



1 Einleitung

Der industrielle Einsatz von Partikeln mit einem Durchmesser unter einem Mikrometer hat in den vergangenen Jahren stark an Bedeutung gewonnen. Die Anwendungsmöglichkeiten liegen in nahezu allen Gebieten wie Pharma-, Lebensmittel- oder der chemischen Industrie. Der Nutzen lässt sich auf verschiedene Eigenschaften zurückführen. Feine Partikel weisen eine sehr hohe Oberfläche auf, sodass sich Katalysatoren wirtschaftlicher nutzen lassen, die Leistung von z.B. Solarzellen erhöht [1], Instantprodukte besser löslich sind und Farben eine hohe Deckkraft erreichen. Den umgekehrten Effekt erzielen feinste Titandioxidpartikel, welche aufgrund ihrer geringen Größe keine sichtbare Reflexion zeigen und daher in „unsichtbaren“ Sonnencremes und Lacken Anwendung finden [2]. In medizinischen Anwendungen erlaubt die geringe Größe die Markierung und Bekämpfung von Tumorzellen [3]. Werden Partikel in Beschichtungen und elektronischen Bauteilen eingesetzt, müssen sie nicht nur klein, sondern auch eng fraktioniert sein. Zu große Partikel, als Überkorn bezeichnet, können die Leistung des Bauteils durch erhöhte Durchgangswiderstände oder mechanische Beschädigung reduzieren. Sind im Produkt zu viele Partikel geringer Größe enthalten, führt dies eventuell zu Staubbildung, zur Unterwanderung von Dichtungen oder einem Feststoffdurchschlag in Filtern. Erfüllt ein Partikelsystem die chemischen Anforderungen an den Prozess, kann jedoch eine zu breite Partikelgrößenverteilung den Einsatz verhindern. Abhilfe schafft die Klassierung, also die Fraktionierung der Partikel nach ihrem Größenmerkmal, bei der z.B. Überkorn oder auch der Feinanteil gezielt entfernt werden.

Die in dieser Arbeit betrachteten Modellpartikelsysteme weisen einen mittleren Partikeldurchmesser kleiner $1\ \mu\text{m}$ auf. Diese Feinstpartikel gewinnen zunehmend an Bedeutung in der Elektronikindustrie und der Trend geht in Richtung Nanopartikel. Als Nanopartikel gelten Partikel mit einem Durchmesser kleiner $100\ \text{nm}$. Die Synthese verschiedenster Nanopartikel, die gezielte Manipulation der Oberflächenchemie sowie die Herstellung im industriellen Maßstab wurden im vergangenen Jahrzehnt weltweit intensiv erforscht [4]. Es werden jedoch Verfahren benötigt, um die hergestellten Partikel zu konfektionieren, abzutrennen oder anderweitig zu finalen Produkten zu verarbeiten. Hier kommt der Fest-Flüssig-Trennung eine zentrale Rolle zu, wie es in den verwandten Prozessen, bei denen gröbere Produkte verwendet werden, der Fall ist [5, 6]. Im Bezug auf die Abtrennung kolloidaler Partikel besteht Forschungsbedarf, da die zu Verfügung stehenden Techniken dem aktuellen Bedarf nicht gerecht werden.



1.1 Stand der Technik und Motivation

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit den Möglichkeiten, kolloidale Partikel im Pilotmaßstab (mehrere hundert Gramm bis Kilogramm pro Stunde) zu klassieren und das Prozessergebnis im Vorfeld zu prognostizieren. Eine Übertragung der Ergebnisse auf den industriellen Maßstab (mehrere Tonnen pro Stunde) würde die Entwicklung kontinuierlicher Klassierverfahren für feinste Partikelsysteme ermöglichen.

Ein Blick auf die zur Verfügung stehenden Techniken wird im Folgenden zeigen, dass bisher kein geeignetes Verfahren existiert, um diese Aufgabe im kg-Maßstab zu bewältigen. Prinzipiell ist es möglich, verschiedene Wege einzuschlagen: die Klassierung in Filtern, Sieben, Mikrokanälen oder Zentrifugen. Filter werden bereits in der Klassierung von chemischen Poliersuspensionen in der Halbleiterindustrie eingesetzt [7], jedoch kann das abgetrennte Produkt nicht wieder verwendet werden und der Anteil an unnötig abgedehntem Produkt ist hoch. Siebe sind nur einzusetzen bis zu einer Partikelgröße von 2 μm . Mikrokanalverfahren sind limitiert auf analytische Feststoffmengen [8]. Eine Parallelisierung der Mikrokanalverfahren ist kostenintensiv, der Betrieb aufwändig und bezüglich Produktwechsel inflexibel. Zentrifugen ermöglichen die vollständige Wiederverwertung aller Fraktionen, hohe Durchsätze, validierte Scale-up Gesetze sowie die Möglichkeit zum schnellen Produktwechsel. Letzterer ist in modernen Produktionsbetrieben ein wichtiger Vorteil. Aus diesen Gründen stehen die Zentrifugen im Fokus der Arbeit. Eine detaillierte Analyse der verschiedenen Klassiermethoden ist in Kapitel 2.8 zu finden.

Die Aufgaben von Fest-Flüssig-Trennapparaten können je nach Prozess sehr unterschiedlich sein. Querstromfilter erhöhen die Konzentration einer Suspension, Separatoren tragen einen fließfähigen Schlamm aus, Dekanter entfeuchten das Produkt beim Austrag über den Konus (der Beach), Schälzentrifugen entwässern den Feststoff nahezu vollständig. Die mittlere Partikelgröße des zu verarbeitenden Produktes schränkt die Auswahl an Verfahren stark ein. In der Übersicht in Abbildung 1-1 sind die Apparate nach ihrer Trennkorngröße und Betriebsweise zugeordnet.

Die kleinste Trennkorngröße wird mit diskontinuierlichen Ultrazentrifugen erreicht, welche aufgrund der begrenzten Feststoffkapazität und der nicht umzusetzenden Klassierung in diesem Apparat für ein Scale-up ausscheiden. Separatoren und Dekanter erreichen Trenngrenzen bis zu einem Mikrometer [9], eine weitere Leistungssteigerung ist nur schwer zu erreichen, da der komplizierte Aufbau und die

zu bewegenden Massen die Festigkeitsgrenzen der derzeitigen Werkstoffe und Lager nahezu ausschöpfen.

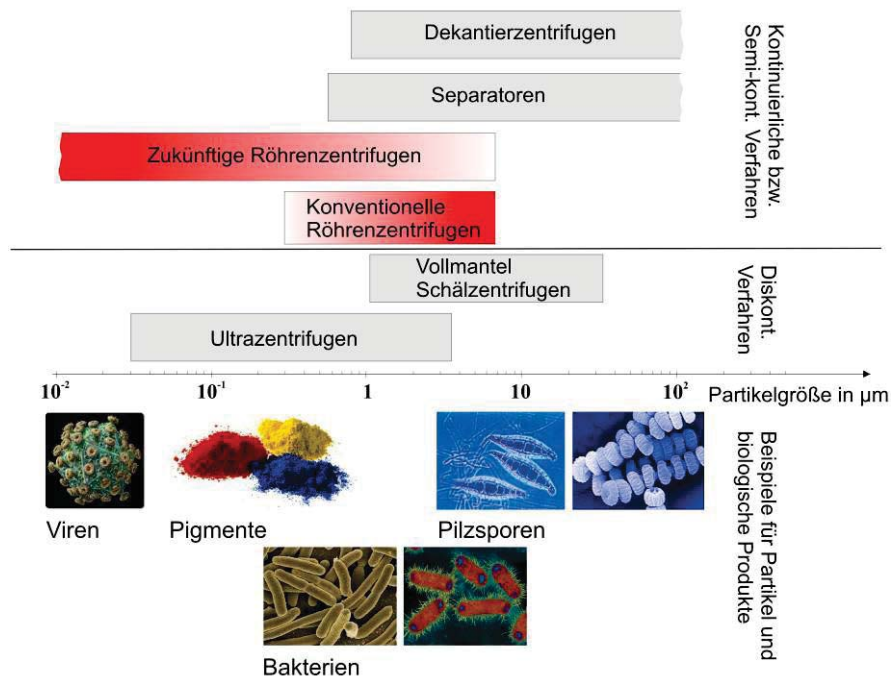


Abb. 1-1: Anwendungsbereiche gängiger Zentrifugentypen nach Spelter et al. [10]

Die konventionellen Röhrenzentrifugen werden bereits zur Abtrennung kolloidaler Partikel eingesetzt, hauptsächlich in der Pharmaindustrie [11, 12]. Bei diesem Zentrifugentyp sind weitere Leistungssteigerungen denkbar, eine Bewertung der Möglichkeiten hierzu ist abschließend in Kapitel 12 gegeben. Aufgrund der niedrigen, abtrennbaren Partikelgröße wurden die meisten experimentellen Daten dieser Arbeit auf einer Laboratoriums-Röhrenzentrifuge gewonnen. In der Literatur finden sich keine Hinweise, dass eine industrielle Nutzung dieser Maschine zur Klassierung mineralischer Produkte erforscht wurde.

Die Motivation für diese Forschungsarbeit ist der industrielle Bedarf für die Entwicklung von Methoden, auch feinste Partikel im großen Maßstab zu klassieren und für nachfolgende Entwicklungen nutzbar zu machen. Hierzu müssen zunächst die Strömungsbedingungen analysiert und für eine Klassierung optimiert werden. Weiterhin sind die Einflüsse des sich in der halbkontinuierlichen Zentrifuge ablagernden Sedimentes auf die Strömungsbedingungen und damit die Trennleistung nicht abschließend geklärt. Es wurde beobachtet, dass sich die Trennleistung aufgrund der reduzierten Verweilzeit mit akkumulierendem Feststoff verringert [13], aber die von zahlreichen Wissenschaftlern beschrieben, strömungsmechanischen Vorgänge schließen bisher nicht die Charakteristika der halbkontinuierlichen Betriebsweise ein



[14-18]. Die Analyse der Sedimentation und der Verteilung des Produktes im Zentrifugenrotor ermöglichen die Beschreibung des Füllverhaltens und die Prognose der Trennleistung bei variierenden Betriebsparametern oder Produktwechseln.

In der vorliegenden Arbeit sind erstmals die Trenneigenschaften halbkontinuierlicher Zentrifugen in Abhängigkeit des Sedimentaufbaus und der Strömungsbedingungen in einem mathematischen Modell beschrieben.

1.2 Abgrenzung des Themengebiets

Das Ziel der Arbeit ist es, die Grundlagen für eine kontinuierliche oder halbkontinuierliche Klassierung von Partikeln mit einer Größe unter einem Mikrometer zu schaffen. Der Überblick zeigt, dass bereits Kenntnisse bezüglich der Feinstpartikelklassierung in der Literatur beschrieben sind und als Basis genutzt werden können. Die Zusammenführung der Eigenschaften von kolloidaler Suspension, Sedimentwachstum, Strömungsmechanik und Zentrifugenbetrieb ist jedoch noch nicht erfolgt. Es lassen sich folgende Thesen formulieren:

- i Die sich auf die Klassierung auswirkenden Betriebsparameter und die durch die Bauart der Zentrifuge bedingten Einflüsse lassen sich differenzieren.

Die Abtrennung und Klassierung verschiedener Modellprodukte wird in unterschiedlichen Zentrifugen untersucht und mit den Ergebnissen einer Modellierung verglichen. Hierbei werden die Betriebsparameter der Zentrifuge gezielt variiert, um den Einfluss auf die Trenneffizienz zu beurteilen. Die experimentelle Bestimmung der Strömungsverhältnisse ermöglicht die Bewertung der Effizienz der Einlaufgeometrie bezüglich der tangentialen Vorbeschleunigung der Flüssigkeit. Nur wenn eine effektive Vorbeschleunigung gewährleistet ist, können die hohen Drehzahlen der Zentrifugen ausgenutzt werden.

- ii Kolloidale Partikel zeigen ein ähnliches Sedimentations- und Agglomerationsverhalten wie gleichartige Partikel mit einem Durchmesser über einem Mikrometer.

Durch die geringe Größe der Partikel erschließen sich zum Teil neue Anwendungsmöglichkeiten aufgrund der hohen Oberfläche oder des kleinen Durchmessers. In den Versuchen wird untersucht, ob sich feinste Partikel nach



den gleichen Gesetzmäßigkeiten wie grobe Partikel hinsichtlich der Sedimentation verhalten. Die Neigung zur Agglomeration könnte ein erhebliches Hindernis für die selektive Abtrennung darstellen. Daher muss die Stabilität und Dispergierbarkeit der feindispersen Suspensionen untersucht werden.

- iii Die Abtrennung und Klassierung kolloidaler Partikel in halbkontinuierlichen Vollmantelzentrifugen ist mit Hilfe eines theoretischen Ansatzes für unterschiedliche Geometrien der Zentrifugen vorhersagbar.

Durch eine Modellrechnung sollen die Sedimentation, der Sedimentaufbau und die resultierende Trenngrenze in Abhängigkeit der Suspensionseigenschaften simuliert werden können. Hierzu ist die Kenntnis der Strömungsverhältnisse notwendig, welche experimentell oder mit Computersimulationen bestimmbar sind. Zunächst wird die Plausibilität der Simulationen geprüft, indem die berechneten Strömungsprofile mit Messdaten abgeglichen werden. Der Feststoffanteil im Sediment ist bei nicht kompressiblen Produkten unabhängig von der Zentrifugalkraft. Bei kompressiblen Produkten ist die Verdichtung des Haufwerks in Abhängigkeit der Zentrifugalkraft zu berücksichtigen. Die Charakteristika der Konsolidierung können mit Hilfe von Laborapparaturen gemessen und die Daten in der Rechnung genutzt werden. Die Genauigkeit der Berechnung nimmt dadurch zu.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Sedimentation im Erdschwere- und Zentrifugalfeld

Befindet sich ein Partikel in einer Flüssigkeit oder einem Gas und besitzt es einen Dichteunterschied zu dem umgebenden Medium, so wird es sich entweder der Schwerkraft entgegengerichtet oder sich in Richtung dieser bewegen. Der erste Fall tritt ein, wenn die Dichte geringer als die des umgebenden Mediums ist, der zweite, wenn die Dichte des Partikels größer ist. In der Fest-Flüssig-Trennung wird der erste Fall als Flotation, der letztere als Sedimentation bezeichnet. Die Richtung des Teilchens sowie die Geschwindigkeit mit der es sich bewegt, hängen von der Widerstandskraft F_{Str} und der Masse des Partikels ab, welche die Kräfte F_G und F_A erzeugen. Im Zentrifugalfeld wird die Erdbeschleunigung g durch die Zentrifugalbeschleunigung G ersetzt, welche ein Vielfaches der Erdbeschleunigung darstellt. Hierbei wirkt die Kraft F_Z zusätzlich auf das Partikel. Die Sedimentation ist schematisch in Abbildung 2-1 für das Erd- (a) und Zentrifugalfeld (b) dargestellt. Im Zentrifugalfeld überwiegt die Kraft F_Z in den meisten Fällen die Kraft F_G um mehr als zwei Größenordnungen, sodass F_G bzgl. der Sedimentation vernachlässigt werden kann.

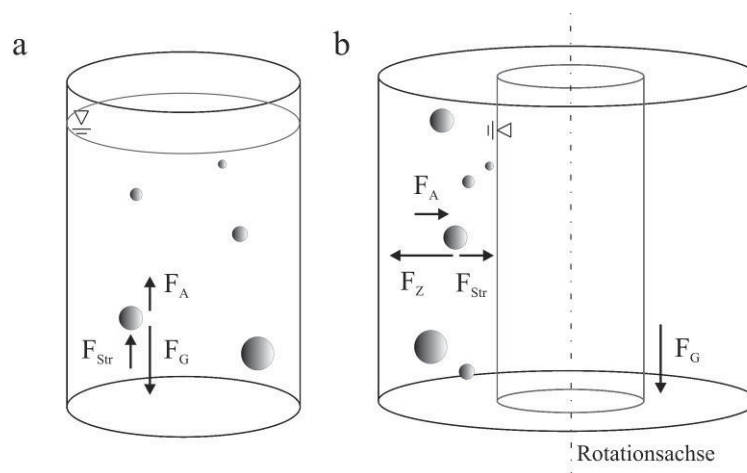


Abb. 2-1: Wirkende Kräfte bei der Sedimentation im Erdschwere (a) und Zentrifugalfeld (b)

Die Sinkgeschwindigkeit eines Partikels lässt sich aus der Widerstandskraft und der Differenz aus Auftriebs- und Gewichtskraft durch gleichsetzen herleiten

$$3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot x \cdot w_{sed} = \frac{\pi \cdot x^3 \cdot (\rho_f - \rho_{fl})}{6} \cdot g \quad [2-1]$$



Die Dichtedifferenz $\rho_f - \rho_{fl}$, die Erdbeschleunigung g sowie der Durchmesser des Partikels x sind die treibenden Größen für die Sedimentation. Gebremst wird das Teilchen durch die Viskosität der Flüssigkeit η . Durch Umformen der Gleichung 2-1 lässt sich die Sinkgeschwindigkeit w_{sed} eines Partikels im Erdschwerefeld berechnen:

$$w_{sed} = \frac{x^2 \cdot (\rho_f - \rho_{fl})}{18 \cdot \eta} \cdot g \quad [2-2]$$

Die Formulierung der Sinkgeschwindigkeit nach Gleichung 2-2 gilt für die Sedimentation eines Einzelpartikels unter der Annahme einer Stokesschen Umströmung. Diese Strömungsform ist erfüllt, wenn die Reynolds-Zahl für das umströmte Partikel kleiner als eins ist. Diese lässt sich mit dem Durchmesser des sedimentierenden Partikels, dem Quotient aus der Dichte der Flüssigkeit und der dynamischen Viskosität sowie der Sedimentationsgeschwindigkeit berechnen:

$$Re_{\text{Partikel}} = \frac{x \cdot \rho_l \cdot w_{sed}}{\eta} \quad [2-3]$$

Schwerpunkt der Dissertation ist die Sedimentation und Fraktionierung von Partikeln in wässrigen Suspensionen mit einem Durchmesser unter einem Mikrometer in Zentrifugalfeldern bis zum 40 000 fachen der Erdbeschleunigung. Für diese ergeben sich Reynolds-Zahlen in der Größenordnung von 10^{-2} , sodass im Weiteren von einer laminaren Sedimentation ausgegangen wird. Die der Sedimentation überlagerten Strömungsbedingungen in Zu- und Ablauf einer Zentrifuge können hingegen turbulent sein, weswegen in diesen Bereichen die Sedimentation nur schwer vorherzusagen ist. Diese Thematik wird in Kapitel 10 ausführlich behandelt.

Die Sedimentationsgeschwindigkeit hängt weiterhin von der Feststoffvolumenkonzentration c_v (Gleichung 2-4) ab.

$$c_v = \frac{V_s}{V_s + V_{fl}} \quad [2-4]$$

Steigt c_v über einen kritischen Wert, so kann die Sedimentationsgeschwindigkeit nicht mehr fehlerfrei aus dem Stokesschen Ansatz berechnet werden. Die kritische Konzentration hängt vom Stoffsystem sowie dem Grad der Stabilisierung der Suspension ab. In der Literatur finden sich Angaben über die Konzentrationsschwelle, welche in der Aussage übereinstimmen, dass eine Feststoffvolumenkonzentration von 0,5 % nicht überschritten werden darf.



In industriellen Anwendungen treten mitunter hohe Feststoffvolumenkonzentrationen von mehreren Prozent auf, sodass nicht mehr von einer ungehinderten Einzelkornsedimentation ausgegangen werden kann. Das Sedimentationsverhalten in Abhängigkeit der Feststoffkonzentration wurde von Richardson und Zaki [19] untersucht und in Form einer Potenzfunktion ausgedrückt. Der Exponent kann abhängig von Stoffsystem variieren und muss daher experimentell bestimmt werden.

Im Zentrifugalfeld lassen sich Partikel abtrennen, welche aufgrund der Abhängigkeit der Sinkgeschwindigkeit von der Partikelgröße im Erdschwerefeld nur sehr langsam oder gar nicht mehr sedimentieren. In einer Zentrifuge wirkt statt der Erdbeschleunigung mit $9,81 \text{ m/s}^2$ ein Vielfaches auf die Partikel. Der Zusammenhang zwischen Erdbeschleunigung und Zentrifugalbeschleunigung lautet:

$$G = \frac{r \cdot \omega^2}{g} . \quad [2-5]$$

Hierbei ist r der Radius, auf dem sich ein sedimentierendes Partikel befindet und ω die Winkelgeschwindigkeit mit

$$\omega = \frac{2 \cdot \pi \cdot n}{60} . \quad [2-6]$$

Die Drehzahl n in U/min wird mit dem Faktor 60 in die Einheit der Winkelgeschwindigkeit s^{-1} umgerechnet. Wird die Schleuderzahl in die Gleichung 2-2 eingesetzt, folgt die Sedimentationsgeschwindigkeit im Zentrifugalfeld:

$$w_{\text{sed,zentrifugal}} = \frac{x^2 \cdot (\rho_f - \rho_{fl})}{18 \cdot \eta} \cdot g \cdot G . \quad [2-7]$$

In dieser Arbeit wird ausschließlich die Sedimentationsgeschwindigkeit im Zentrifugalfeld verwendet, daher wird auf den Index „zentrifugal“ zukünftig verzichtet. Aus der Sinkgeschwindigkeit kann die Zeit, welche ein Partikel zur Sedimentation einer bestimmten Strecke l_{sed} benötigt, berechnet werden:

$$t_{\text{sed}} = \frac{l_{\text{sed}}}{w_{\text{sed}}} . \quad [2-8]$$

Um die Sedimentationszeit eines Partikels in einer Zentrifuge zu berechnen, wird Gleichung 2-8 zwischen dem Radius des Überlaufwehres und dem der Trommel integriert. Mitunter ist diese Annahme allerdings nicht zulässig. Die Ursachen und



Grenzfälle sind in Kapitel 2.4.2 beschrieben. Um die Abscheideleistung in einer Zentrifuge berechnen zu können, ist die Kenntnis der Verweilzeit notwendig. Die Verweilzeit τ ist der Quotient aus durchströmtem Volumen V_{Kap} und dem Volumenstrom \dot{V} , bzw. der Quotient aus der Länge des Rotors L_0 und der axialen Strömungsgeschwindigkeit v_{ax} :

$$\tau = \frac{V_{\text{Kap}}}{\dot{V}} = \frac{L_0}{v_{\text{ax}}} \quad [2-9]$$

Setzt man Gleichungen 2-8 und 2-9 gleich und löst nach dem Partikeldurchmesser auf, so folgt der Ausdruck zur Berechnung der Trennkorngröße x_{sep} . Die Trennkorngröße ist folglich die Größe des Partikels welches unter den gegebenen Betriebsbedingungen - Drehzahl und Volumenstrom - sowie den geometrischen Abmessungen des Zentrifugenrotors sowie der spezifischen Eigenschaften der Suspension gerade noch abgeschieden werden kann.

$$x_{\text{sep}} = \sqrt{\frac{1}{\tau}} \cdot \sqrt{\frac{18 \cdot \eta}{\rho_s - \rho_l}} \cdot \sqrt{\ln\left(\frac{r_T}{r_{\text{Wehr}}}\right)} \cdot \frac{30}{\pi \cdot n} \quad [2-10]$$

Bei der Berechnung der Abscheidung muss beachtet werden, dass es bei breiten Partikelgrößenverteilungen und Feststoffvolumenkonzentrationen selbst unter 0,5 % zu einer Sedimentation von feinsten Partikeln in der Zentrifuge kommt. Um die Abscheidung feiner Partikel unterhalb der theoretischen Trenngrenze zu berücksichtigen hat Leung [20] folgende Korrektur vorgeschlagen:

$$j(x) = \left(\frac{x}{x_{\text{sep}}}\right)^2 \quad [2-11]$$

Der Grund für die Verschleppung feiner Partikel in die Grobfraktion wird von Leung nicht begründet. Die Ursache für die Verschleppung von feinen Partikeln in das Grobgut wird in Kapitel 10.3 behandelt.

Durch die äquivalente Klärfläche

$$\Sigma = \frac{\pi \cdot L_0 \cdot (2 \cdot \pi \cdot n)^2}{g} \cdot \frac{(r_T^2 - r_{\text{Wehr}}^2)}{\ln\left(\frac{2 \cdot r_T^2}{r_T^2 + r_{\text{Wehr}}^2}\right)} \quad [2-12]$$

lassen sich nach Ambler [21] unterschiedliche Zentrifugentypen hinsichtlich ihrer Trennleistung miteinander vergleichen. Die Berechnung der äquivalenten Klärfläche ist vom Zentrifugentyp abhängig. Für die Röhrenzentrifuge und andere



Vollmantelzentrifugen ohne Austragsorgan oder innere Oberflächen kann die Gleichung 2-12 angewandt werden¹. Der Trommelradius muss gegebenenfalls an die korrekten, geometrischen Abmessungen der Strömung angepasst werden (vgl. Kapitel 2.4.2).

2.2 Abschätzung der Auswirkungen der Diffusion auf die Sedimentation

Die Sedimentation von feinen Partikeln wird durch die Diffusion überlagert. Die Bedeutung der Diffusion nimmt mit steigender Temperatur T und sinkendem Partikeldurchmesser nach Gleichung 2-13 zu, jedoch ist eine Bewertung des Einflusses nicht alleinig durch die Betrachtung des Diffusionskoeffizienten D möglich. In der Gleichung zur Berechnung der Diffusion steht k_B für die Boltzmann-Konstante.

$$D = \frac{k_B \cdot T}{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot x} \quad [2-13]$$

Das Verhältnis von Sinkgeschwindigkeit zu Diffusion entscheidet, ob ein Partikel auf dem Sedimentationsweg merklich abgelenkt wird. Das Verhältnis wird durch die Partikel-Peclet-Zahl Pe , auch Partikel-Bodensteinzahl genannt, ausgedrückt

$$Pe = \frac{L_c \cdot w_{sed}}{2 \cdot D} \quad [2-14]$$

Hierbei ist L_c eine charakteristische Länge. Liegt die Peclet-Zahl über eins, so kann der Einfluss der Diffusion auf den Sedimentationsweg vernachlässigt werden [22]. In der Literatur wird entweder der Partikeldurchmesser oder der Sedimentationsweg als charakteristische Länge gewählt, wodurch sich die Pe -Zahl im Bereich mehrerer Größenordnungen bewegt [23, 24]. Die Wahl der charakteristischen Länge hat folglich einen entscheidenden Einfluss auf die Größenordnung der Pe -Zahl. Diese Problematik wird auch in der Literatur beschrieben [25]. Aus diesem Grund sind in der Abbildung 2-2 die Pe -Zahlen für beide Fälle gegenübergestellt. Die Dichte der Partikel beträgt 2200 kg/m^3 . Für Partikel höherer Dichte verschieben sich die Geraden nach oben, bei Abnahme der Dichte nach unten.

¹ Durch Austragsorgane wie die Schnecke in einem Dekanter wird die Geometrie des durchströmten Bereiches geändert. In Separatoren erhöht das Tellerpaket die für die Abtrennung zu Verfügung stehende Oberfläche erheblich und die Sedimentationswege sind stark verkürzt. Hierdurch können im Separator feinste Partikel bei geringeren Drehzahlen als in Röhrenzentrifugen abgetrennt werden, jedoch liegt die absolut zu erreichende Trenngrenze bei größeren Partikeln.

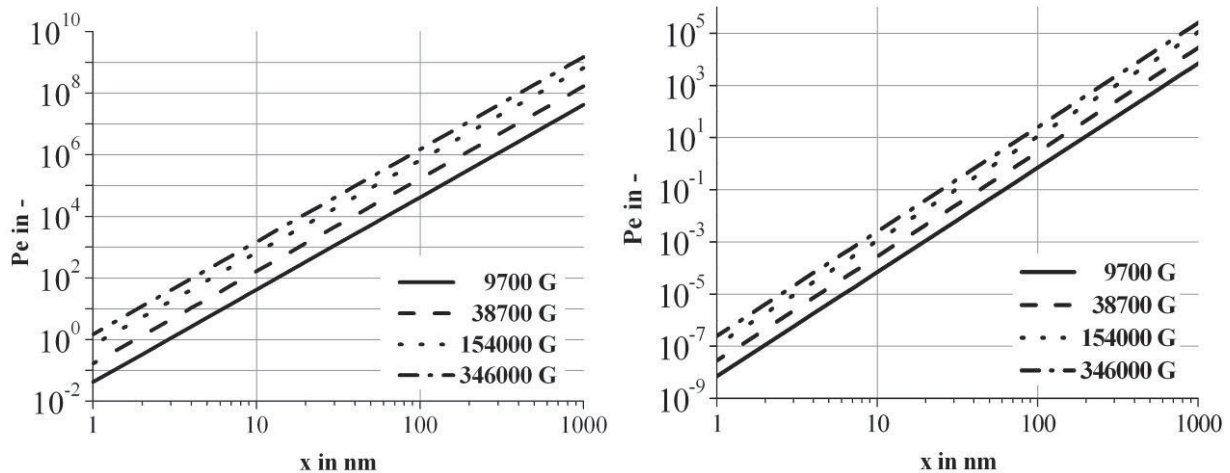


Abb. 2-2: Einfluss der Diffusion auf die Sedimentation: Peclet-Zahl von Partikeln unter 1 μm mit l_{sed} (links) und x als charakteristische Länge (rechts)

Wird die Sedimentationsstrecke als charakteristische Länge zugrunde gelegt können in Abhängigkeit der Schleuderrzahl selbst Partikel von 3 nm bis unter einem Nanometer abgetrennt werden, bevor die Sedimentation und Klassierung durch die Brownsche Molekularbewegung beeinträchtigt wird. Im rechten Diagramm der Abbildung 2-2 sind die Pe-Zahlen unter Berücksichtigung der Partikelgröße als charakteristische Länge aufgetragen. Bei dieser Grenzbetrachtung zeigt sich, dass trotz konservativer Wahl der charakteristischen Länge Partikel zwischen 100 nm und 40 nm abgetrennt werden können.

2.3 Experimentelle Bestimmung des Trenngrades

Der Trenngrad $T(x)$ gibt den Anteil an abgeschiedenen Partikeln im Bezug auf die aufgegebenen Partikel in Abhängigkeit der Partikelgröße x an und kann für Luftfilter, Flüssigfilter, Zentrifugen, elektrostatische Abscheider usw. aus experimentellen Daten berechnet werden. Wird das Aufgabegut A_g in Feingut F_g und Grobgut G_g aufgetrennt, können die Fraktionen gewogen und aus der Partikeldichteverteilung des Aufgabegutes $q_{A_g}(x)$ und entweder der des Grobgutes $q_{G_g}(x)$ oder Feingutes $q_{F_g}(x)$ der Trenngrad bestimmt werden:

$$A_g = 1 = G_g + F_g \quad [2-15]$$

$$T(x) = \frac{G_g \cdot q_{G_g}(x)}{q_{A_g}(x)} = 1 - \frac{F_g \cdot q_{F_g}(x)}{q_{A_g}(x)} \quad [2-16]$$

Eine exemplarische Darstellung der Partikelgrößenverteilung von Aufgabel-, Fein- und Grobgut zeigt das linke Diagramm der Abbildung 2-3. Der aus den Verteilungen folgende Trenngrad ist im rechten Diagramm als „real“ bezeichneter Verlauf eingezeichnet.

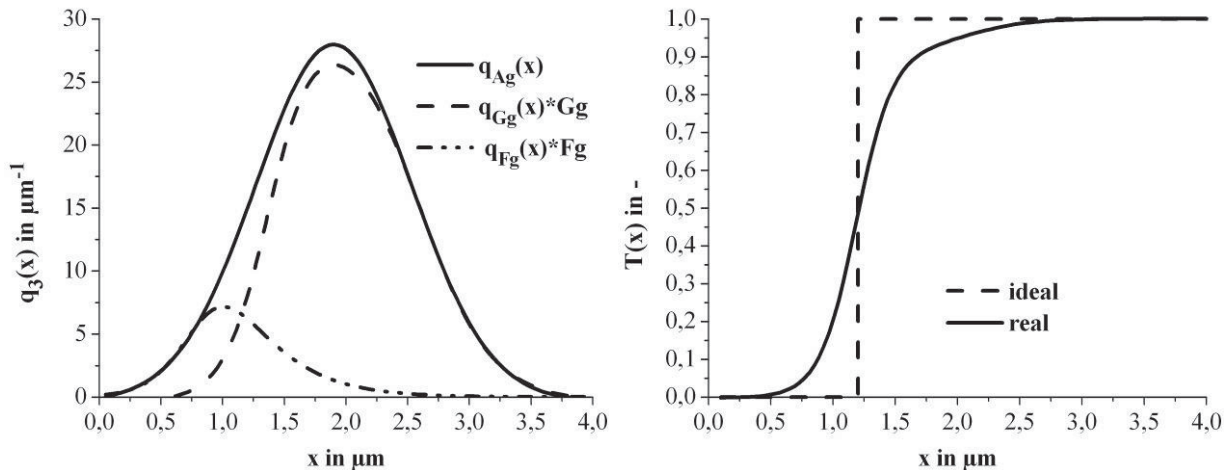


Abb. 2-3: Auftrennung des Aufgabegutes in Grob- und Feingut (links) und Trenngradverlauf in Abhängigkeit der Partikelgröße ideal nach Gleichung 2-10 und real (rechts)

Ausgehend von der idealen Trennung nach Gleichung 2-10 würde der als „ideal“ eingezeichnete Trennkurvenverlauf folgen, der in Zentrifugen jedoch nicht erreicht wird. Die Gründe liegen in der zum Teil turbulenten Strömung sowie der Verteilung des Produktes im Zulaufbereich der Zentrifuge. Eine theoretische Betrachtung sowie Berechnung des Trenngrades für die in dieser Arbeit vorgestellten Zentrifugen befindet sich in Kapitel 10.3.

2.4 Betriebsweise von Vollmantel-Überlaufzentrifugen

2.4.1 Funktionsprinzip

Die Röhrenzentrifuge ist ein halbkontinuierlicher Apparat zur Abscheidung von Partikeln aus einer Suspension. Die Zentrifuge kann mit einem geometrisch unterschiedlichen Rotor auch zur kontinuierlichen Flüssig-Flüssig-Trennung eingesetzt werden. In der vorliegenden Arbeit wird die Abscheidung von Feststoff betrachtet, daher wird auf die zuletzt genannte Anwendung im Folgenden nicht näher eingegangen.

Wird eine Suspension kontinuierlich in den Rotor eingebracht, so sedimentieren die Partikel durch die von der Zentrifugalbeschleunigung aufgebrachte Gewichtskraft radial nach außen und die geklärte Flüssigkeit wird über ein Überlaufwehr in eine

Auffangtasse tangential abgeschleudert. Je nach Partikelgrößenverteilung sedimentieren die Partikel verteilt über die gesamte Rotorlänge, wodurch ein produktabhängiger Sedimentaufbau folgt. Im Falle einer unvollständigen Abtrennung der Partikel – für die Klassierung gezielt eingestellt – befindet sich die feine Fraktion in dem Überlauf, welcher auch als Zentrat bezeichnet wird. Wenn die Kapazität des Rotors erreicht ist muss die Zentrifuge gestoppt und der Feststoff entweder manuell oder automatisch ausgeräumt werden. Durch den halbkontinuierlichen Betrieb ist diese Zentrifuge vorzugsweise für die Klärung niedrig konzentrierter Suspensionen und die Abtrennung wertvoller Produkte einzusetzen, da hier das Verhältnis von Schleuder- zu Rüstzeit den Einsatz der Maschine rentabel macht. Handelt es sich um einen sehr wertvollen Feststoff, beispielsweise Wirkstoffe aus der Arzneimittelindustrie, so kann der Betrieb auch bei höheren Konzentrationen wirtschaftlich sein.

Der Sedimentaufbau ist abhängig von der Fließfähigkeit des Partikelsystems. Es lassen sich zwei Grundformen beschreiben. Zum einen die keilförmige Ablagerung der Partikel, welche sich mit zunehmender Prozesszeit in Richtung des Überlaufwehres fortsetzt, und zum anderen die gleichmäßige Verteilung des Produktes im Verfahrensraum. Die beiden Grenzfälle sind in Abbildung 2-4 dargestellt.

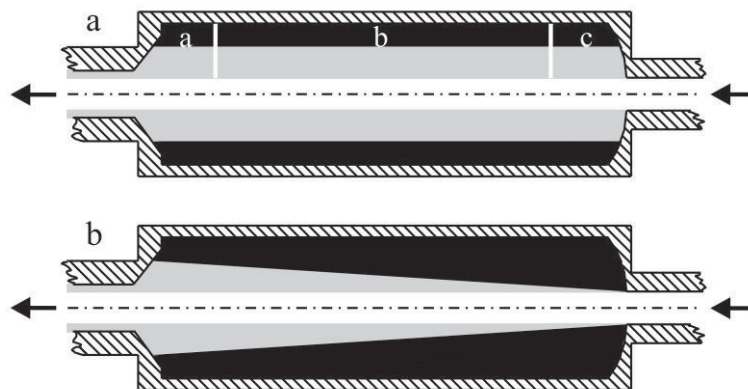


Abb. 2-4: Grenzfälle des Sedimentaufbaus nach Stahl et al. [26]

Eine Struktur nach 2-4 a ist bei ideal fließfähigen Produkten zu erwarten, während die Verteilung nach 2-4 b bei nicht fließfähigen Systemen entstehen würde. Die Analyse des Sedimentaufbaus ist von entscheidender Bedeutung für die Auslegung des Trennprozesses, da das Sediment die Strömung beeinflusst, siehe auch Kapitel 6 und 7. Der geringste Einfluß folgt aus der Kombination eines gleichmäßig aufgebauten Sedimentes und einer Grenzflächenströmung (siehe Kapitel 2.4.2), da hier das Sediment erst bei sehr hohen Füllgraden den durchströmten Bereich erreicht. Die

größten zeitlichen Veränderungen entstehen bei einem keilförmigen Aufbau nach 2-4 a und einer kolbenförmigen Durchströmung des gesamten Verfahrensraumes.

2.4.2 Strömungsphänomene

Prinzipiell können zwei Grenzfälle für die Durchströmung von Vollmantelzentrifugen aufgestellt werden. Im ersten Fall strömt die Flüssigkeit durch den gesamten Verfahrensraum, die Verweilzeit kann nach Gleichung 2-9 berechnet werden [13]. An der Rotorwandung ist die Strömungsgeschwindigkeit aufgrund der Haftbedingung gleich Null, an der Oberfläche zwischen der rotierenden Flüssigkeit und der Luft ist sie durch die geringe Reibung am höchsten. Das Strömungsprofil ist in Abbildung 2-5 a) schematisch dargestellt. Bei diesem Grenzfall handelt es sich um ein stark idealisiertes Profil, welches nach Kenntnis des Autors in Zentrifugen bisher nicht nachgewiesen werden konnte. Vielmehr stellt sich der zweite Grenzfall in vielen Überlaufzentrifugen, sowie es in Abbildung 2-5 b) gezeigt ist, ein.

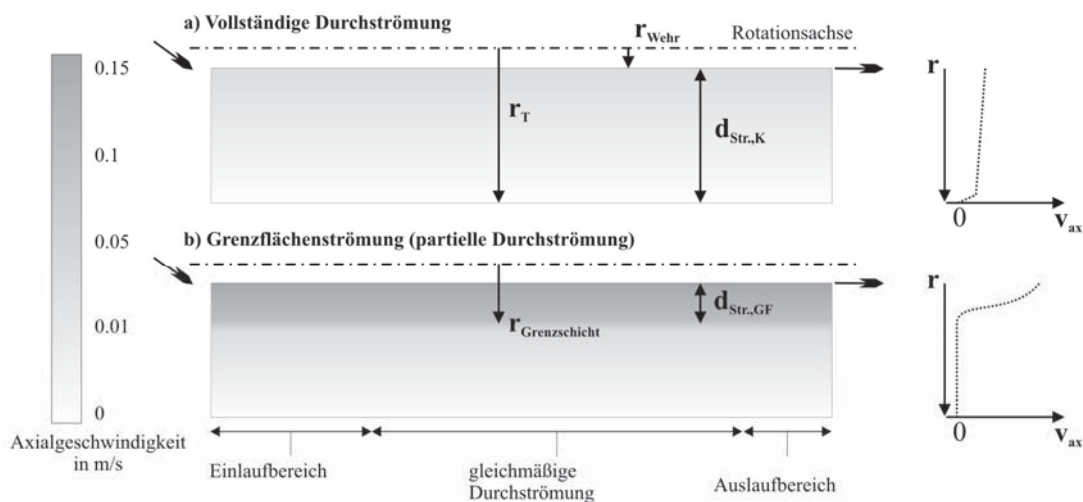


Abb. 2-5: Grenzfälle der Strömungsformen in Vollmantelzentrifugen

Die Grenzflächenströmung konnte durch Bass experimentell nachgewiesen werden. Er hat die Durchströmung einer Röhrenzentrifuge bis 2400 G mit Einfärbeversuchen untersucht und herausgefunden, dass sich die Farbe nur in einer schmalen Schicht oberhalb eines klaren Pools verteilt [14, 15]. Er variierte den Durchsatz und die Wehrhöhe und stellte fest, dass mit zunehmendem Volumenstrom ein größerer Querschnitt durchströmt wird. Eine genaue Aussage über die Abhängigkeit der Dicke der Grenzflächenströmung von Volumenstrom und Wehrhöhe ist nicht möglich, da er beide Parameter gleichzeitig geändert hat. Es ist jedoch ein Trend erkennbar: Die Strömungsgeschwindigkeit in der Grenzfläche nimmt mit steigender Drehzahl zu. Hierdurch muss die Grenzschichtdicke abnehmen. Diesen Effekt konnte Glinka mit



