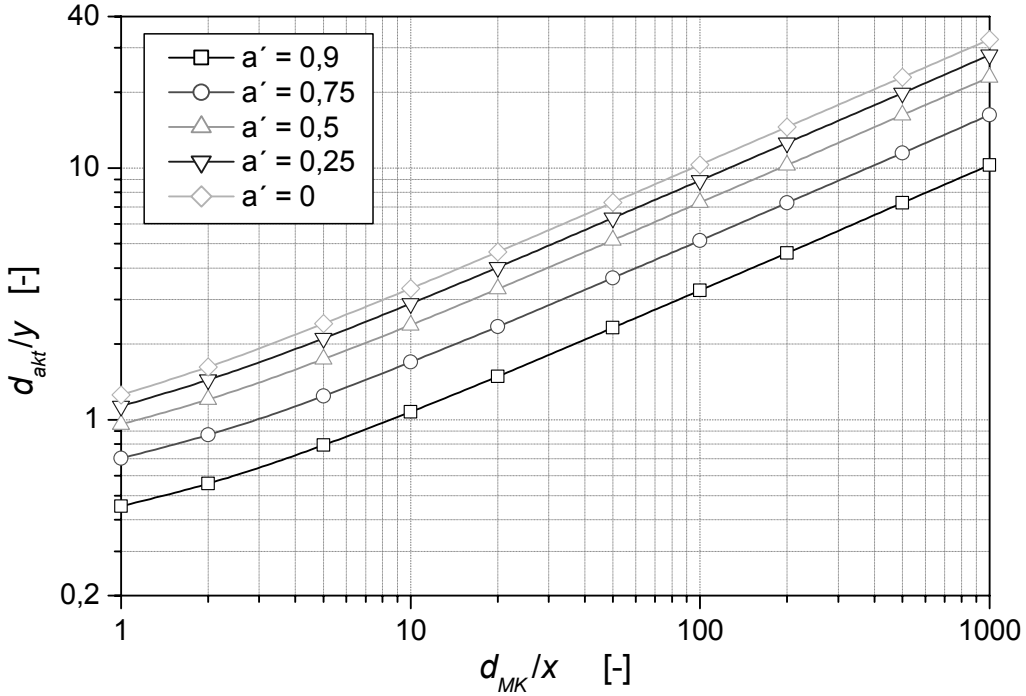

Abb. 2.2: Verhältnis zwischen Durchmesser des aktiven Volumens und mittlerem Partikelabstand in Abhängigkeit vom Durchmesserverhältnis d_{MK}/x [2]

Da mit feiner werdenden Partikeln das Folgevermögen der Partikeln gegenüber dem Fluid steigt, wird das erforderliche Verhältnis d_{akt}/y, ab dem mehr als eine Partikel eingefangen werden kann, mit abnehmender Partikelgröße ansteigen. Ein Maß für das Folgevermögen von Partikeln ist die Relaxationszeit τ, wobei sich die Relaxationszeit proportional zur Partikelgröße zum Quadrat verhält (s. Anhang 1):

$$\tau = \frac{\left(1 + j \cdot \frac{\rho_P}{\rho_{Fl}}\right) \cdot x^2 \cdot \rho_P}{18 \cdot \eta} \tag{2.4}$$

Sie gibt an, wie schnell sich eine Partikel an die Geschwindigkeit des umgebenden Fluids anpassen kann. Die Relaxationszeiten von Kalksteinpartikeln unterschiedlicher Partikelgröße in Wasser sind in Tab. 2.2 für verschiedene Partikelgrößen angegeben. Die Relaxationszeiten einer 50 µm großen Partikel und einer 5,0 µm großen Partikel unterscheiden sich um etwa 0,9 ms, die Relaxationszeiten einer 5,0 µm und einer 0,5 µm großen Partikel unterscheiden sich lediglich um 9 µs, d. h., dass dieser Effekt mit abnehmender Partikelgröße sinkt.

Partikelgröße / µm	Relaxationszeit / s
500	8,81E-02
50	8,81E-04
5	8,81E-06
0,5	8,81E-08
0,05	8,81E-10

Tab. 2.2: Relaxationszeiten nach Glg. (2.4) für Kalksteinpartikeln (ρ_P=2700 kg/m³) in Wasser

Demgegenüber steigt mit abnehmender Partikelgröße bei konstantem Mahlkugeldurchmesser auch das Verhältnis d_{MK}/x. Nach Glg. (2.3) führt dies zum Anstieg des Verhältnisses d_{akt}/y. Tab. 2.3 enthält die nach Glg. (2.3) berechneten Verhältnisse d_{akt}/y für einen Mahlkugeldurchmesser von 1 mm für unterschiedliche Partikelgrößen.