einem elektrolytischen Messverfahren, bei dem er eine Leitfähigkeitssonde in eine Vollmantelzentrifuge integrierte und mit dieser einen im Zulauf aufgegebenen Impuls detektiert hat, unabhängig bestätigen [18]. Sokolov untersuchte das Phänomen der Grenzflächenströmung an einer Röhrenzentrifuge, welche geometrisch derer in dieser Arbeit verwendeten Röhrenzentrifuge entspricht. Er stellte fest, dass sich eine Grenzflächenströmung in der Zentrifuge ausbildet und ihre Stärke von den Zulaufbedingungen abhängt [27]. Hierbei sind die tangentielle Beschleunigung der zugeführten Flüssigkeit im Einlaufbereich sowie das Vorhandensein einer Grenzfläche zwischen Wasser und Luft entscheidend. Wird die Flüssigkeit auf einen sich bereits mit Starrkörperrotation bewegendem Flüssigkeitszylinder gefördert, so ist die Ausbildung einer Grenzflächenströmung die Folge. Die bereits rotierende Flüssigkeit ist durch den hohen Druckgradienten in radialer Richtung stabil und die geringe Reibung zwischen Luft und Wasser fördert die Strömung der eintretenden Flüssigkeit an der Oberfläche. Mit zunehmendem Volumenstrom wird der durch die eintretende Flüssigkeit aufgebrauchte Impuls größer, wodurch die im Rotor befindliche Flüssigkeit abgebremst und die eintretende Flüssigkeit erst mit einer gewissen Distanz zum Zulauf die Umfangsgeschwindigkeit erreicht (vgl. Kapitel 7.1). Ein nahezu kolbenförmiges Strömungsprofil kann nur erreicht werden, wenn die Flüssigkeit schon im Zulaufbereich homogen verteilt wird und mit der Winkelgeschwindigkeit der bereits im Rotor befindlichen Flüssigkeit auf diese trifft (vgl. Kapitel 9.1.2).

In der Literatur sind sowohl Gleichungen für die Berechnung der Grenzschichtdicke sowie der Überhöhung der Flüssigkeit am Wehr zu finden. Meyer [28] beschreibt die Überhöhung mit

$$r_{\text{Wehr}} - r_{\text{Int}} = \left(\frac{3 \cdot \dot{V}}{4 \cdot \pi \cdot r_{\text{Int}} \cdot \omega^2} \right)^{2/3}, \quad [2-17]$$

wobei r_{Int} den Radius der Grenzfläche zwischen Wasser und Luft bezeichnet. Im Berechnungsansatz der Trennkorngränze ersetzt r_{Int} folglich den Wehrradius r_{Wehr} . Unter Berücksichtigung der Überhöhung der Flüssigkeit am Überlaufwehr kann nach Gösele [17] der Radius der Grenzflächenströmung $r_{\text{Grenzschicht}}$ berechnet werden

$$nG \cdot \left[\left(\frac{r_{\text{Int}}}{r_{\text{Grenzschicht}}} \right)^2 - 1 \right] = 1 - \left(\frac{r_{\text{Grenzschicht}}}{r_{\text{Wehr}}} \right)^{2 \cdot nG}. \quad [2-18]$$

Der Faktor nG ist nach Gösele dazu gedacht, eine unzureichende, tangentielle Beschleunigung der Flüssigkeit in das Modell einzubinden. Für $nG=1$ ist die Starrkörperrotation erreicht, Faktoren bis zwei beschreiben ein Nachhinken der



Flüssigkeit. Die Berechnung der Abmessungen der Grenzflächenströmung nach Gleichung 2-18 könnte die experimentelle oder numerische ersetzen, doch muss die Gültigkeit der Formeln für die entsprechenden Zentrifugentypen geprüft werden. Eine Bewertung der Ansätze ist in Kapitel 10.3.2 zu finden.

Die tangentielle Beschleunigung der zugeführten Suspension hängt von der Geometrie des Zulaufs ab. Mit einer Prallplatte kann die in axialer Richtung im Freistrahл zugeführte Flüssigkeit radial umgelenkt werden. Eine effektive Beschleunigung der Flüssigkeit in Umfangsrichtung ist auf diese Weise konstruktiv nicht zu erreichen. Die Suspension trifft daher mit einer hohen Relativgeschwindigkeit auf die bereits im Rotor befindliche, rotierende Flüssigkeit. Hierdurch treten starke Scherkräfte auf, welche die Flüssigkeit im Rotor abbremsen und das Produkt mitunter schädigen können. Durch die mangelnde Vorbeschleunigung kann es zum Nachhinken der gesamten Flüssigkeit kommen. Der Unterschied zwischen Starrkörperrotation und tatsächlicher Drehzahl liegt in der Größenordnung von 20 % [29, 30]. Um das Nachhinken zu vermeiden werden oftmals Einbauten verwendet, welche die Flüssigkeit mechanisch mitnehmen. Hierbei müssen die Flügel die gesamte Höhe der Flüssigkeit abdecken [31]. Die Flügel können allerdings bei einer automatischen Entleerung von großem Nachteil sein, da sich Produkthanbackungen nicht ohne weiteres entfernen lassen. Die Beschleunigung über rotierende Blätter im Zulaufbereich ist bei niedrigen Drehzahlen wirksam, jedoch nimmt die Effektivität mit steigender Drehzahl stark ab. Um die Flüssigkeit auch bei höheren Drehzahlen in Umfangsrichtung zu beschleunigen, muss sie in Kanälen zwangsgeführt werden. Dies kann z.B. durch rotierende Röhrrchen (vgl. Abbildung 4-13) umgesetzt werden.

2.5 Betriebsweise von Vollmantelzentrifugen mit Kern

Vollmantelzentrifugen mit Kern unterscheiden sich von herkömmlichen Röhrenzentrifugen durch einen zweiten, innen liegenden Zylinder, welcher mit der Drehzahl des äußeren Rotors rotiert. Der Aufbau eines solchen Rotors ist in Abbildung 4-12 zu sehen. Der Feststoff lagert sich zwischen den Rotoren ab und muss manuell ausgeräumt werden, sobald die Feststoffkapazität erreicht ist. In dieser Arbeit wird im Folgenden der Begriff „Tandem-Anordnung“ für diesen Zentrifugentyp verwendet.

Zentrifugen mit Tandem-Anordnung werden in der pharmazeutischen Industrie zur Herstellung von Impfstoffen eingesetzt. Der Vorteil dieser Konstruktion liegt an dem definierten Strömungskanal und der gasfreien Fahrweise. Hierdurch ist eine schonende