Partikelgröße / µm	d_{akt}/y / -
500	1,4
50	3,9
5	12,2
0,5	38,4
0,05	121,4

Tab. 2.3: Änderung des Verhältnisses d_{akt}/y nach Glg. (2.3) bei Verringerung der Partikelgröße (d_{MK}=1 mm, a'=0,3, c_V=20 %)

Da der Effekt der Vergrößerung des Verhältnisses d_{akt}/y gegenüber der Verringerung der Relaxationszeit mit abnehmender Partikelgröße stark zunimmt, wird das Einfangen mehrerer Partikeln mit abnehmender Partikelgröße insgesamt wahrscheinlicher.

Kwade nimmt an, dass im Partikelgrößenbereich unterhalb 2 µm zwischen zwei Mahlkörpern jeweils mehrere Partikeln eingefangen werden, die unterschiedlich stark beansprucht werden. Erst bei sehr großen Produktfeinheiten (unterhalb 1 µm) ist auch eine Gutbettbeanspruchung nicht mehr auszuschließen.

Auf der Grundlage dieser Betrachtungen geht Kwade für seine weiteren Herleitungen davon aus, dass bei seinen Versuchen im Wesentlichen nur einzelne Partikeln (Fall 1)) oder mehrere einzelne Partikeln (Fall 2)) eingefangen und beansprucht

werden. Die experimentelle Überprüfung dieser Überlegungen ist neben der Untersuchung der Verdrängungsströmung zwischen Mahlkörpern ein Hauptbestandteil der vorliegenden Arbeit.

2.2 Verdrängungsströmung

Das Einfangen der Partikeln zwischen den Mahlkörpern bzw. zwischen Mahlkörper und Wand ist Grundvoraussetzung für eine Beanspruchung (s. Kap. 2.1.1, S. 9). Bei Annäherung der Mahlkörper wird jedoch die dazwischen befindliche Suspension verdrängt und somit werden Partikeln aus der Beanspruchungszone transportiert. Je kleiner die Partikeln sind, desto besser werden sie der Verdrängungsströmung folgen. Diese Problematik ist bekannt [2, 14], wurde bisher jedoch nicht genauer untersucht. Deshalb sollen zunächst einige Grundlagen zur Verdrängung eines Fluids aus einem Spalt zwischen zwei sich annähernden Kugeln bzw. einer Kugel und einer Wand dargestellt werden.

2.2.1 Abschätzung der Geschwindigkeiten mit der Kontinuitätsgleichung

Aus dem verdrängten Volumen pro Zeit und der Austrittsfläche lässt sich mittels der Kontinuitätsgleichung eine mittlere Fluidgeschwindigkeit aus dem Spalt berechnen. Die im Folgenden verwendeten Größen sind in Abb. 2.3 erläutert.

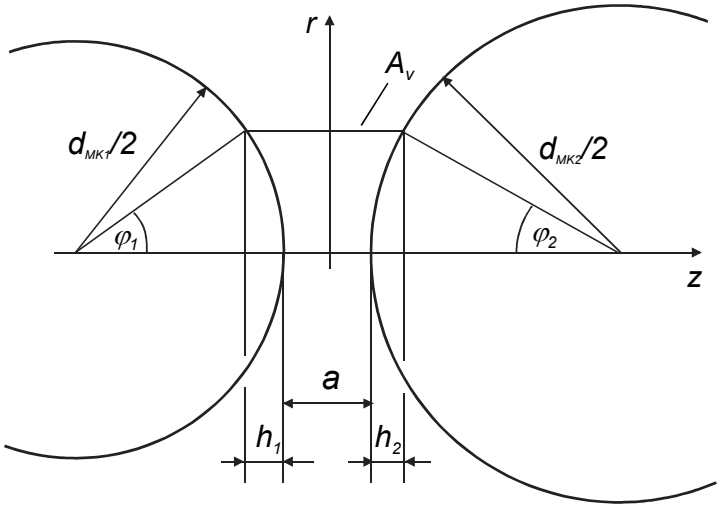

Abb. 2.3: Erläuterung der Größen zur Berechnung der mittleren Fluidgeschwindigkeit v_{Fl} senkrecht zur Fläche A_v

Für zwei unterschiedlich große Kugeln ergibt sich für die mittlere Geschwindigkeit als Funktion der Radialkoordinate r folgende Gleichung [15]: