

Beitrag zur atmosphärischen Wirbelschichtgefrieretrocknung

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieurin
Dr.-Ing.**

von Dipl.-Ing. Plamena Tomova Ihlow
geb. am 18.02.1975 in Burgas

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

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

Prof. Dr.-Ing. habil. Evangelos Tsotsas

Promotionskolloquium am 22. Mai 2006

Vorwort

Die vorliegende Arbeit wurde während meiner Tätigkeit als Stipendiatin der Deutschen Bundesstiftung Umwelt am Lehrstuhl Chemischer Apparatebau des Institutes für Apparate- und Umwelttechnik der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg angefertigt.

Für die Möglichkeit der Bearbeitung des Themas und die fachliche Betreuung sowie die angenehme Arbeitsatmosphäre möchte ich mich besonders bei meinem Doktorvater, Leiter des Institutes für Apparate- und Umwelttechnik Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Dr. h. c. Lothar Mörl bedanken.

Ich danke ganz besonders den Herren Dr.-Ing. Matthias Ihlow und Dr.-Ing. Mirko Peglow für die vielen Anregungen, Diskussionen und fachlichen Hinweise, welche zum Gelingen der Arbeit beitrugen.

Allen Mitarbeitern des Lehrstuhls für Chemischen Apparatebau möchte ich meinen Dank zum Ausdruck bringen. Hierzu zählen im Besonderen die Herren Dr.-Ing. Hartmut Haida und Dipl.-Ing. Wolfgang Behns. Der angenehmen und freundschaftlichen Zusammenarbeit mit Jun. Prof. Dr.-Ing. Stefan Heinrich, Dr.-Ing. Markus Henneberg, Dipl.-Ing. Robert Hampel, Frau Dipl.-Ing. Dessislava Ahchieva und Frau Dr.-Ing. Elka Piskova gilt ebenfalls mein großer Dank. Zum Gelingen der Arbeit trugen durch ihre engagierte Tätigkeit Laborleiterin Frau Chem.-Ing. Sabine Schlüsselburg und Werkstattmeister Lutz Herbst bei. Weiterhin möchte ich Frau Dipl.-Ing. Velislava Edreva sowie Dipl.-Ing. Vessislava Todorova und allen Studenten, die im Rahmen ihrer Studien- und Diplomarbeiten am Thema mitgewirkt haben, danken.

Mein großer Dank geht ebenfalls an Frau Doz. Dr.-Ing. Mirjana Kostova und Herrn Prof. Dr.-Ing. Michai Christov für ihre Tätigkeit im Deutschsprachigen Lehrgang der Universität für Chemische Technologie und Metallurgie Sofia.

Ganz herzlich sei meiner Familie für ihre Geduld und moralische Unterstützung gedankt.

Der Deutschen Bundestiftung Umwelt danke ich für ihr Vertrauen und die finanzielle Unterstützung der Arbeit.



Inhaltsverzeichnis

Vorwort	I
Inhaltsverzeichnis	IV
Nomenklatur	V
1 Einleitung	1
1.1 Allgemeines	1
1.2 Kenntnisstand	4
1.3 Motivation und Zielstellung	8
2 Experimentelle Arbeiten	10
2.1 Aufbau der Versuchsanlage	10
2.1.1 Wirbelschichttrockner	12
2.1.2 Festbettadsorber	12
2.1.3 Messwerterfassungssystem	14
2.2 Untersuchte Materialien	14
2.2.1 Modellmaterial	15
2.2.2 Biologische Materialien	16
2.3 Durchführung der Experimente	19
2.3.1 Vorbereitung der Trocknungsmaterialien	19
2.3.2 Versuchsdurchführung	20
2.3.3 Versuchsauswertung	21
2.4 Sorptionsgleichgewicht	22
3 Modellierung und Bilanzierung	24
3.1 Wirbelschichtmodell	24
3.1.1 Modellannahmen	26
3.1.2 Bilanzierung	28
3.1.3 Kinetiken	32
3.2 Adsorbermodell	36
3.2.1 Modellannahmen	36
3.2.2 Bilanzierung	41
3.2.3 Kinetiken	43

3.3	Mathematische Lösung der Bilanzgleichungen	45
4	Ergebnisse und Diskussion	47
4.1	Versuche mit der Modellsubstanz	47
4.1.1	Verhalten bei der Wirbelschichtgefriertrocknung	47
4.1.2	Variation der Versuchsdurchführung	51
4.1.3	Variation der Schichtmasse	55
4.1.4	Variation der Lufteintrittstemperatur	59
4.1.5	Variation des Luftmassenstroms	62
4.1.6	Validierung der vorgestellten Modelle	65
4.2	Versuche mit dem biologischen Produkt Möhren	72
4.2.1	Verhalten bei der Wirbelschichtgefriertrocknung von Möhren	72
4.2.2	Variation der Schichtmasse	76
4.2.3	Variation der Lufteintrittstemperatur	79
4.2.4	Variation der Produktgröße	80
4.2.5	Validierung der Modelle für das Produkt Möhren	84
4.2.6	Vereinfachte Modellvorstellung zur Beschreibung der Trocknungs- kurve	90
4.3	Versuche mit weiteren biologischen Produkten	93
4.4	Verhalten des Adsorbers	96
4.4.1	Validierung des Adsorbermodells	96
4.4.2	Theoretische Berechnung der Durchbruchskurve	99
5	Anlagenkonzept und Kostenabschätzung	102
5.1	Vorschlag eines Anlagenkonzeptes	102
5.2	Auslegung der Anlagenkomponenten anhand einer konkreten Trock- nungsaufgabe	104
5.2.1	Wirbelschichtapparat	104
5.2.2	Adsorber	106
5.2.3	Rohrleitung	108
5.2.4	Kühler	108
5.2.5	Gebälse	112
5.2.6	Heizer für die Regeneration	115
5.3	Abschätzung der Anlagenbetriebskosten	117
6	Zusammenfassung	119
A	Konstanten und Stoffwerte	123
A.1	Konstanten	123
A.2	Stoffwerte	123
A.2.1	Stoffwerte trockene Luft	123
A.2.2	Stoffwerte Wasser/Eis	124
A.2.3	Stoffwerte Wasserdampf	125

B Kenngrößen	127
B.1 Wirbelschichtkenngrößen	127
B.2 Adsorberkenngrößen	128
C Stoff- und Wärmeübergangskoeffizienten	130
C.1 Wirbelschicht	130
C.1.1 Stoff- und Wärmeübergangskoeffizienten Luft-Partikel in der Sus- pensionsphase	130
C.1.2 Wärmeübergangskoeffizient Luft-Wand innenseitig	131
C.1.3 Wärmeübergangskoeffizient Partikel-Wand	132
C.1.4 Wärmeübergangskoeffizient Wand-Umgebung	132
C.2 Adsorber	133
C.2.1 Stoff- und Wärmeübergang Luft-Partikel	133
D Ergebnisse	135
Literaturverzeichnis	154

Nomenklatur

Lateinische Buchstaben

Formelzeichen	Bezeichnung	Einheit
a	Würfelkantenlänge	m
A	Fläche	m^2
c	Spezifische Wärmekapazität	$J/(kgK)$
d	Durchmesser	m
D	Diffusionskoeffizient	m^2/s
h	Spezifische Enthalpie	J/kg
H	Enthalpie	J
\dot{H}	Enthalpiestrom	J/s
H_{WS}	Wirbelschichthöhe	m
k	Wärmedurchgangskoeffizient	$W/(m^2K)$
k	Stichprobenanzahl	–
l	Ortskoordinate	m
L_{Ad}	Adsorberlänge	m
m	Masse	kg
\dot{m}	Massenstrom	kg/s
n	Anzahl	–
p	Druck	Pa
P	Leistung	W
\dot{Q}	Wärmestrom	J/s
R	Radius	m
s	Dicke	m
\bar{s}_x	Standardabweichung des Mittelwertes	–
t	Zeit	s
T	Temperatur	K
V	Volumen	m^3
\dot{V}	Volumenstrom	m^3/s
w	Geschwindigkeit	m/s
\dot{W}	Mechanische Leistung	W

X	Feststoffbeladung	$kg_W/kg_{tr,P}$
Y	Gasbeladung	$kg_W/kg_{tr,L}$
z	Ortskoordinate	m

Griechische Buchstaben

Formelzeichen	Bezeichnung	Einheit
α	Wärmeübergangskoeffizient	$W/(m^2K)$
β	Stoffübergangskoeffizient	m/s
Δ	Delta (Differenz)	—
ϵ	Porosität	—
ϵ_C	Ideale Leistungszahl	—
η	Dynamische Viskosität	$kg/(ms)$
η	Wirkungsgrad	—
η_C	CARNOT-Wirkungsgrad	—
ϑ	Temperatur	$^{\circ}C$
λ	Wärmeleitfähigkeit	$W/(mK)$
ν	Bypassanteil	—
ν	Kinematische Viskosität	m^2/s
ξ	Dimensionslose Produktfeuchte	—
ρ	Dichte	kg/m^3
ϕ	Normierte Trocknungsgeschwindigkeit	—
φ	Relative Feuchte	—

Tiefgestellte Indizes

Index	Bezeichnung
0	Leerrohr
I	Erster Trocknungsabschnitt
Anl	Anlage
AE	Apparatelement
App	Apparat
BZ	Beruhigungszone
ax	Axial
B	Blasenphase
BP	Betriebspunkt
Ch	Charakteristisch
D	Dampf
Eis	Eis
EK	Einzelkugel
El	Elektrisch

<i>F</i>	Filter
<i>g</i>	Gasförmig, Gas
<i>G</i>	Gebläse
<i>ges</i>	Gesamt
<i>Gl</i>	Gleichgewicht
<i>H</i>	Heizer
<i>hydr</i>	Hydraulisch
<i>i</i>	Innen
<i>Iso</i>	Isolierung
<i>KG</i>	Kühlgrenze
<i>krit</i>	Kritisch
<i>L</i>	Luft
<i>P</i>	Produkt
<i>PO</i>	Produktoberfläche
<i>RE</i>	Rohrleitungseinbauten
<i>RL</i>	Rohrleitung
<i>S</i>	Suspensionsphase
<i>Sat</i>	Sättigung
<i>Schm</i>	Schmelzen
<i>Sorp</i>	Sorption
<i>Sub</i>	Sublimation
<i>tr</i>	Trocken
<i>U</i>	Umgebung
<i>V</i>	Volumen
<i>VD</i>	Verdichter
<i>W</i>	Wand
<i>W</i>	Wasser
<i>WK</i>	Wirbelkammer
<i>WP</i>	Wirbelpunkt
<i>ZK</i>	Zuströmkammer

Hochgestellte Indizes

<i>Ad</i>	Adsorber
<i>aus</i>	Austritt
<i>ein</i>	Eintritt
<i>Sub</i>	Sublimation

Dimensionslose Kennzahlen

$$Ar = \frac{gd_P^3(\rho_P - \rho_G)}{\nu_G^2 \rho_G} \quad \text{Archimedes-Zahl}$$

$Bi =$	$\frac{\alpha \cdot L_{ch}}{\lambda_P}$	Biot-Zahl
$Gr =$	$\frac{g \cdot L^3}{\nu_G^2} \beta \cdot \Delta T$	Grashof-Zahl
$Nu =$	$\frac{\alpha \cdot L_{ch}}{\lambda_G}$	Nusselt-Zahl
$Pe_0 =$	$\frac{w_0 \cdot d}{D}$	Molekulare Péclet-Zahl
$Pr =$	$\frac{c_{P,G} \cdot \nu_G \cdot \rho_G}{\lambda_G}$	Prandtl-Zahl
$Ra =$	$Gr \cdot Pr$	Rayleigh-Zahl
$Re =$	$\frac{w \cdot L_{ch}}{\nu_G}$	Reynolds-Zahl
$Sc =$	$\frac{\nu_G}{D}$	Schmidt-Zahl
$Sh =$	$\frac{\beta \cdot L_{ch}}{D}$	Sherwood-Zahl

Kapitel 1

Einleitung

1.1 Allgemeines

Die Trocknung biologischer Produkte stellt ein wichtiges Grundverfahren in der Lebensmittelindustrie dar und dient dabei entweder der Herstellung langfristig haltbarer Produkte, deren Lagerung bei Raumtemperatur möglich ist, oder als Zwischenschritt, um einen mikrobiellen Abbau der Wirkstoffe vor der Weiterverarbeitung der Produkte zu verhindern. Aus Thermolabilitätsgründen werden in diesem Fall Trocknungsverfahren eingesetzt, die eine schonende Entfernung der in sehr unterschiedlichen Bindungsformen vorliegenden Gutsfeuchtigkeiten gewährleisten.

Das geänderte Gesundheitsbewusstsein der Menschen und die Erkenntnis, dass durch die herkömmliche industrielle Verarbeitung der Gehalt an wertgebenden Inhaltsstoffen in den biologischen Produkten erheblich sinkt, haben dazu beigetragen, dass sich viele Wissenschaftler im Hinblick auf die Produktqualität mit der Optimierung existierender Trocknungsverfahren und der Entwicklung neuer, schonender Trocknungsmöglichkeiten beschäftigen [96], [28], [10], [85], [80], [19]. Es werden dabei eine Absenkung der Trocknungstemperatur und eine Verkürzung der Verweilzeit des Produktes im Trocknungsraum angestrebt. Bei einigen Verfahren wird durch Evakuieren oder Inertisieren der Sauerstoffpartialdruck im Trocknungsmedium abgesenkt.

Die Trocknungsverfahren sind energieintensive Verfahren, die derzeit ungefähr 10 bis 20 % des gesamten industriellen Energiebedarfs in Anspruch nehmen [79]. Aus wirtschaftlichen Aspekten liegen entscheidende Ansatzpunkte für die Optimierung der für die Trocknung von biologischen Produkten eingesetzten Verfahren in der Verkürzung der Trocknungszeit, der Verminderung des Energieverbrauches unter Beibehaltung von biologischer Aktivität, Wirksamkeit und Stabilität des Produktes.

Die schonenden Trocknungsverfahren können in Abhängigkeit des verwendeten Verfahrensprinzips in drei Gruppen eingeordnet werden:

- Verdunstungs-,

- Verdampfungs- und
- Sublimationstrocknungsverfahren.

Die Verdunstungstrocknung wird üblicherweise mit Warmluft als Trocknungsgas bei möglichst kurzer Trocknungsdauer durchgeführt. Eine Optimierung kann durch die Intensivierung des Wärme- und Stoffübergangs zwischen dem Trocknungsgas und dem Produkt sowie durch Verkürzen der Diffusionswege für den Dampf im Produkt erzielt werden [34].

Bei der Verdampfungstrocknung ist die Trocknungstemperatur gleich oder liegt oberhalb der Siedetemperatur der zu entfernenden Flüssigkeit. Für die schonende Trocknung biologischer Produkte wird deshalb häufig Vakuum eingesetzt, um die Siedetemperatur soweit abzusenken, bis eine Verminderung der Inhaltskomponente verhindert wird. Bei Vakuumtrocknungsverfahren kann die Trocknungsgeschwindigkeit über den Unterdruck im Trocknungsraum und über die Intensität der Wärmezufuhr beeinflusst werden [52].

Die Verfahren, die nach dem Sublimationsprinzip arbeiten, vereinen die Vorteile des Einfrierens - die Verhinderung der enzymatischen Reaktionen in der flüssigen Phase - mit der Dehydratation bei niedrigen Temperaturen. Sie werden als die schonendsten aller Trocknungsverfahren bezeichnet und ermöglichen die Herstellung von haltbaren Produkten ohne große Veränderungen und Verluste an biologischer Aktivität [55], [74]. Ein weiterer positiver Aspekt ist, dass die getrockneten Produkte aufgrund ihrer porösen Struktur und großen spezifischen Oberfläche sehr schnell rekonstituierbar sind und ihre ursprünglichen Eigenschaften nach der Wiederbefeuchtung annehmen. Sie zeichnen sich durch guten Geschmack, hohen Vitamingehalt und sehr gute Erhaltung an wertgebenden Inhaltskomponenten aus [75]. Ein wesentlicher Unterschied zu den anderen Trocknungsverfahren besteht darin, dass bei der Sublimationstrocknung keine Denaturierung der Eiweiße stattfindet, währenddessen dies bei herkömmlichen Verfahren teils durch Wärmeeinwirkung, teils durch Konzentrationszunahmen in der flüssigen Phase auftreten kann [55].

Die Sublimationstrocknung, auch Gefriertrocknung genannt, ist ein in den physikalisch-chemischen Grundlagen komplexer Prozess. Sie wird in einem Zyklus durchgeführt, der aus drei aufeinander folgenden Schritten besteht:

- Einfrieren des in dem zu trocknenden biologischen Produkt enthaltenen Wassers,
- Haupttrocknung durch Sublimation, bei der das Eis aus dem Zellverband entfernt und in die Dampfphase überführt wird sowie der
- Nachtrocknung zur Entfernung des gebundenen Wassers bei erhöhter Temperatur.

Das Einfrieren hat einen entscheidenden Einfluss auf die Gefriertrocknung und bestimmt im Wesentlichen die innere Struktur und die Eigenschaften der getrockneten Produkte. Dieser Schritt ist wegen der in allen biologischen Materialien vorliegenden Flüssigkeiten

mit komplexer Zusammensetzung und sogar kolloidalen Lösungen deutlich erschwert. Um einen Zellzusammenbruch und eine Veränderung der inneren Struktur zu vermeiden, ist auf eine optimale Einfriergeschwindigkeit zu achten, die abhängig von der Art des zu trocknenden Produktes ist. Große Eiskristalle, die infolge eines langsamen Einfrierens mit einer Temperaturabsenkung von 1 bis $0,5 \text{ K/min}$ entstehen, haben den Vorteil, dass sie den Wasserdampftransport erleichtern [55], können aber zu einer Zerstörung der Zellmembranen oder sogar der Zellwände führen. Ein weiterer Nachteil des langsamen Einfrierens ist, dass eine Zunahme der Konzentration an der in der Flüssigkeit gelösten Stoffe im Zellinneren auftreten und zu einer Zerstörung der inneren Struktur führen kann. Sehr schnelles Einfrieren kann zu einer heterogenen Eisstruktur mit verstärkt kleinen Eiskristallen im Zellinneren führen, deren Entfernung im folgenden Sublimationstrocknungsschritt aufgrund der feinporösen Struktur bereits getrockneter Anteile erschwert wird.

Während der Haupttrocknung wird die im Gut enthaltene gefrorene Substanz unter Umgehung des flüssigen Aggregatzustandes entfernt. Die treibende Kraft für die Sublimation (fest-gasförmig) ist die Druckdifferenz zwischen dem Dampfdruck des Eises im Trocknungsgut und demjenigen in der fluiden Phase [75]. Zur Verbesserung des Dampftransports wird die klassische Sublimationstrocknung unter Vakuumbedingungen durchgeführt. Zur Erhaltung einer hohen Sublimationsgeschwindigkeit werden die Verluste an Sublimationswärme durch Zufuhr entsprechender Wärmemengen über die Temperatur der Platte, auf der sich das Produkt befindet, bei einem möglichst niedrig gehaltenen Wasserdampfpartialdruck in der fluiden Phase ausgeglichen. Schwierigkeiten bei der Sublimation unter Vakuumbedingungen stellen dabei einerseits der Wärmeübergang von der Wärmequelle zum sublimierenden Eis des Gutes dar, der mit sinkendem Kammerdruck stark abnimmt, und andererseits die im Vakuum verschlechterte Wärmeleitfähigkeit der schon getrockneten porösen Gutsschichten [49].

Nach Beendigung der Haupttrocknung ist in den meisten Fällen eine Erhöhung der Temperatur zur Entfernung des restlichen auf der Oberfläche des porösen Gerüsts des Produktes adsorptiv gebundenen Wassers vorzunehmen, was zu einer Verminderung der Restfeuchtigkeit in den Bereich $0,5 \%$ bis 1% führt. Diese Nachtrocknungsphase wird meistens mit verstärkter Wärmezufuhr im Vakuum durchgeführt.

Die klassische Vakuumgefriertrocknung ist in der praktischen Durchführung ein sehr zeit-, energie- und damit kostenintensives Verfahren. Ein Vergleich zwischen dem Energiebedarf der thermischen Trocknung und der Gefriertrocknung ergibt eine 2,4-fach höhere Menge an Energie für die Gefriertrocknung, wenn von der Verdampfung bzw. Sublimation von 1 kg Wasser bei $0 \text{ }^\circ\text{C}$ ausgegangen wird (siehe Tabelle 1.1). Die Energie für die Sublimationstrocknung ergibt sich als Summe der Energien für das Gefrieren, die Sublimation und die Eiskondensation.

Einen Kostenvergleich der klassischen Vakuumgefriertrocknung mit anderen schonenden Trocknungsverfahren gibt *Hayachi* [31]. Nach seinen Angaben ist die Vakuumgefriertrocknung vier bis sechs Mal so teuer wie die Sprühtrocknung und etwa doppelt so

teuer wie die Vakuumtrocknung. Aufgrund dieser hohen Kosten wird dieses Verfahren zur Zeit vorwiegend für das schonende Trocknen von hochwertigen Produkten, wie z. B. pharmazeutische Substanzen und einige Nahrungsmittel, eingesetzt.

Tabelle 1.1: Vergleich der benötigten Energiemengen für die thermische Trocknung und die Gefriertrocknung [1]

Energie	thermische Trocknung		Gefriertrocknung		Einheit
	Wasser	Fleisch	Wasser	Fleisch	
Verdampfung	2500	3020	–	–	kJ/kg
Gefrieren	–	–	333	330	kJ/kg
Sublimation	–	–	2833	2833	kJ/kg
Eiskondensation	–	–	3360	2840	kJ/kg
Gesamtenergie	2500	3020	5999	6530	kJ/kg

Von allen technologisch anspruchsvollen Verfahren zur Trocknung biologischer Produkte soll hier ausschließlich auf die Gefriertrocknung eingegangen werden, da sie hinsichtlich der Produktqualität ein sehr schonendes, jedoch kostenintensives Verfahren ist, und so Optimierungsbedarf besteht.

1.2 Kenntnisstand

Forschungsarbeiten mit dem Ziel die Gefriertrocknung produktschonend und auch energetisch vorteilhaft zu gestalten, können in zwei Kategorien unterteilt werden:

- Modifikation und Optimierung der Vakuumgefriertrocknungsanlagen und
- Versuche zur Realisierung der Gefriertrocknung ohne Vakuum.

Zu der ersten Kategorie gehören entsprechende apparative Maßnahmen zur Intensivierung des Wärmetransports zum Trocknungsgut, der bei der Vakuumgefriertrocknung den geschwindigkeitslimitierenden Faktor darstellt [44]. Auf diesem Gebiet der Optimierung haben viele Wissenschaftler in den sechziger Jahren des vorigen Jahrhunderts gearbeitet, als die Gefriertrocknung weitgehend als neues Konservierungsverfahren für Lebensmittel bekannt wurde.

Smithies und *Blackley* [84] haben eine Verbesserung des Wärmetransportes und dadurch eine Reduktion der Trocknungszeit von 30 % erreicht, indem sie die Wärmeenergie dem gefrorenen Gut durch beheizbare Nadeln zugeführt haben. Durch Komprimieren der bereits getrockneten Schicht mit Hilfe von zwei erwärmten Metallplatten hatte *Forrest* [20] eine Verkürzung der Trocknungszeit sogar bis zu 40 % erzielt. Als nachteilig erwiesen sich in beiden Fällen die ungleichmäßige Temperaturverteilung im Gut und das Vorhandensein überhitzter Zonen, welche die Produktqualität verschlechterten.

Eine innovative Lösung zur Verbesserung sowohl des Wärme- als auch des Stofftransports mit Hilfe von beheizten, vibrierenden Stellflächen wurde von *Oetjen* [73] vorgeschlagen. Seine Untersuchungen zeigen weiterhin, dass durch die technische Ausführung der Stellflächen mit Rillen die Kontaktfläche mit dem Gut und die Beladung des Gefriertrockners vergrößert werden können. Diese beiden Entwicklungen haben später eine großtechnische Realisierung gefunden.

Einige Jahre später hat *Hoovier* [39] eine alternative Methode zur Energiezuführung mittels Mikrowellen untersucht. Er wollte dabei die Vorteile der Mikrowelle nutzen, indem er die für die Trocknung erforderliche Sublimationswärme direkt, per Leitung durch die bereits getrocknete Schicht des Gutes, an die Sublimationsfront führt und somit die Gefriertrocknung optimiert. Eine Kostenanalyse der mikrowellenunterstützten Gefriertrocknung hat aber gezeigt, dass die Betriebskosten dieses Verfahrens denjenigen der klassischen Gefriertrocknung entsprechen [29], was das Verfahren wirtschaftlich uninteressant machte.

Mit der Entwicklung moderner Prozessleitsysteme wird heutzutage ein anderer Weg zur Optimierung der klassischen Gefriertrocknung beschritten. Die online Messung, Überwachung und Einstellung der kritischen Größen bei der Vakuumgefriertrocknung,

- Produkttemperatur,
- Kammerdruck und
- Kammertemperatur,

haben einen stabilen Gefriertrocknungsablauf mit kurzen und effektiven Trocknungszyklen bei gleichbleibend hoher Qualität des Produktes als Resultat [78].

Die Erkenntnis, dass bei der Gefriertrocknung nicht der Gesamtdruck in der Trockenkammer, sondern der über dem gefrorenen Gut herrschende Wasserdampfpartialdruck die Sublimationsgeschwindigkeit bestimmt [68], hat die Möglichkeit zur Durchführung der Gefriertrocknung auch unter atmosphärischen Bedingungen eröffnet.

Im Jahr 1959 hat *Meryman* [68] experimentell die Realisierbarkeit der atmosphärischen Gefriertrocknung nachgewiesen. Die Bestätigung, dass die getrockneten Produkte gleichwertige Produktqualität wie die Vakuumgetrockneten aufweisen [96], hat die weiteren Forschungsarbeiten in dieser Richtung geprägt.

Lewin und *Mateles* [54] haben sich intensiv mit der atmosphärischen Gefriertrocknung beschäftigt, wobei sie in einem zirkulierenden, durch Silikagel entfeuchteten Kaltluftstrom Karotten, Erbsen, Spargel, Heidelbeeren und Hühnchenstücken getrocknet haben. Als wesentliche Vorteile im Vergleich zu der Vakuumgefriertrocknung erkannten sie den geringeren apparativen Aufwand und die sicherere Kontrolle der Produkttemperatur mittels der Gastemperatur. Ein weiterer Vorteil bestand darin, dass eine sehr gute Qualität der getrockneten Produkte erreicht wurde. Als nachteilig erwiesen sich die relativ

langen Trocknungszeiten, die nach Meinung der Autoren auf den Diffusionswiderstand der getrockneten Gutsschichten zurückzuführen sind.

Woodward [95] überprüfte die Wirtschaftlichkeit des atmosphärischen Gefriertrocknungsverfahrens, wobei er die Betriebskosten pro entzogene Wassermenge berechnete und diese mit den entsprechenden Kosten für die Vakuumgefriertrocknung verglich. Laut seinen Berechnungen liegen die Kosten pro Kilogramm entzogenen Wassers bei der atmosphärischen Gefriertrocknung tiefer als bei der Vakuumgefriertrocknung. Er legte jedoch zwei Einschränkungen fest. Produkte, die einen hohen Zuckergehalt aufweisen, müssen bei sehr tiefen Temperaturen getrocknet werden, um die Schrumpfungseffekte zu vermeiden, was eine negative Auswirkung auf die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens hat. Die zweite wesentliche Einschränkung sind kleine Produktabmessungen. Hinsichtlich der Wirtschaftlichkeit der Gefriertrocknung unter Atmosphärendruck wies *O'Meara* [76] eine dritte Einschränkung nach. Laut seinen Untersuchungen dürfen die erzielten Endfeuchten der Produkte nicht kleiner als 10 % sein.

Die Arbeiten auf dem Gebiet der atmosphärischen Gefriertrocknung wurden von *King* und *Clark* [50] fortgeführt, wobei sie einen Festbettrockner mit direktem Kontakt zwischen Produkt und Adsorbens entwickelt und dort Produkte mit einem Inertgas getrocknet haben. Als Nachteile für dieses Verfahren zeichneten sich die Temperatur- und Konzentrationsgradienten entlang des Trockners und seine sehr komplizierte Be- und Entladung aus. Die Massenanteile zwischen dem Trocknungsgut und dem Adsorbens, die 1 : 10 betragen, haben die Chargenmenge wesentlich begrenzt.

Nachdem die Wirbelschichtverfahren in der Lebensmitteltechnologie Einzug gefunden hatten, kam es zu einer neuen Periode in der Entwicklung der atmosphärischen Gefriertrocknung. In dieser Zeit wurde versucht, die Wirbelschicht zur Verbesserung des Kontaktes zwischen dem Produkt und der Gasphase zu nutzen. Als erster in dieser Richtung hat *Mink* [69] experimentelle Untersuchungen zur Trocknung von unterschiedlichen Obst- und Gemüsesorten in der Wirbelschicht mit der Zugabe von Salz und Zucker als Adsorbentien durchgeführt. Somit erzielte er hohe Trocknungsraten bei dem Entzug des freien, aber nicht des gebundenen Wassers.

Malecki et al. [61] und *Boeh-Ocansey* [7] untersuchten weiterhin die atmosphärische Gefriertrocknung in der Wirbelschicht, wobei sie die Trocknung von in flüssigem Stickstoff sprühgefrorenen flüssigen Lebensmitteln, wie Milch, Früchtesäfte und Kaffee-Extrakt, vorgeschlagen haben. Die Idee der Sprühgefriertrocknung wurde weiter von *Kahn-Wyler* [43] verfolgt und zur Trocknung von pharmazeutischen Granulaten und von auf inerte Trägermaterialien aufgesprühten Lösungen eingesetzt. Die Weiterentwicklung dieses Verfahrens ist in den Arbeiten von *Mumenthaler* [71], [72], *Mennet* [66], *Leuenberger* [53] und *Constantino* [13] zu finden. Sie haben am Beispiel von pharmazeutischen Produkten mit temperaturempfindlichen Wirkstoffen den Einfluss unterschiedlicher Prozessparameter auf die Trocknungskinetik und auf die Qualität des getrockneten Produktes untersucht. Es wurde ebenso die Möglichkeit zur Realisierung des Verfahrens in einer Apparatur überprüft, in der Flüssigkeiten in einem Trockeneis-Wirbelbett versprüht,

schockgefroren und anschließend in demselben Apparat getrocknet wurden. Über die mathematische Beschreibung der Sprühgefriertrocknung berichtet *Menshutina* [67].

Im Jahr 1976 hat *Gibert* [21] ein Wirbelschichtgefriertrocknungsverfahren bei atmosphärischem Druck mit direktem Kontakt zwischen dem Produkt und einem ausgewählten Adsorbens in der Wirbelkammer zur Trocknung von stückigen Produkten entwickelt. Die Grundidee dieses Verfahrens, durch Adsorption in einem Wirbelbett den Wasserdampfpartialdruck im Trocknungsraum unter den Dampfdruck über dem Eis zu halten, wurde anhand experimenteller Untersuchungen mit dünn geschnittenen Kartoffelstücken als realisierbar nachgewiesen [92], [93].

Theoretische Überlegungen zur Beschreibung des Stoff- und Wärmeübergangs bei der atmosphärischen Gefriertrocknung wurden von *Wolff* [94], *Lombrana et al.* [57] und *Di Matteo* [64] angestellt. Sie haben analog zu der klassischen Vakuumgefriertrocknung ein Schalenmodell der sich gleichmäßig zurückziehenden Eisfront verwendet. Die Bewegungen der Gas- und Feststoffphase in der Wirbelschicht betrachten sie dabei als ideal durchmischt.

Boeh-Ocansey [7] hat die Forschung von *Gibert* weiterverfolgt und ein Gefriertrocknungsverfahren entwickelt, in welchem das Trocknungsgut zusammen mit aktivierten Adsorbentien in der Wirbelschicht getrocknet wird, wobei die Trennung der beiden Komponenten mittels Einschluss des Produktes in luftdurchlässigen in dem Bett eingetauchten Gitter erfolgte. Die Untersuchungen zur atmosphärischen Gefriertrocknung von Lebensmitteln haben gezeigt, dass bei Trocknungsgütern geringer Dicke eine wesentliche Verkürzung der Trocknungszeiten gegenüber der Vakuum-Sublimationstrocknung erzielt werden kann [8], [9], [11]. Eine Abschätzung des Energieaufwandes und ein Vergleich der Energiekosten für die Varianten Vakuumgefriertrocknung und Wirbelschichtgefriertrocknung mit Adsorbentien bei atmosphärischem Druck haben gezeigt, dass die klassische Gefriertrocknung zwei bis drei Mal teurer als die alternative atmosphärische Variante ist [92].

In weiteren Arbeiten auf dem Gebiet der atmosphärischen Gefriertrocknung wurde das von *Boeh-Ocansey* entwickelte Verfahren mit anderen schonenden Trocknungsverfahren kombiniert und somit eine Verkürzung der Trocknungszeit bei ungefähr gleich bleibender Produktqualität erzielt. *Lombrana et al.* [58], [56] haben eine Erhöhung der Gastemperatur oder eine Absenkung des Druckes in der Nachtrocknungsphase vorgeschlagen und somit die Trocknungszeiten reduziert. Als Referenz für die Produktqualität haben sie den Schrumpungsindex eingeführt und ihn mit dem bei der klassischen Vakuumgefriertrocknung verglichen. *Dosni et al.* [15], [16] haben eine Kombination zwischen Vakuumtrocknung und atmosphärischer Gefriertrocknung in der Wirbelschicht vorgeschlagen, wobei sie die Vakuumtrocknung als Vorstufe anordneten. Die Resultate der Qualitätsanalyse der nach diesem kombinierten Verfahren getrockneten Garnelen haben vergleichbare Ergebnisse mit den vakuumgefriergetrockneten Produkten geliefert.

Zusammenfassend aus dem Literaturstudium kann festgestellt werden, dass, obwohl die atmosphärische Gefriertrocknung mit Hilfe von Adsorbentien als eine kostengünstige

Alternative der klassischen Vakuumgefriertrocknung erkannt wurde [95], [7], [92], [93], [58], dieses Verfahren für technische Fälle noch keinen Einsatz gefunden hat.

1.3 Motivation und Zielstellung

Als Motivation für die Erarbeitung eines alternativen atmosphärischen Gefriertrocknungsverfahrens, was als das wesentliche Ziel des Promotionsvorhabens definiert wurde, dienen die in der Literatur oft diskutierten Vorteile dieses Verfahrens zur schonenden Entfernung der Feuchtigkeit in biologischen Produkten. Darunter zählen sowohl die im Vergleich zu der klassischen Vakuumgefriertrocknung minimalen Veränderungen und Aktivitätsverluste in dem empfindlichen thermolabilen Material [7], [8], [56], [57] sowie die bessere Retention flüchtiger Aromastoffe [61], als auch geringe Investitionskosten, da keine kostenintensiven Vakuumkomponenten vorhanden sind. Auf die Möglichkeit zur Verkürzung der Trocknungszeiten bei kleinen Produktabmessungen und somit Verringerung der Betriebskosten für die Gefriertrocknung ist oft in der Literatur eingegangen worden [95], [76], [52]. Die einfache Prozessführung der Gefriertrocknung unter Atmosphärendruck eröffnet sogar die Möglichkeit einer kontinuierlichen Arbeitsweise, was als ein wichtiges Argument für die technische Realisierung dieses Verfahrens genannt werden kann [93], [11], [55].

Alle diese Überlegungen haben dazu beigetragen, ein alternatives, atmosphärisches Gefriertrocknungsverfahren zu erarbeiten, mit dem gefrorene, zerkleinerte biologische Produkte schonend getrocknet werden können. Dieses Verfahren ist eine Wirbelschichtgefriertrocknung mit nachgeschalteter sorptiver Entfeuchtung der Luft im Adsorber. Sie kombiniert die Vorteile der Wirbelschicht im Hinblick auf den Stofftransport mit der Unterdrückung unerwünschter enzymatischer Reaktionen bei tiefen Temperaturen. Andere Vorteile der Wirbelschichttrockner, wie die geringen Investitionskosten, kleine Temperaturunterschiede des Produktes und dementsprechend definierte Prozessführung [70], können ebenso genannt und bei dem neuen Verfahren in den Vordergrund gestellt werden. Die Gefriertrocknung in der Wirbelschicht kann mit einem Wirbelschichtgefrierverfahren, das in der Lebensmittelindustrie schon lange zum Gefrieren von stückigen Gütern eingesetzt wird [2], [62], [83], gekoppelt werden, so dass Einfrieren und Trocknung in einem Apparat realisiert werden können.

Im Wesentlichen wird mit diesem atmosphärischen Gefriertrocknungsverfahren die Idee von *Boeh-Ocansey* [7] zur Trennung des zu trocknenden Gutes und der triebkraftgewährleistenden Adsorbentien weiterentwickelt, indem die beiden Komponenten durch zwei Apparate voneinander getrennt wurden. Somit werden die problematische Trennung von Adsorbens und Trocknungsgut und die eventuelle unerwünschte Kontamination des Produktes mit dem Adsorbens vermieden, was als Hauptnachteile der Verfahren mit direktem Kontakt erkannt wurde. Zur Gewährleistung konstanter Trocknungsbedingungen, d. h. keine Abnahme der Trocknungsgeschwindigkeit infolge der Sättigung des Adsorbens, wird der Adsorber so dimensioniert, dass mindestens die gesamte Wassermenge einer Charge von dem eingesetzten Adsorbens aufgenommen werden kann. Ein weiterer

positiver Aspekt des neu entwickelten Verfahrens ist, dass als Fluidisationsmedium sowohl Luft als auch Inertgas verwendet werden kann, und somit der in bestimmten Fällen unerwünschte Sauerstoffkontakt ausgeschlossen wird. Für das Fluidisationsgas wurde ein geschlossener Kreislauf gewählt und somit eine umweltschutzgerechte Prozessführung, ohne Geruchsemissionen an die Umgebungsluft, gewährleistet.

Diese Arbeit soll als Nachweis zur Realisierbarkeit des entwickelten atmosphärischen Wirbelschichtgefrietrocknungsverfahrens dienen und einen Beitrag zur Weiterentwicklung neuer, schonender Trocknungsmöglichkeiten für temperaturempfindliche Produkte leisten.

Die Ziele der Arbeit sind sowohl experimenteller als auch aus theoretischer Natur. Bei den experimentellen Untersuchungen soll der Einfluss signifikanter Prozessparameter auf den Trocknungsverlauf betrachtet und bewertet werden. Dafür wurden Versuche mit der Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$ vorgenommen, die zur Klärung der physikalischen Vorgänge bei der atmosphärischen Gefrietrocknung dienen sollen. Auf dieser Basis soll ein Vergleich zwischen der Wirbelschichttrocknung und der Wirbelschichtgefrietrocknung vorgenommen werden. Im zweiten Teil der experimentellen Arbeiten wird versucht, das Verfahren auf die Gefrietrocknung biologischer Produkte anzuwenden. Ein Ziel der theoretischen Arbeiten ist die Entwicklung eines physikalisch begründeten mathematischen Modells zur Beschreibung der Gefrietrocknung in Wirbelschichten, mit dessen Hilfe Überlegungen zur Optimierung sowohl der einzustellenden Prozessparameter, als auch der anlagentechnischen Ausführung angestellt werden können. Als weiteres sollen anhand einer fiktiven Trocknungsaufgabe die theoretischen Kenntnisse über das Verfahren dazu verwendet werden, die Grobauslegung einer Anlage vorzunehmen und die anlagenspezifischen Betriebskosten abzuschätzen.

Sowohl bei den experimentellen, als auch bei den theoretischen Untersuchungen wird nur die Haupttrocknungsphase betrachtet. Auf die Einfrierphase in der Wirbelschicht wird nicht eingegangen, da dieses Verfahren in der Lebensmittelindustrie zum Gefrieren von stückigen Gütern Einsatz gefunden hat [62]. Aufgrund der Erkenntnisse aus der Literatur, dass durch den Einsatz eines weiteren schonenden Trocknungsverfahrens in der Nachrocknungsphase eine Verkürzung der Trocknungszeit bei gleichbleibender Produktqualität erzielt werden kann [16], wird vorgeschlagen, die Nachrocknung bei erhöhter Temperatur ebenfalls in der Wirbelschicht durchzuführen. Diese Möglichkeit wird im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht weiter untersucht.

Kapitel 2

Experimentelle Arbeiten

2.1 Aufbau der Versuchsanlage

Ein wichtiger Schwerpunkt der Arbeit beinhaltete den Aufbau der Versuchsanlage zur Realisierung der atmosphärischen Wirbelschichtgefriertrocknung mit einer nachgeschalteten sorptiven Entfeuchtung des Trocknungsmediums im Adsorber. Die Anlage wurde so konzipiert, dass sie in einem handelsüblichen Tiefkühlcontainer aufgebaut werden konnte (siehe Abbildung 2.1), was die Durchführung der experimentellen Untersuchungen im negativen Temperaturbereich ermöglichte. Diese Lösung zur Unterdrückung eventueller Wärmeeinbrüche hatte eine einfache Versuchsdurchführung bei konstanten Bedingungen als Resultat. Die mit den sehr niedrigen Umgebungstemperaturen verbundenen Probleme bei dem Betrieb des Messwertfassungssystems wurden mit einem Gerätehaus außerhalb des Tiefkühlcontainers gelöst.

Die Abbildung 2.2 zeigt das RI-Schema der Gefriertrocknungsanlage. Daraus wird ersichtlich, dass das Trocknungsmedium in einem geschlossenen Kreislauf zirkuliert und nach dem Austritt aus dem Trockner den Staubfilter, den Adsorber und den Heizer passiert. Der Kreislauf wird mit dem Eintritt des Trocknungsmediums in dem Wirbelschichttrockner geschlossen. Das sichert einerseits eine umweltschutzgerechte Prozessführung, ohne Geruchsbelastungen der Umgebungsluft, und eröffnet andererseits die Möglichkeit zum Einsatz eines Inertgases als Trocknungsmedium, was noch schonendere Bedingungen ohne Sauerstoffkontakt gewährleistet. Alle im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche wurden mit Luft als Trocknungsgas durchgeführt.



Abbildung 2.1: Wirbelschichtgefriertrocknungsanlage im Tiefkühlcontainer

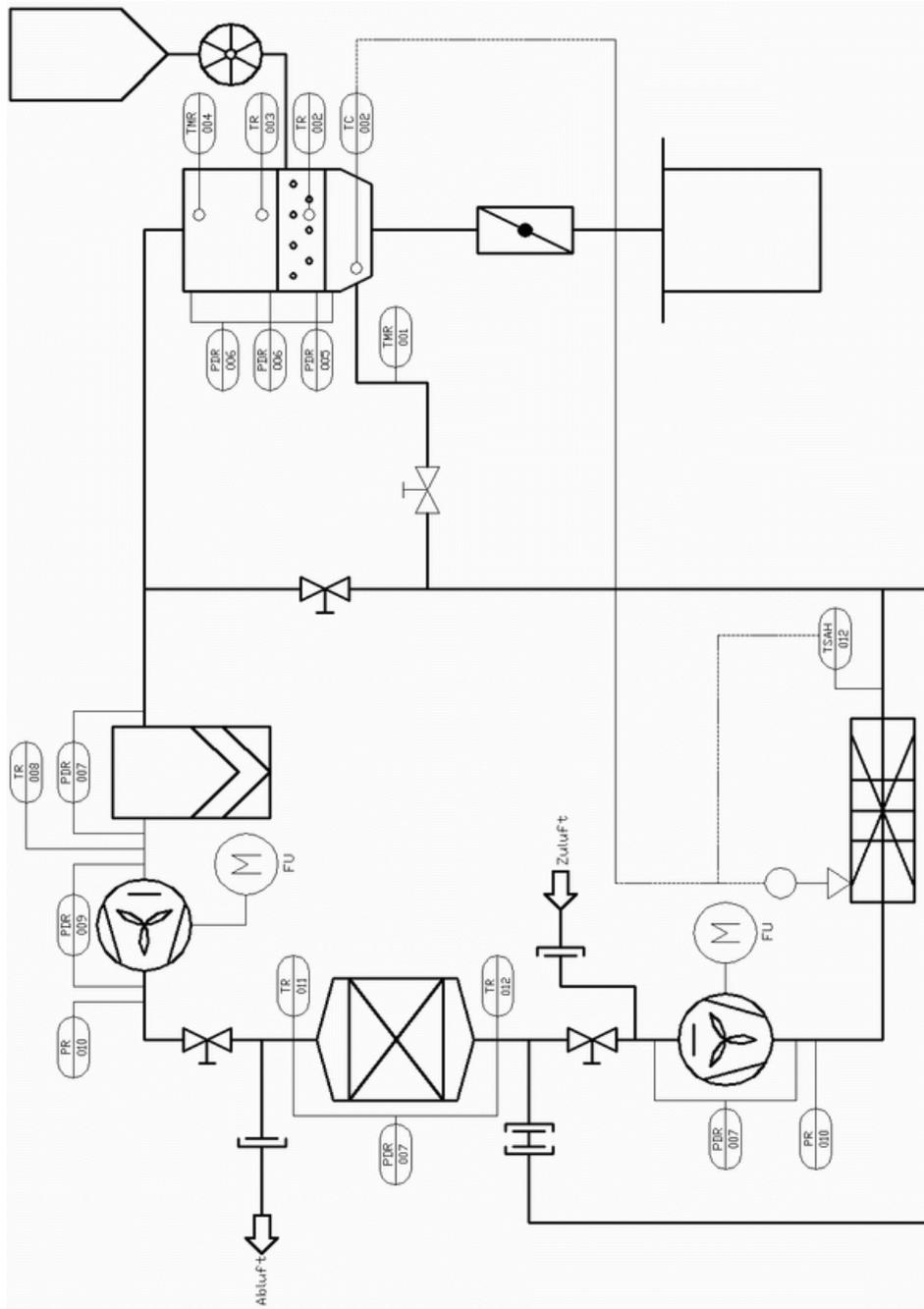


Abbildung 2.2: RI-Fließschema der Wirbelschichtgefrier- und Trocknungsanlage

2.1.1 Wirbelschichttrockner

Die Gefriertrocknungsanlage besteht im Kern aus einem Wirbelschichtapparat, dessen zylindrische Wirbelkammer mit einem Glasschuss zur Prozessbeobachtung versehen ist. Alternativ können hier Schüsse mit 50 mm, 100 mm oder 150 mm Innendurchmesser eingesetzt werden. Die Wirbelkammer ist mit einem klappbaren Anströmboden (Lochblech, Bohrungsdurchmesser 1,3 mm, Öffnungsverhältnis 15 %) ausgerüstet, was eine einfache Entnahme des Trocknungsgutes direkt nach der Unterbrechung des Trocknungsprozesses ermöglicht. Die Produktzugabe und -entnahme erfolgt über manuell zu betätigende Klappen. Unterhalb der Entnahmeklappe ist ein abschraubbarer Auffangbehälter angebracht.

Der Wirbelkammer ist eine Beruhigungskammer mit konischer Querschnittserweiterung nachgeschaltet. Dort verringert sich die Strömungsgeschwindigkeit der Luft, so dass der größte Teil der mitgerissenen Feststoffpartikel in die Wirbelschicht zurückfällt. Als weitere Maßnahme zur Verhinderung des Austrages aus der Schicht wurde am oberen Rand der Beruhigungskammer ein Sieb eingebaut. Die eventuell mitgerissenen Feinpartikel werden in einem Taschenfilter „Multisack“ G85 – 2 (Größe 305/305/72, aus Synthesevlies) der FA. GEA DELBAG LUFTFILTER von der Luft getrennt, was eine Verschmutzung des Ventilators, der Luft aus dem Wirbelschichtapparat ansaugt und in den Adsorber drückt, verhindert. Als Saug- bzw. Druckventilator werden jeweils Hochdruckventilatoren HRD 2/3T der FA. ELEKTOR eingesetzt. Der Nennvolumenstrom dieser Ventilatoren beträgt $1230 \text{ m}^3/\text{h}$.

2.1.2 Festbettadsorber

Der Adsorber, der dem Wirbelschichtapparat nachgeschaltet ist, sorgt für einen niedrigen Partialdruck des Wasserdampfes in der Luft und sichert somit eine Triebkraft für die Sublimationstrocknung. Der nach dem Adsorber folgende temperaturgesteuerte Elektroheizer dient zur Feineinstellung der gewünschten Temperatur der Luft. Die Luft tritt über den Druckventilator in die Wirbelkammer ein.

Der Festbettadsorber besitzt einen Innendurchmesser von 600 mm und ist mit dem Adsorptionsmittel KC-Trockenperlen der FA. ENGELHARD gefüllt. Dieses kostengünstigen Adsorbens mit der chemischen Zusammensetzung 97 % SiO_2 und 3 % Al_2O_3 zeichnet sich laut Herstellerangaben durch die in der Tabelle 2.1 zusammengefassten Eigenschaften aus. Die gemessene Partikelgrößenverteilung ist in der Abbildung 2.3 dargestellt. Im Adsorber befinden sich 50 kg Adsorbens.

Die Eigenschaften der KC-Trockenperlen, die zur Wahl dieses Adsorbens in Hinblick auf einen wirtschaftlichen und umweltbewussten Betrieb der Adsorptionstrocknungsanlage beigetragen haben, können wie folgt zusammengefasst werden:

- niedrige Regenerationstemperatur von 150 °C und damit verbundene Reduktion der Betriebskosten durch geringen Energieverbrauch,

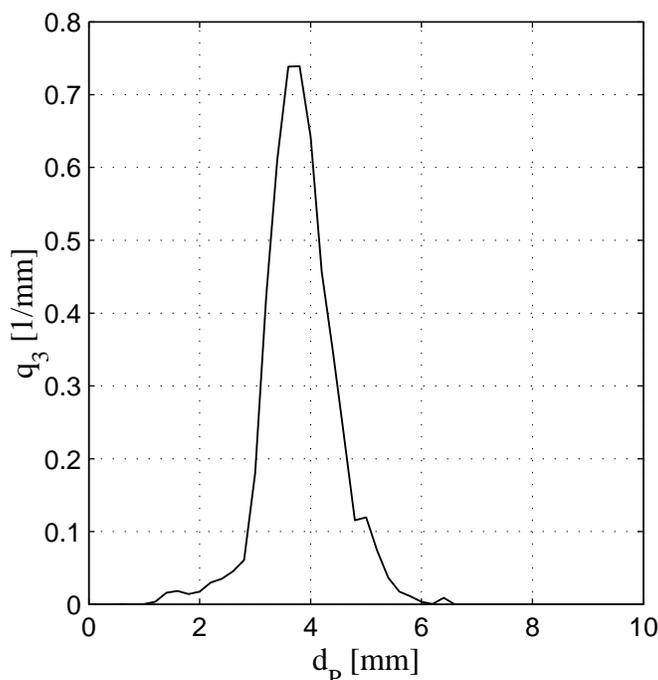


Abbildung 2.3: Massenverteilungsdichte für das Adsorbens KC-Trockenperlen

Tabelle 2.1: Eigenschaften von KC-Trockenperlen

Partikelgröße	3,5	mm
Spezifische Oberfläche	750	m ² /g
Mittlerer Porendurchmesser	2	nm
Schüttdichte	0,8	kg/l
Wärmeleitfähigkeit	0,2	W/(mK)
Spezifische Wärmekapazität	1	kJ/(kgK)

- hohes Schüttgewicht und hohe Durchbruchkapazität, was zur Einsparung an Investitions- und Regenerierungskosten beiträgt,
- lange Standzeiten beim Einsatz zur sorptiven Entfeuchtung von Luft, was die Entsorgungskosten verringert,
- große spezifische Oberfläche, welche hohes Adsorptionsvermögen und niedrig einzustellende Beladungen der Luft sichert.

Für die Regenerierung des Adsorptionsmittels im Adsorber wird erhitzte atmosphärische Luft verwendet. In diesem Fall wird der Luftkreislauf unterbrochen und die Frischluft aus der Atmosphäre, die im Elektroheizer auf die gewünschte Regenerationstemperatur erwärmt wurde, durch den Adsorber gefördert.

2.1.3 Messwerterfassungssystem

Zur Überwachung des atmosphärischen Gefriertrocknungsverfahrens wurde die Versuchsanlage mit einem Messwerterfassungssystem zur Anzeige und online Registrierung der Temperatur- und Feuchteverläufe unter dem Anströmboden und oberhalb der Wirbelschicht ausgerüstet. Die Messwerterfassung erfolgt über ein Messgerät TYP 454 der FA. TESTO. Die eingesetzten Fühler sind Kombifühler, die gleichzeitig relative Luftfeuchte und Temperatur messen. Sie arbeiten nach dem kapazitiven Messprinzip und liefern langzeitstabile Messwerte in einem sehr großen Messintervall. Der Messbereich für die relative Luftfeuchte ist von 0 % bis 98 % (± 2 %) und für die Temperatur -40 °C bis $+180$ °C (± 2 °C).

Die Bestimmung des kontinuierlich geförderten Volumenstromes wird über die Messung der entsprechenden Strömungsgeschwindigkeit des Gases am Eintritt des Apparates mit einem Flügelradanemometer der FA. TESTO durchgeführt. Das Messprinzip dieser Sonde basiert auf der Umsetzung der durch das strömende Medium verursachten Drehbewegungen des Flügelrades in elektrische Signale. Um Ungenauigkeiten der Messung zu vermeiden, wurde darauf geachtet, dass die Flügelradachse parallel zum Luftstrom eingerichtet wird.

Zur Überwachung sind an weiteren Punkten der Anlage, wie z.B. oberhalb und unterhalb des Anströmbodens, vor und nach dem Adsorber und dem Staubfilter Temperatur- und Druckmessstellen angebracht. Die eingesetzten Temperaturfühler sind *NiCrNi*-Mantelthermoelemente (nach DIN EN 60584, Durchmesser 1,5 mm). Für die Druckmessung wurden Messumformer (0-100 mbar) verwendet. Die Erfassung der Messwerte erfolgt computergesteuert mit Hilfe der Software DIADEM 8.

2.2 Untersuchte Materialien

An der beschriebenen Anlage wurden experimentelle Untersuchungen zum atmosphärischen Wirbelschichtgefriertrocknungsverfahren mit nachgeschalteter sorptiver Entfeuchtung des Trocknungsmediums mit zwei Arten von Materialien durchgeführt. Das ist zum einen ein Modellmaterial, mit dessen Hilfe Grundlagenuntersuchungen zum Einfluss der Prozessparameter Lufteintrittstemperatur, Fluidisationsgeschwindigkeit und Schichtmasse auf den Trocknungsverlauf vorgenommen wurden, die zur Klärung der physikalischen Vorgänge dieses alternativen Gefriertrocknungsverfahrens unter Atmosphärendruck dienen sollen. Zum anderen sind dies Materialien biologischen Ursprungs, die zum Nachweis der Realisierbarkeit dieses Verfahrens bei der Trocknung temperaturempfindlicher Güter beitragen sollen.

Im Folgenden wird auf die verwendeten Trocknungsmaterialien und deren Stoffeigenschaften näher eingegangen.

2.2.1 Modellmaterial

Als Modellmaterial wurde Al_2O_3 in seiner γ -Modifikation ausgewählt. Dieses hygroskopische, kapillarporöse Gut wird aus Böhmit ($AlOOH$) durch Dehydratation hergestellt und zeichnet sich durch eine feinporige Struktur und große spezifische Oberfläche aus. Wegen dieser Eigenschaften wird $\gamma - Al_2O_3$ sehr häufig als Katalysatorträger und Adsorptionsmittel eingesetzt.

Im Handel wird dieses Produkt in verschiedenen Größen und von unterschiedlichen Herstellern angeboten. Aus dem Grund, dass die Eigenschaften von $\gamma - Al_2O_3$ stark von dem Herstellungsverfahren und von der Porenstruktur abhängen, wurde $\gamma - Al_2O_3$ nur von der Firma FA. CONDEA als die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Modellschubstanz ausgewählt und verwendet. Die Eigenschaften dieses Materials sind zudem in den Arbeiten von *Burgschweiger* [12] und *Groenewold* [26] im Detail untersucht worden und die benötigten Stoffwerte im Hinblick einer späteren Modellierung und Validierung in diesen Arbeiten niedergeschrieben. Tabelle 2.2 fasst die wesentlichen Eigenschaften dieses Materials zusammen.

Tabelle 2.2: Eigenschaften von $\gamma - Al_2O_3$

Sauterdurchmesser	1,8	mm
Spezifische Oberfläche	216	m^2/g
Mittlerer Porendurchmesser	2	nm
Schüttdichte	624	kg/m^3
Partikeldichte	1040	kg/m^3
Wärmeleitfähigkeit	0,24	$W/(mK)$
Spezifische Wärmekapazität	944	$J/(kgK)$

Die Partikelgröße des verwendeten $\gamma - Al_2O_3$ wurde mit Hilfe des Partikelgrößenanalysators CAMSIZER der FA. RETSCH ermittelt (siehe Abbildung 2.4). Dieses Messgerät arbeitet auf Basis digitaler Bildauswertung, wobei die aus einer Transportrinne herabrieselnden Partikel von einem Zweikamerasystem aufgenommen werden. Über die Projektionsfläche werden Partikelgrößenverteilungen und weitere Kennwerte wie u. a. der Sauterdurchmesser berechnet.

Für die grundlegenden experimentellen Untersuchungen wurde aus folgenden Gründen auf $\gamma - Al_2O_3$ zurückgegriffen:

- Es ist eine gezielte und gleichmäßige Befeuchtung des Ausgangsmaterials möglich, was bei der Einstellung gleicher Anfangsbedingungen für die Vergleichsversuche vorteilhaft ist;
- Es kann die Sublimation von reinem Wasser untersucht werden, mit Vernachlässigung des Einflusses der komplexen Zusammensetzung der Flüssigkeit in biologischen Produkten;

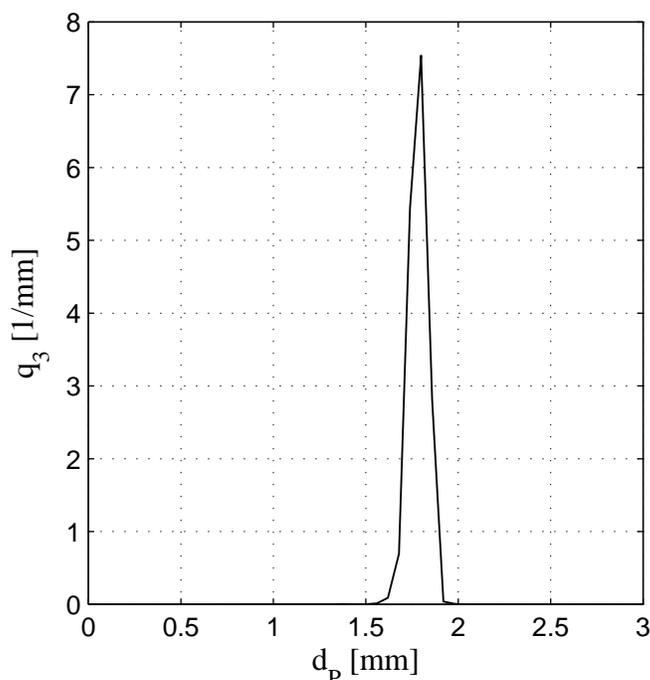


Abbildung 2.4: Massenverteilungsdichte für die Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$

- Es besteht die Möglichkeit einer vereinfachten Modellierung der atmosphärischen Gefriertrocknung und so eines Vergleichs zwischen den Modellversuchen und der Simulation.

2.2.2 Biologische Materialien

Der Nachweis der Realisierbarkeit des neuen Verfahrens bei der Trocknung von Materialien biologischen Ursprungs wurde auf Basis von drei unterschiedlichen Gütern erbracht. Für die ersten experimentellen Untersuchungen wurde ein bekanntes und oft untersuchtes Produkt - Speisemöhren - verwendet. Grund dafür war, dass die Struktur der Möhren eine leichte Herstellung gut fluidisierbaren Materials für die Wirbelschichtgefriertrocknungsversuche ermöglichte. Als Beispiel für die Trocknung eines schwer fluidisierbaren Materials wurden Brokkolisprossen getrocknet.

Desweiteren wurde die atmosphärische Gefriertrocknung für Küchen-Zwiebeln als Beispiel für ein biologisches Produkt, dessen Zusammensetzung zwingend eine schonende Trocknung unter Gefrierbedingungen erfordert, angewendet. Da die Zwiebel während der Trocknung, aufgrund auftretender enzymatischer Umwandlungen schwefelhaltiger Verbindungen rasch ihre Wirksamkeit verliert, wird in den meisten Fällen zur Herstellung wirksamer Trockenprodukte die klassische Gefriertrocknung unter Vakuum eingesetzt. Die experimentellen Untersuchungen mit Zwiebeln sollen die Realisierbarkeit der atmosphärischen Wirbelschichtgefriertrocknung für dieses Produkt beweisen.

2.2.2.1 Speisemöhren

Die Möhren sind ein vielfältig einsetzbares Gemüse mit dem in der Natur auftretenden weitaus höchsten Karotinoidgehalt. Die Karotinoid-Fraktion besteht vorwiegend aus über 50 % β -Karotin, 20 – 40 % α - Karotin und 2 – 7 % ζ -Karotin. Das fettlösliche β -Karotin ist die Vorstufe von Vitamin A und sorgt für das Wachstum sowie für Haut- und Sehfunktionen. Aus diesem Grund werden die Möhren zur Herstellung von β -karotinhaltigen Phytopharmaka verwendet.

Tabelle 2.3: Energie- und Nährstoffgehalt in 100 g Möhren [37]

Nährstoffe/Energie		
Energie	108	<i>kJ</i>
Wasser	88	<i>g</i>
Protein	1	<i>g</i>
Fett	0,2	<i>g</i>
Kohlenhydrate	4,8	<i>g</i>
Ballaststoffe	3,6	<i>g</i>
Mineralstoffe		
Kalium	290	<i>mg</i>
Natrium	60	<i>mg</i>
Calcium	40	<i>mg</i>
Phosphor	35	<i>mg</i>
Eisen	2,1	<i>mg</i>
Vitamine		
Carotinoiden	12	<i>mg</i>
Vitamin C	7	<i>mg</i>
Vitamin E	0,6	<i>mg</i>
Vitamin B	0,1	<i>mg</i>
Folsäure	8	μ <i>g</i>

Dank anderer Inhaltskomponenten, Mineralstoffe und Vitamine mit einer blutbildenden und antibakteriellen Wirkung, werden die Möhren bei Kreislaufstörungen, zur Verbesserung des Immunsystems und zur Verdauungsregulation empfohlen.

Das Verhalten der Möhren sowohl während der konventionellen Trocknung mit Warmluft, als auch während der Gefriertrocknung wurde oft untersucht [8], [9]. Es wurde bewiesen, dass die Zusammensetzung der Möhren (siehe Tabelle 2.3) und darüberhinaus ihr Trocknungsverhalten sehr stark von Sorte, Ernte und Anbauort abhängen. Um diese Einflüsse auf die Trocknung weitestgehend ausschließen zu können, wurden alle Versuche mit „Bardowicker“ Speisemöhren durchgeführt.

2.2.2.2 Sprossen

Die Sprossen sind Lebensmittel mit einem hohen Anteil von Nähr- und Wirkstoffkomponenten. Sie enthalten funktionelle Proteine, Aminosäuren, Peptide, Enzyme, Vitamine, Mineralien, Spurenelemente, Carotinoide und Polyphenole. Die in dieser Arbeit untersuchten Brokkolisprossen weisen einen hohen Anteil an Jod, Zink, Carotin, Lutein und Zeoxanthin, Phytosterin und vor allem Glukosinolaten auf und haben nachgewiesene antikanzerogene und antimikrobielle Wirkung.

2.2.2.3 Zwiebel

Die Küchen-Zwiebel ist eine der ältesten Nutzpflanzen, die sowohl als Gewürz, als auch weltweit in der Volksmedizin eingesetzt wird. Den Nährstoffgehalt der Zwiebel zeigt Tabelle 2.4.

Tabelle 2.4: Energie- und Nährstoffgehalt in 100 g Zwiebel [37]

Nährstoffe/Energie		
Energie	117	<i>kJ</i>
Wasser	88	<i>g</i>
Protein	1,3	<i>g</i>
Fett	0,3	<i>g</i>
Kohlenhydrate	4,9	<i>g</i>
Ballaststoffe	1,8	<i>g</i>
Mineralstoffe		
Kalium	175	<i>mg</i>
Calcium	31	<i>mg</i>
Magnesium	11	<i>mg</i>
Eisen	0,5	<i>mg</i>
Isoalliin	4	<i>mg</i>
Vitamine		
β -Carotin	7	μ <i>g</i>
Folsäure	7	μ <i>g</i>
Vitamin C	9	<i>mg</i>

Die Küchen-Zwiebel enthält Vitamine, Mineralstoffe, Enzyme und andere bioaktive Substanzen. Durch den hohen Gehalt an Flavonoid Quercetin wirkt die Zwiebel antioxidativ und hilft dem Körper bei der Abwehr der aggressiven freien Sauerstoffradikale [91].

Als Hauptwirkstoffe in der Zwiebel gelten die Sulfide, die bei enzymatischer oder thermischer Zersetzung aus dem instabilen Allicin entstehen [14], [91]. Allicin selbst ist in der Zwiebel nur in Spuren vorhanden. Die Bildung von Allicin aus der geruchlosen Aminosäure Isoalliin (ohne physiologische Wirkung) wird durch das Enzym Alliinase

katalysiert. Dieses in den Vakuolen lokalisierte Enzym tritt erst nach einer mechanischen Schädigung der Zwiebel mit dem zytosolischen Alliin in Kontakt, wodurch über das instabile Zwischenprodukt Allylsulfensäure das fettlösliche Thiosulfinat Allicin und das reizende Thiopropansulfoxid gebildet werden. Die beiden Verbindungen haben eine geringe Stabilität und werden im weiteren Verarbeitungsprozess abhängig von den Prozessbedingungen zu sekundären Aromakomponenten Allylsulfid, Allyldisulfid und Allyltrisulfid unter Entwicklung von Schwefeldioxid umgewandelt [18]. Diese Sulfide werden als sekundäre Pflanzenstoffe bezeichnet und bestimmen im Wesentlichen die gesundheitsfördernden und heilenden Eigenschaften der Zwiebel. Sie weisen in Verdünnungen von 1 : 10000 bis 1 : 100000 eine antibakterielle und antiatherosklerotische Wirkung auf und beeinflussen die Stoffwechselforgänge, die bei der Entstehung von Herz-Kreislauferkrankungen eine Rolle spielen. Sulfide besitzen auch eine stark hemmende Wirkung auf die Trombozytaggregation und beugen der Entstehung von Blutgerinnseln vor. Derzeit wird im Tierexperiment erprobt, ob die zytotoxische Wirkung der Sulfide zur Krebstherapie genutzt werden kann [90].

Die Erkenntnis, dass die eingefrorenen und im gefrorenen Zustand getrockneten Zwiebeln keine Sulfide enthalten, war Grund des Einsatzes der Gefriertrocknung zur Verhinderung der biochemischen Umwandlung von Isoalliin während der Zwiebel Trocknung. Durch die Gefriertrocknung ist die Produktion von wirksamen Trockenprodukten gesichert, welche später zur Herstellung von phytopharmazeutischen Produkten eingesetzt werden können.

2.3 Durchführung der Experimente

Für die experimentellen Untersuchungen zur atmosphärischen Wirbelschichtgefriertrocknung wurden entsprechende Vorbereitungen, sowohl der zu trocknenden Materialien als auch der Versuchsanlage, vorgenommen. In diesem Punkt wird auf die einzelnen Vorbereitungsschritte und auf die Auswertungsmethoden eingegangen.

Bei der Versuchsauswertung kam die klassische Trockenschrankmethode zur Bestimmung der Beladung des Produktes zum Einsatz. Um die Genauigkeit der Messung zu erhöhen, wurde jeder Beladungswert drei Mal ermittelt und eine Fehlerbetrachtung nach Abschnitt 2.3.3.2 durchgeführt.

2.3.1 Vorbereitung der Trocknungsmaterialien

2.3.1.1 Modellsubstanz

Die Vorbereitung des Modellmaterials für die Gefriertrocknungsversuche wurde wie folgt durchgeführt:

- Bestimmung der Beladung des Ausgangsmaterials,

- Berechnung der erforderlichen Wassermasse bis zum Erreichen der gewünschten Anfangsbeladung von $X = 0,5 \text{ kg/kg}$,
- Befeuchtung des Ausgangsmaterials unter Zugabe der berechneten Wassermasse und
- Einwaage des befeuchteten Produktes entsprechend der gewünschten Schichtmassen in luftdicht verschlossenen Gefäßen und deren Einfrieren im Tiefkühlschrank bei $\vartheta_L = -18 \text{ °C}$.

2.3.1.2 Materialien biologischen Ursprungs

Die Möhren wurden in Würfel mit einer bestimmten, vordefinierten Größe geschnitten. Um ein möglichst enges Partikelspektrum zu erhalten, fand eine Klassierung mit Sieben der Maschenweite $1,6 \text{ mm}$ und $2,5 \text{ mm}$ statt. Die abgeseibte und für den Versuch bestimmte Masse wurde in einem luftdichten Behälter im Tiefkühlschrank bei $\vartheta_L = -18 \text{ °C}$ eingefroren.

Die Zusammensetzung der Zwiebel verlangte im Vorfeld der Trocknungsversuche eine spezielle Vorbereitung. Sie beinhaltete das Einfrieren, Schälen, Zerkleinern und Klassieren des Produktes im gefrorenen Zustand. Für die Zerkleinerung wurden im Rahmen des REPHYNA Verbundprojektes am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg unterschiedliche Mühlen und deren Einfluss auf die Durchführung der Allinasereaktion untersucht. Die Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen haben nachgewiesen, dass im Hinblick auf die Unterdrückung unerwünschter enzymatischer Reaktionen während der Zerkleinerung die Walzenmühle am besten geeignet ist. Diese Mühle kombiniert eine kurze Verweilzeit mit schonender Beanspruchung des Produktes, sie wurde daher für die Zerkleinerungsstufe eingesetzt.

Zur Herstellung eines fluidisierbaren Materials aus Brokkolisprossen, die lang und stark ineinander verhakt sind, wurde eine Pelletierung vorgenommen. Die notwendige Mischsubstanz von Feucht- und Trockenmaterial im Verhältnis $1 : 2$ ist mit Hilfe eines Food-Cutters der FA. SCHARFEN erzeugt worden. Die anschließende Herstellung von Pellets mit einem Durchmesser von 6 mm und einer Länge von etwa 5 mm erfolgte an einer Flachmatrizenlaborpresse der FA. AMANDUS KAHL.

2.3.2 Versuchsdurchführung

Vor den Trocknungsversuchen wurde die Anlage unter Versuchsbedingungen (Gaseintrittsgeschwindigkeit, Gaseintrittstemperatur, rel. Eintrittsfeuchte des Gases) ohne Produkt bis zum Erreichen konstanter Lufttemperaturen betrieben. Der Zeitpunkt des Erreichens dieses Zustandes wurde mit Hilfe der Messwerterfassung ermittelt.

Mit Versuchsbeginn wurde eine bestimmte Menge des gefrorenen Produktes durch die Gutzugabekammer eingefüllt, danach die Zufuhrklappe geöffnet, so dass das Produkt

schnell in den fluidisierten Zustand versetzt wurde. Ab diesem Zeitpunkt verläuft der Sublimationstrocknungsprozess in der Wirbelkammer infolge des durch den vorgeschalteten Adsorber niedrig gehaltenen Partialdruckes des Wasserdampfes in der Luft. Nach Ablauf der gewünschten Trocknungszeit wurde der Sublimationsprozess unterbrochen, der Kugelhahn in der Zufuhrleitung der Luft geschlossen und der Anströmboden geklappt. Es wurde eine kleine Probemenge aus der Schicht durch die Entnahmeklappe unterhalb des Anströmbodens entnommen und deren Beladung nach der Trockenschrankmethode im Labor analysiert. Durch die Variation der Trocknungszeit der Schichtmasse im Apparat wird eine Trocknungskurve aufgenommen, die den Verlauf der Produktbeladung X in Abhängigkeit von der Zeit t darstellt.

2.3.3 Versuchsauswertung

2.3.3.1 Trockenschrankmethode

Die klassische Trockenschrankmethode fand zur Bestimmung der Beladung des Produktes Anwendung. Eine dreimalige Messung und Mittelwertbildung diente der Verringerung der Messunsicherheit.

Bei der Trockenschrankmethode gilt der Masseverlust nach der Trocknung bei einer vordefinierten Temperatur als Flüssigkeitsverlust. Die Trocknungsdauer für die Modellsubstanz betrug 10 h bei 150 °C.

Die Trockenschrankmethode für die Ermittlung der Gutsfeuchte biologischer Produkte wurde mit kürzeren Trocknungszeiten von 2 h bei einer Temperatur von 80 °C durchgeführt. So sollten Glühverluste und damit verbundene Verfälschungen der ermittelten Beladungswerte verhindert werden.

2.3.3.2 Fehlerbetrachtung

Der nächste Schritt der experimentellen Arbeit bestand in einer kritischen Betrachtung der nach der Trockenschrankmethode gewonnenen Messergebnisse und der Durchführung einer Fehleranalyse. Dadurch wird die Berechnung des bestmöglichen Schätzwertes für den „Wahren Wert“ der Gutsbeladung und die Ermittlung eines Maßes für die Unsicherheit des Schätzwertes ermöglicht.

Der beste Schätzwert für den „Wahren Wert“ der Gutsbeladung wurde als das arithmetische Mittel aus den Stichprobenwerten definiert

$$\bar{X} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k X_i. \quad (2.1)$$

Zur Angabe des vollständigen Messergebnisses wird der Mittelwert und die Messunsicherheit benötigt

$$X = \bar{X} \pm \Delta\bar{X}. \quad (2.2)$$

Die Messunsicherheit wird als die Summe einer zufälligen Komponente und einer systematischen Komponente ausgedrückt. Die zufällige Komponente, auch Vertrauensbereich genannt, hängt von der Standardabweichung des Mittelwertes und einem Faktor τ ab

$$\Delta\bar{X} = \tau \bar{s}_{\bar{X}} + \Delta\bar{X}_{sys}. \quad (2.3)$$

Der Faktor τ wird mit Hilfe der Tabelle 2.5 ermittelt und ist von der Anzahl der Stichproben und dem gewünschten Vertrauensniveau abhängig.

Tabelle 2.5: Faktor τ in Abhängigkeit vom Vertrauensniveau und der Stichprobenanzahl [89]

k	$\tau_{68,27\%}$	$\tau_{95\%}$	$\tau_{99\%}$
3	1,32	4,3	19,2
5	1,15	2,8	6,6
10	1,06	2,3	4,1
20	1,03	2,1	3,4
30	1,02	2,05	3,3
100	1,00	2,00	3,1
∞	1,00	1,96	3,0

Die Standardabweichung des Mittelwertes beschreibt die Streuung der Messwerte um den Mittelwert und wird als Maß für die Unsicherheit des Schätzwertes definiert

$$\bar{s}_{\bar{X}} = \frac{1}{\sqrt{k}} \sqrt{\frac{1}{k-1} \sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2}. \quad (2.4)$$

2.4 Sorptionsgleichgewicht

Ein weiterer Teil der Arbeit befasste sich mit den experimentellen Untersuchungen der Sorptionsgleichgewichte für die Modells substanz und für das verwendete Adsorbens. Grund dafür war die Anwendung der Sorptionsisothermen in einem der vorgestellten Modelle als Basis der mathematischen Beschreibung der atmosphärischen Wirbelschichtgefrieretrocknung. Desweiteren wurden die Sorptionsisothermen der gefriergetrockneten biologischen Güter bei Umgebungstemperatur gemessen, um somit die Lagerfähigkeit dieser Produkte einschätzen zu können.

Zur Ermittlung der Sorptionsisothermen unter $\vartheta = 0 \text{ }^\circ\text{C}$ wurde eine für den negativen Temperaturbereich angepasste Exsikkatormethode verwendet. Bei dieser gravimetrischen Methode wird das Gut in eine Atmosphäre feuchter Luft mit bestimmtem Dampfdruck gebracht. Die Adsorption, ggf. Desorption, verläuft solange, bis sich das

Gleichgewicht zwischen dem Wassergehalt im Feststoff und dem Dampfdruck der umgebenden Luft einstellt. Die charakteristische Kurve der Abhängigkeit der Beladung des Produktes von der Umgebungsfeuchte bei konstanter Temperatur wird dabei mit Veränderung des Dampfdruckes der umgebenden Luft aufgenommen. Trotz der langen Zeiten bis zur Einstellung des Gleichgewichts wurde diese Methode als einfach in der Handhabung eingeschätzt und mit geringer Apparateausrüstung für die Untersuchungen zum Sorptionsgleichgewicht bei negativen Temperaturen eingesetzt. Zur Überprüfung der Genauigkeit der Exsikkatormethode wurde eine Vergleichsmessung der Adsorptionsisotherme von $\gamma - Al_2O_3$ mit der nach dem dynamischen Prinzip arbeitenden Magnetschwebewaage der FA. RUBOTHERM durchgeführt. Die Proben befinden sich bei dieser Methode in einem kontinuierlichen Fluss von dem mit Wasserdampf beladenen Trägergas, was einen optimalen Stofftransport zur Probe gewährleistet und die Diffusionslimitierungen reduziert.

Die Sorptionsisothermen bei positiven Temperaturen wurden diskontinuierlich im Bereich der relativen Luftfeuchte von 0 % bis 98 % mit Hilfe eines DVS-Sorptionsanalysators der FA. POROTEC experimentell ermittelt. Dieses Gerät arbeitet nach dem dynamischen Prinzip zur Untersuchung des Sorptionsgleichgewichtes. Der mögliche Messbereich für die Temperatur erstreckt sich von +5 °C bis +40 °C.

Kapitel 3

Modellierung und Bilanzierung

Das untersuchte Verfahren wird im Wesentlichen durch die Kombination zweier Apparate, Wirbelschichtapparat als Produkttrockner und Adsorber als Luftentfeuchter, realisiert. Dieses Kapitel wird sich mit der Modellierung und Bilanzierung des Wirbelschichttrockners und des Festbettadsorbers befassen. Die Untersuchungen beschränken sich auf die diskontinuierliche, chargenweise Wirbelschichtgefriertrocknung. Dementsprechend wird bei der Modellierung und Bilanzierung auch ausschließlich auf diese Verfahrensweise bei der Trocknung eingegangen.

3.1 Wirbelschichtmodell

Bei der Gefriertrocknung in einer Wirbelschicht kommt es zu Masse- und Energieübertragungsvorgängen, die für eine erfolgreiche Berechnung der Trocknung im Wesentlichen vom Modell erfasst und mit den Bilanzen beschrieben werden müssen. So erfolgt eine Reduzierung des Wassers im Produkt, was als Trocknung bezeichnet wird, durch Sublimation. Den zeitlichen Verlauf der Massenabnahme des Produktes infolge von Sublimation liefert *die Massenbilanz des Produktes*. Der bei der Sublimation entstehende Wasserdampf geht in die Luft über und reichert die Luft an Wasserdampf an. Diese Eigenschaftsänderung der Luft führt zu einer Triebkraftänderung, die die Trocknung des Produktes limitieren kann, und wird durch *die Massenbilanz der Luft* beschrieben.

Die Trocknung des Produktes hängt weiterhin stark vom Gleichgewichtszustand im Produktinneren an der Phasengrenze Eis-Gas ab. Dieser Gleichgewichtszustand wird für ein bestimmtes Produkt durch die Temperatur des Partikels und seine Beladung festgelegt. Da sich während des Trocknungsprozesses neben der Produktfeuchte auch die Produktenthalpie infolge von Energieübertragungsvorgängen ändert, muss diese Änderung der Produktenthalpie mit einer *energetischen Bilanzierung des Produktes* erfasst werden. Die Änderung der Produktenthalpie basiert im Wesentlichen auf der Wärmeübertragung von der höher temperierten Luft an das Produkt und der sublimierten Wassermenge. Die durch den Energieaustausch hervorgerufene Eigenschaftsänderung der Luft wird mit *der energetischen Bilanzierung der Luft* charakterisiert.

Sowohl das Produkt als auch die Luft stehen im Energieaustausch mit der Apparatewand. Bei unisolierten und auch isolierten Wirbelschichten treten mehr oder weniger große Wärmeverluste oder -einbrüche aus der Umgebung auf. Da die diskontinuierliche, chargenweise Wirbelschichtgefrieretrocknung ein instationäres Verfahren ist, unterliegt die Apparatewand einer ständigen Temperaturänderung. Der Einfluss der Apparatewand auf das Trocknungsverhalten kann mit Hilfe der *energetischen Bilanzierung der Wand* erfasst werden. Diese angestellten Betrachtung zeigen, dass 5 Zustandsgrößen existieren,

- die Produktfeuchte und -temperatur,
- die Luftfeuchte und -temperatur sowie
- die Wandtemperatur,

die miteinander gekoppelt sind und deren zeitliche und örtliche Abhängigkeiten durch Bilanzgleichungen beschrieben werden müssen.

In der Literatur existieren bereits Modelle zur Beschreibung der Trocknung in Wirbelschichten. So entwickelte unter anderem *Burgschweiger* [12] ein Modell, das eine Berechnung der Trocknung hygroskopischer Güter in kontinuierlich betriebenen Wirbelschichten zulässt. Er modifizierte das Konzept der normierten Trocknungskurve zur Beschreibung von Stoffübergangswiderständen von *van Meel* [65], so dass dieses auch für hygroskopische Produkte eingesetzt werden kann. Durch seine Betrachtungen gelang ihm eine Trennung der Gleichgewichtshemmungen von den inneren Widerständen, die speziell im zweiten Trocknungsabschnitt auftreten.

Heinrich et al. [33] erarbeiteten ein Modell für die Beschreibung der Trocknung mit überhitztem Wasserdampf. Dieses Modell wurde von *Machnow* [60] weiterentwickelt und ausgiebig an mit Dampf betriebenen Wirbelschichtanlagen im Labormaßstab und im großtechnischen Maßstab validiert. Die Ergebnisse zeigen, dass für eine erfolgreiche Beschreibung des Trocknungsverhaltens der Partikel in der Wirbelschicht ein Modell ausreichend ist, dessen Triebkraftansatz für das Trocknungspotenzial ausschließlich auf Temperaturunterschieden beruht. Die Berechnungen des Trocknungsprozesses in der Wirbelschicht basieren somit lediglich auf Wärmeübergangsmechanismen. Die Bedingungen des von ihnen untersuchten Verfahrens zwangen sie zu dieser Art der Betrachtung, da bei der Heißdampftrocknung Wasser als Produktfeuchtigkeit verdampft wird und an eine wasserdampfförmige Umgebung übergeht.

Machnow [60] konnte zudem durch experimentelle Validierung beweisen, dass das entwickelte Modell auch für die Lufttrocknung Anwendung finden kann.

Peglow [77] beschäftigte sich mit der Modellbildung eigenschaftsverteilter Systeme in Wirbelschichtagglomeratoren und verknüpfte die Populationsbilanzen mit den stofflichen und energetischen Bilanzierungen der Luft, der Partikel und der Apparatewand.

Er lehnte sich dabei stark an die stoffliche und energetische Bilanzierung *Burgschweigers* [12] an. Er war dadurch in der Lage, das gesamte instationäre Verhalten bei der Agglomeration einschließlich der Nachtrocknungsphase der Agglomerate zu berechnen.

Die beiden bereits existierenden und validierten Modelle zur Beschreibung der Trocknung in Wirbelschichten von *Burgschweiger* [12] sowie von *Heinrich* [33] und *Machnow* [60] sind praktikable Werkzeuge zur Berechnung der Feuchten und Temperaturen im Wirbelschichtapparat. Sie unterscheiden sich im Wesentlichen in der Beschreibung der Trocknungskinetik und bei der Luftmassenbilanzierung voneinander. Letztere entfällt im Modell von *Heinrich* [33] und *Machnow* [60].

Im Rahmen dieser Arbeit sollen beide Modellvorstellungen auf die schonende, atmosphärische Trocknung mittels Luft bei Temperaturen unter 0 °C in der Wirbelschicht übertragen und auf Eignung geprüft werden.

3.1.1 Modellannahmen

Die für die Bilanzierung zunächst wesentlichen Modellannahmen betreffen die Beschreibung der Produkt- und Luftbewegung innerhalb des Wirbelschichtapparates.

In der Literatur existieren zahlreiche experimentelle und theoretische Arbeiten zum Dispersionsverhalten der Partikel in Wirbelschichten [5], [6], [47], [17]. Die Autoren weisen nach, dass die Partikelbewegung in Wirbelschichten vom Verhalten des Idealen Rührkessels abweicht. Einen Vergleich der existierenden Modelle für die Vorausberechnung der für die Beschreibung des nicht idealen Vermischungsverhaltens nötigen Dispersionskoeffizienten in Wirbelschichten zeigt *Henneberg* [36]. Er stellt fest, dass die berechneten und in der Literatur angegebenen Dispersionskoeffizienten von unterschiedlichen Größenordnungen und nur begrenzt vorhersagbar sind.

Die Ergebnisse bisheriger Arbeiten von *Burgschweiger* [12], *Heinrich* [33], [32], *Machnow* [60], *Ihlow* [40] und *Peglow* [77] zeigen aber, dass die mit dem Modell des Idealen Rührkessels erzielten theoretischen Ergebnisse zufriedenstellende Übereinstimmungen mit den experimentell gewonnenen Daten ergeben. Deshalb wird vereinfachend davon ausgegangen, dass infolge der Fluidisierung das Produkthaufwerk so gut durchmischt wird, dass die Bewegung des Produktes mit ausreichender Genauigkeit durch das Modell des *Idealen Rührkessels* beschrieben werden kann.

Die Luft hingegen strömt gerichtet durch den Apparat und ihre Bewegung sollte dementsprechend mit dem Modell der Idealen Pfropfenströmung beschrieben werden. Im Bereich von $Re < 100$ wurden von verschiedenen Forschergruppen in Wirbelschichten Sherwood-Zahlen wesentlich kleiner 2 gemessen. *Groenewold* und *Tsotsas* [27] begründen dies mit Rückvermischungseffekten der Fluidisierungsluft und führen zur Beschreibung dieser Effekte eine scheinbare Sherwood-Zahl ein, mit der die Messungen dieser Forschergruppen zufriedenstellend abgebildet werden können. Mit der auch in dieser Arbeit gewählten Vorgehensweise besteht einerseits die Möglichkeit, die Luftbewegung mit

dem Modell der *Idealen Pfropfenströmung* zu beschreiben und andererseits die zu groß berechneten Stoff- und Wärmeübergänge bei kleinen Reynolds-Zahlen elegant zu reduzieren.

Die Durchmischung des Produktes in Wirbelschichten wird durch aufsteigende Blasen hervorgerufen. Sie werden nach *Uhlemann* und *Mörl* [87] durch die Konstruktion des Gasverteilers beeinflusst. Ihre Größe und ihr Verhalten hängen auch vom Typ des Schüttgutes hinsichtlich des Fluidisationsverhaltens und von der Höhe der Schicht ab.

Bei der mathematischen Modellierung von Wirbelschichten werden Blasen oft als Bypassströme des Fluidisierungsgases aufgefasst und somit die Wirbelschicht als ein heterogenes System betrachtet. Diese Art der Vorgehensweise wird in der Arbeit gewählt, da sie eine separate Bilanzierung der feststoffreichen Suspensionsphase und der Bypassphase erlaubt. Bei der Berechnung erfolgt die Ermittlung des Bypassanteils auf Basis eines Modells von *Hillgarth* und *Werther* [38]. Laut ihrer Modellvorstellung kommt es zu einem über der Höhe ansteigenden Bypassanteil. Dieser wird in dem vorgeschlagenen Modell über der Höhe der Wirbelschicht gemittelt und geht so als konstanter Bypassmittelwert in die Bilanzgleichungen ein. Die Vorgehensweise bei der Berechnung ist im Anhang B dargestellt. Beim Aufsteigen von Blasen innerhalb der Wirbelschicht kommt es zu Stoff- und Wärmeaustauschvorgängen zwischen der fluidisierten Schicht und den Blasen, modelltechnisch zwischen der Suspensions- und der Bypassphase. Untersuchungen zu der Größenordnung der Austauschvorgänge zwischen den beiden Phasen stellte *Groenewold* in [26] an. Der Einfluss dieser Austauschvorgänge auf die Trocknung wird als nicht vernachlässigbar eingeschätzt und deshalb in den hier vorgeschlagenen Modellen berücksichtigt. Der Bypass wird somit als aktiver Bypass im Modell implementiert. Dem Anteil entsprechend kommt es der Vorstellung nach zu einer Aufteilung des Luftstroms unter dem Boden der Wirbelschicht und wieder zu einer Vermischung der aufgeteilten Luftströme oberhalb der Wirbelschicht. Der Suspensionsluftstrom, als ein Teil, durchströmt und fluidisiert das Produkthaufwerk und steht im Stoff- und Energieaustausch mit dem Produkt. Der Bypassluftstrom, als zweiter Teil, passiert die Schicht und tritt oberhalb in einem Zustand aus, der von der Intensität des Wärme- und Stoffaustausches zwischen Suspensions- und Bypassphase abhängig ist. Die Austrittsfeuchte und -temperatur sind somit ermittelte Mischgrößen aus Suspensionsluftstrom und Bypassluftstrom.

Für die Beschreibung des Existenzbereiches der Wirbelschicht gibt es in der Literatur eine große Anzahl von empirischen Beziehungen. Die in dieser Arbeit verwendeten Gleichungen sind im Anhang B zusammengestellt.

Eine weitere Annahme ist die Vernachlässigung von Gradienten für die Feuchte und die Temperatur innerhalb der Produktpartikel. Eine konstante Temperatur der Produktpartikel trifft idealisiert nur bei Biot-Zahlen kleiner 1 zu ($Bi \ll 1$).

Die Form der Modellspezies $\gamma - Al_2O_3$ kommt der einer Kugel sehr nah. Dementsprechend wurde der Sauterdurchmesser den Berechnungen zugrunde gelegt und das fluidisierte Haufwerk als monodispers betrachtet.

Da das natürliche Produkt Möhren vor dem Einfrieren und der Trocknung in Würfel geschnitten wurde, entspricht dessen Form natürlich nicht der einer Kugel. Als Basis der Berechnungen dient hier der oberflächengleiche Durchmesser.

Eine letzte noch zu erwähnende Annahme ist die ortsunabhängige Wandtemperatur des Wirbelschichtapparates.

3.1.2 Bilanzierung

Die stoffliche und energetische Bilanzierung ist bei den Modellvorstellungen nach *Burgschweiger* [12] sowie *Heinrich* [33] und *Machnow* [60] nahezu identisch. Sie wird bzgl. der Sublimationsvorgänge angepasst und im Folgenden dargestellt. Die Spezifika der Trocknungskinetiken der beiden Modellvorstellungen werden im Abschnitt 3.1.3.2 gesondert behandelt und können aufgrund der Form der Bilanzierung problemlos eingebunden werden.

Die Bilanzierung erfolgt wie in Abbildung 3.1 an einem beliebigen differentiellen Höhen-element der Wirbelschicht. Die Abbildung 3.1 stellt sämtliche berücksichtigten Energieströme dar.

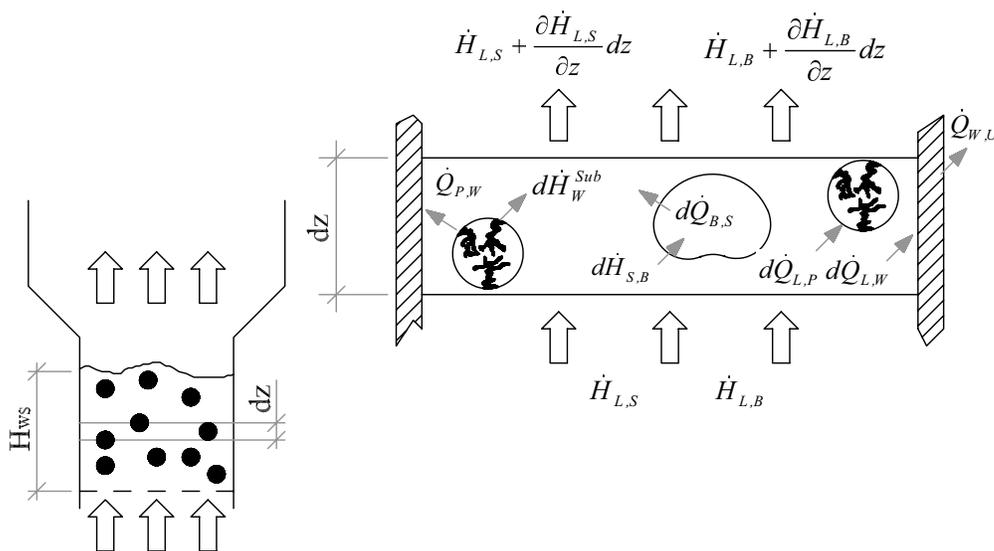


Abbildung 3.1: Differentielles Volumenelement der Wirbelschicht

3.1.2.1 Massenbilanz des Produktes

Bei der Berechnung des Trocknungsverhaltens interessiert in erster Linie die Veränderung der Wasserbeladung des Produktes über der Zeit. Diese Veränderung wird mit Hilfe der Massenbilanz des Produktes beschrieben:

$$\frac{dm_P}{dt} = -\dot{m}_W^{Sub} \quad (3.1)$$

Die Gleichung (3.1) verdeutlicht, dass eine zeitliche Änderung der Produktmasse nur infolge eines sublimierten Wassermassenstroms auftritt. Die Produktmasse ist mit den getroffenen Modellannahmen eine ausschließlich zeitabhängige Größe. Sie kann als Summe einer trockenen Produktmasse, welche sich während des Trocknungsprozesses nicht ändern soll, und einer zeitlich veränderlichen Wassermasse aufgefasst werden. Die Wassermasse wiederum lässt sich mit Hilfe der Beladung X wie folgt ausdrücken:

$$m_W = m_{tr.P}X. \quad (3.2)$$

Nach der Einführung der Gleichung (3.2) in die Gleichung (3.1) ergibt sich die zeitliche Änderung der Beladung des Produktes zu

$$\frac{dX}{dt} = -\frac{1}{m_{tr.P}}\dot{m}_W^{Sub}. \quad (3.3)$$

3.1.2.2 Massenbilanz der Luft in der Suspensionsphase

Die Luft wird bei der Bilanzierung als ein System aus trockener Luft und Wasserdampf aufgefasst. Der Luftzustand der Suspensionsphase hängt bzgl. seiner Zusammensetzung vom Ort und von der Zeit ab. Beim Durchströmen der Luft durch die Wirbelschicht belädt sich die Luft mit dem aus dem Produkt sublimierten Wasserdampf. Der Beladungszustand hängt so direkt vom Feuchtezustand des Produktes ab. Die sich über den Ort und der Zeit ändernde Größe ist der Wasserdampfanteil der Luft. Die Änderung der Luftmasse in einem beliebigen differentiellen Volumenelement wird durch die folgende Gleichung (3.4) beschrieben

$$(1 - \nu)\frac{\partial m_{L,S}}{\partial t} = -(1 - \nu)\frac{\partial \dot{m}_{L,S}}{\partial z}dz + d\dot{m}_W^{Sub} - d\dot{m}_{S,B}. \quad (3.4)$$

Sowohl die differentielle Luftmasse als auch der Luftmassenstrom können nach

$$m_{L,S} = m_{tr.L}(1 + Y_S) \quad (3.5)$$

als Summe aus trockener Luftmasse und Wasserdampfmasse aufgefasst werden, was letztendlich zu der gesuchten Differentialgleichung für die Änderung der Luftbeladung im differentiellen Volumenelement führt

$$\frac{\partial Y_S}{\partial t} = -\frac{\dot{m}_{tr.L}}{dm_{tr.L}}\frac{\partial Y_S}{\partial z}dz + \frac{d\dot{m}_W^{Sub} - d\dot{m}_{S,B}}{(1 - \nu)dm_{tr.L}}. \quad (3.6)$$

3.1.2.3 Massenbilanz der Luft in der Bypassphase

Die Luft der Bypassphase belädt sich infolge eines aus der Suspensionphase übergehenden Wasserdampfstroms. Die Bilanz wird mit der Gleichung

$$\frac{\partial Y_B}{\partial t} = -\frac{\dot{m}_{tr.L}}{dm_{tr.L}}\frac{\partial Y_B}{\partial z}dz + \frac{d\dot{m}_{S,B}}{\nu dm_{tr.L}} \quad (3.7)$$

beschrieben.

3.1.2.4 Energiebilanz des Produktes

Die zeitliche Änderung der Enthalpie des Produktes in der Wirbelschicht hängt von den Wärmeströmen Luft-Produkt und Produkt-Wand sowie von der Menge bzw. dem Enthalpiestrom des sublimierten Wassers ab. Diese Bilanz wird durch folgende Differentialgleichung

$$\frac{dH_P}{dt} = \dot{Q}_{L,P} - \dot{Q}_{P,W} - \dot{H}_W^{Sub} \quad (3.8)$$

beschrieben. Die Enthalpie des Produktes setzt sich aus der Enthalpie der trockenen Partikelmasse, der Enthalpie des gefrorenen Wassers und der Sorptionswärme zusammen. Sie ergibt sich zu

$$H_P = m_{tr,P}(c_{tr,P} + c_{Eis}X)\vartheta_P + m_{tr,P}X(-\Delta h_{Schm} - \Delta h_{Sorp}\langle X \rangle). \quad (3.9)$$

Wird nun die Gleichung (3.9) in Gleichung (3.8) eingesetzt, die Enthalpien und Wärmen durch Temperaturdifferenzen und Beladungen ausgedrückt, so folgt für die zeitliche Änderung der Partikeltemperatur die Beziehung

$$\begin{aligned} \frac{d\vartheta_P}{dt} = & \frac{1}{m_{tr,P}(c_{tr,P} + c_{Eis}X)} [\alpha_{L,P}A_P(\bar{\vartheta}_L - \vartheta_P) - \alpha_{P,W}A_W(\vartheta_P - \vartheta_W) - \\ & - \dot{m}_W^{Sub}(c_{P,D}\bar{\vartheta}_L + \Delta h_{Sub,0}) - \\ & - m_{tr,P}(c_{Eis}\vartheta_P - \Delta h_{Schm} - \Delta h_{Sorp} - X \frac{d\Delta h_{Sorp}}{dX}) \frac{dX}{dt}]. \end{aligned} \quad (3.10)$$

Bei der Beschreibung des Wärmestroms Luft-Produkt ist bei der Bilanzierung darauf zu achten, dass aufgrund der Modellvorstellung des Idealen Rührkessels für die Produktbewegung das Produkt nur eine über die Höhe gemittelte Lufttemperatur $\bar{\vartheta}_L$ „sieht“. Diese mittlere Lufttemperatur zu einem Zeitpunkt wird beschrieben als

$$\bar{\vartheta}_L = \frac{1}{H_{WS}} \int_0^{H_{WS}} \vartheta_L dz. \quad (3.11)$$

3.1.2.5 Energiebilanz der Luft in der Suspensionsphase

Analog zur Luftmasse ändert sich auch der energetische Zustand der Luft orts- und zeitabhängig. Die Luftenthalpie erfährt eine Änderung aufgrund der Wärmeübergänge an das Produkt, an die Apparatewand und an die Bypassphase sowie durch die Enthalpieströme des vom Produkt sublimierten Wassers und des an die Bypassphase übergehenden Wasserdampfstroms

$$(1 - \nu) \frac{\partial H_{L,S}}{\partial t} = -(1 - \nu) \frac{\partial \dot{H}_{L,S}}{\partial z} dz - d\dot{Q}_{L,P} - d\dot{Q}_{L,W} + d\dot{Q}_{B,S} + d\dot{H}_W^{Sub} - d\dot{H}_{S,B}. \quad (3.12)$$

Die Enthalpie der Luft wird durch die Gleichung

$$H_{L,S} = m_{tr,L}(c_{P,L}\vartheta_{L,S} + c_{P,D}Y_S\vartheta_{L,S} + Y_S\Delta h_{Sub,0}) \quad (3.13)$$

beschrieben. Nach dem Einsetzen der Gleichung (3.13) in die Gleichung (3.12) und einer Einführung der Triebkraftansätze für die Wärmeströme sowie des übergehenden sublimierten Wasserstroms ergibt sich für die Energiebilanz der Luft in der Suspensionsphase die folgende Gleichung

$$\begin{aligned} \frac{\partial \vartheta_{L,S}}{\partial t} = & -\frac{\partial \vartheta_{L,S}}{\partial z} dz - \frac{1}{(1 - \nu)dm_{tr,L}(c_{P,L} + c_{P,D}Y_S)} \times \\ & \times [\alpha_{L,P}A_P(\vartheta_{L,S} - \vartheta_P) + \alpha_{L,W}A_W(\vartheta_{L,S} - \vartheta_W) - \\ & - \alpha_{B,S}A_{B,S}(\vartheta_{L,B} - \vartheta_{L,S})] \frac{dz}{H_{WS}}. \end{aligned} \quad (3.14)$$

3.1.2.6 Energiebilanz der Luft in der Bypassphase

Die Enthalpie des Bypassstroms wird sich aufgrund des Wärme- und Stoffaustauschs mit der Suspensionsphase über der Wirbelschichthöhe verändern. Die diese Vorgänge beschreibende Differentialgleichung hat die Form

$$\nu \frac{\partial H_{L,B}}{\partial t} = -\nu \frac{\partial \dot{H}_{L,B}}{\partial z} dz - d\dot{Q}_{B,S} + d\dot{H}_{S,B}. \quad (3.15)$$

Die zeitliche Änderung der Bypassstemperatur in einem differentiellen Höhenelement der Wirbelschicht ergibt sich nach Einführung der Temperatur und Beladung der Bypassphase zu

$$\begin{aligned} \frac{\partial \vartheta_{L,B}}{\partial t} = & -\frac{\partial \vartheta_{L,B}}{\partial z} dz - \frac{1}{\nu dm_{tr,L}(c_{P,L} + c_{P,D}Y_B)} \times \\ & \times [\alpha_{B,S}A_{B,S}(\vartheta_{L,B} - \vartheta_{L,S})] \frac{dz}{H_{WS}}. \end{aligned} \quad (3.16)$$

3.1.2.7 Energiebilanz der Wand

Die Wandtemperatur ändert sich zeitlich aufgrund der Wärmeströme apparateinnen-seitig vom Produkt und von der Luft an die Wand und außenseitig durch die Wärmeverluste an die Umgebung bzw. infolge von Wärmeeinbrüchen aus der Umgebung. Die Energiebilanz lautet

$$\frac{dH_W}{dt} = \dot{Q}_{L,W} + \dot{Q}_{P,W} - \dot{Q}_{W,U} \quad (3.17)$$

oder

$$\begin{aligned} \frac{d\vartheta_W}{dt} = & \frac{1}{m_W c_W} (\alpha_{L,W} A_W (\bar{\vartheta}_L - \vartheta_W) + \\ & + \alpha_{P,W} A_W (\vartheta_P - \vartheta_W) - \alpha_{W,U} A_W (\vartheta_W - \vartheta_U)). \end{aligned} \quad (3.18)$$

3.1.3 Kinetiken

Entscheidend für die Komplettierung der Bilanzen ist die Beschreibung des Zusammenhangs zwischen der Geschwindigkeit der Wärme- und Stoffübergänge und den sie beeinflussenden Größen. Diese Zusammenhänge werden auch als Kinetiken bezeichnet.

3.1.3.1 Wärmeübergangskinetiken

Wie den Bilanzgleichungen entnommen werden kann, existieren Wärmeübergänge zwischen

- Luft-Produkt,
- Luft-Wand,
- Partikel-Wand und
- Wand-Umgebung.

Für diese im Modell nötigen Wärmeströme wird die schon in den Bilanzgleichungen eingeführte Kinetik

$$\dot{Q} = \alpha A \Delta \vartheta \quad (3.19)$$

verwendet. Die im einzelnen erforderlichen Wärmeübergangskoeffizienten werden nach validierten Korrelationen aus der Literatur berechnet und sind im Anhang C zusammengestellt.

3.1.3.2 Stoffübergangskinetiken

Modell von *Heinrich* [33] und *Machnow* [60] für die Modellsubstanz

Da *Heinrich* [33] und *Machnow* [60] Untersuchungen zur Trocknung mit überhitztem Wasserdampf anstellten, mussten sie bei der Entwicklung eines Modells zur Beschreibung der Trocknung von der üblichen Beschreibung des Stoffübergangs auf Basis eines Konzentrationsgefälles abweichen. In dem Verfahren geht Wasser aus dem Produkt an

eine Umgebung über, die zu 100 % aus überhitztem Wasserdampf besteht. Das Trocknungspotenzial liegt in dem Modell in der Überhitzung des Wasserdampfes.

Laut der Bilanzierung gibt es in dem Modell 4 unbekannte Zustandsgrößen, die Produktfeuchte und -temperatur, die Lufttemperatur und die Wandtemperatur, sowie die unbekannte Größe des vom Produkt übergehenden, sublimierten Wasserdampfstroms. Es existieren somit nur 4 Differentialgleichungen für die Beschreibung des Verhaltens der Zustandsgrößen, so dass eine weitere Bedingung bzw. Voraussetzung erforderlich ist.

Die grundlegende Voraussetzung des Modells besteht darin, dass sich die Produkttemperatur im ersten Trocknungsabschnitt nicht ändert und damit

$$\left(\frac{d\vartheta_P}{dt}\right)_I = 0 \quad (3.20)$$

ist. Durch die im ersten Trocknungsabschnitt als konstant angenommene Produkttemperatur kann mittels der Gleichung

$$(\dot{m}_W^{Sub})_I = \frac{1}{\left(c_{P,D}\bar{\vartheta}_L + \Delta h_{Sub,0} + c_{Eis}\vartheta_P - \Delta h_{Schm} - \Delta h_{Sorp} - X \frac{d\Delta h_{Sorp}}{dX}\right)} \times \left(\alpha_{L,P}A_P(\bar{\vartheta}_L - \vartheta_P) - \alpha_{P,W}A_W(\vartheta_P - \vartheta_W)\right) \quad (3.21)$$

der sublimierte Wassermassenstrom im ersten Trocknungsabschnitt beschrieben werden. Den Vorstellungen nach existieren im ersten Trocknungsabschnitt keine produktinternen Hemmungen, d.h. keine internen Stoff- und Wärmeübergangswiderstände. Die Produkttemperatur wird nach dem Modell von *Heinrich* und *Machnow* im ersten Trocknungsabschnitt gleich der Kühlgrenztemperatur für den Luftentrittszustand gesetzt. Damit ergibt sich für den sublimierten Wasserdampfstrom im ersten Trocknungsabschnitt

$$(\dot{m}_W^{Sub})_I = \frac{1}{\left(c_{P,D}\bar{\vartheta}_L + \Delta h_{Sub,0} + c_{Eis}\vartheta_P - \Delta h_{Schm} - \Delta h_{Sorp} - X \frac{d\Delta h_{Sorp}}{dX}\right)} \times \left(\alpha_{L,P}A_P(\bar{\vartheta}_L - \vartheta_{KG}) - \alpha_{P,W}A_W(\vartheta_{KG} - \vartheta_W)\right). \quad (3.22)$$

Im sogenannten zweiten Trocknungsabschnitt treten Widerstände innerhalb des Produktes auf, die zu einer merklichen Verringerung des sublimierten, übergehenden Wasserdampfstroms beitragen. Die Produktfeuchte, bei der diese markante Verringerung der Trocknung auftritt, wird als kritische Produkt- oder Gutsfeuchte bezeichnet. Die Trocknung schreitet bis zum Erreichen der Gleichgewichtsproduktfeuchte, die von den Umgebungsbedingungen abhängt, mit verringerter Geschwindigkeit fort. Um die produkt-spezifischen kinetischen Hemmungen im zweiten Trocknungsabschnitt beschreiben zu können, wird auf einen Normierungsansatz von *van Meel* [65] zurückgegriffen, bei dem der augenblickliche sublimierte Wassermassenstrom auf den ungehemmten sublimierten Wassermassenstrom im ersten Trocknungsabschnitt bezogen wird

$$\phi\langle\xi\rangle = \frac{\dot{m}_W^{Sub}}{(\dot{m}_W^{Sub})_I}. \quad (3.23)$$

Die Variable ξ stellt die dimensionslose Produktfeuchte dar, die als

$$\xi = \frac{X - X_{Gl}}{X_{krit} - X_{Gl}} \quad (3.24)$$

definiert ist. Die Größe der Widerstände im Produktinneren lässt sich bisher nicht gesichert theoretisch vorausberechnen. Aus diesem Grund muss, wie von *Burgschweiger* [12] beschrieben, entweder für jedes Produkt experimentell die Trocknungskurve eines Einzelpartikels aufgenommen oder es müssen die in Trocknungsapparaten gemessenen Trocknungverläufe auf die normierte Trocknungskurve ϕ des Einzelpartikels umgerechnet werden. Ist aus den Messungen und der Umrechnung die normierte Trocknungskurve ϕ als Funktion von ξ für das Einzelpartikel bekannt, lässt sich die Kinetik des Stoffübergangs für die Trocknungsabschnitte nach

$$\begin{aligned} (\dot{m}_W^{Sub}) = & \frac{1}{\left(c_{P,D}\bar{\vartheta}_L + \Delta h_{Sub,0} + c_{Eis}\vartheta_P - \Delta h_{Schm} - \Delta h_{Sorp} - X \frac{d\Delta h_{Sorp}}{dX} \right)} \times \\ & \times (\alpha_{L,P}A_P(\bar{\vartheta}_L - \vartheta_{KG}) - \alpha_{P,W}A_W(\vartheta_{KG} - \vartheta_W)) \phi\langle\xi\rangle. \end{aligned} \quad (3.25)$$

verallgemeinern.

Modell von *Burgschweiger* [12] für die Modellsubstanz

Burgschweiger wählt für die Kinetik des Stoffübergangs vom Wasserdampf den klassischen linearen Ansatz aus Stoffübergangskoeffizient, Stoffübertragungsfläche und Triebkraft. Dieser ist bei der Sublimation dem der Verdunstung identisch und lautet

$$\dot{m}_W^{Sub} = \beta_{L,P}A_P\rho_{tr,L}(Y_{Gl} - Y). \quad (3.26)$$

Analog den Betrachtungen zum Modell von *Heinrich* und *Machnow* arbeitet *Burgschweiger* mit der normierten Trocknungskurve eines Einzelpartikels zur Beschreibung auftretender innerer Widerstände und erweitert mit ihr den Ansatz für den Stoffübergang des Wasserdampfes. Nach Erweiterung ergibt sich aus der Gleichung (3.26) die Stoffübergangskinetik für alle Trocknungsabschnitte zu

$$\dot{m}_W^{Sub} = \beta_{L,P}A_P\rho_{tr,L}(Y_{Gl} - Y)\phi\langle\xi\rangle. \quad (3.27)$$

Burgschweiger verweist in seinen Ausführungen darauf, dass bei hygroskopischen Produkten selbst im ersten Trocknungsabschnitt der übergehende Wasserdampfstrom aufgrund der Veränderung der Gleichgewichtsfeuchte Y_{Gl} nicht konstant ist. Die Gleichgewichtsfeuchte wird mittels Sorptionsisothermen beschrieben und ändert sich permanent

aufgrund sich ändernder Produktbeladung und Partikeltemperatur. Der Vorteil dieser Betrachtungsweise ist eine saubere Trennung der Gleichgewichtshemmungen, welche mit der Größe Y_{Gl} beschrieben werden, von den kinetischen Hemmungen, die die Trocknungskurve $\phi(\xi)$ des Einzelpartikels erfasst.

3.2 Adsorbermodell

Neben dem Wirbelschichttrockner ist die zweite Hauptkomponente der Anlage ein Adsorber, der als Festbettadsorber ausgeführt ist. Die Adsorption ist ein Vorgang, bei dem sich die gasförmige Komponente Wasserdampf, genannt Adsorptiv, an der Oberfläche eines Feststoffes, dem Adsorbens, anlagert. Dieses Grenzflächenphänomen wird industriell zur Trennung gasförmiger Stoffe, bei der Gasreinigung oder Entfeuchtung genutzt. In dem untersuchten Verfahren dient der Adsorber der Entfeuchtung der im Kreislauf geführten Fluidisierungsluft, so dass die maximale Triebkraft für die Trocknung bei den geringen Temperaturen und der damit verbundenen geringen Aufnahmefähigkeit der Luft zur Verfügung gestellt werden kann. Als Adsorbentien eignen sich Feststoffe mit sogenannten aktiven Zentren. An jenen Zentren existieren zwischen den einzelnen Atomen solche „ungesättigte“ Bindungskräfte, die weitere Bindungen zulassen. Aufgrund dieser Zentren kommt es zu Wechselwirkungen zwischen dem Adsorptiv und dem Adsorbens. Je nach Intensität der Wechselwirkungen wird beim Adsorptionsvorgang Adsorptionswärme frei. Bei der hier vorliegenden Adsorption von Wasserdampf an KC-Trockenperlen kann von einer physikalischen Adsorption ausgegangen werden. Die Bindungen des am Feststoff angelagerten Wassers, dem Adsorpt, basieren im Wesentlichen auf *van der Waals-Kräften*. Durch Energiezufuhr lassen sich die Bindungen wieder trennen und somit kann der Adsorber regeneriert werden.

Aus wirtschaftlichen Aspekten und aufgrund einer gewünschten emissionsfreien Betriebsweise wurden der Wirbelschichttrockner und der Adsorber so angeordnet, dass eine Kreislauffahrweise der Luft ermöglicht wird. Der Adsorber wird während des Trocknungsvorgangs permanent mit feuchter Fluidisierungsluft beaufschlagt. Die Temperatur und Beladung der Luft hängt von den Bedingungen in der Wirbelschicht ab. Die Aufnahmefähigkeit des Adsorbers ist abhängig von dem Adsorbens selbst und der Menge des Adsorbens. Für dieses Wirbelschichttrocknungskonzept mit nachgeschaltetem Adsorber zur Luftentfeuchtung sind aus Sicht einer funktionsgerechten Betriebsweise zwei Aspekte zu berücksichtigen:

- die Betriebsdauer bis zum Erreichen der maximalen Aufnahmefähigkeit des Adsorbers und
- die freigesetzte Wärme durch die Adsorption, die zu einer Temperaturerhöhung der im Kreislauf gefahrenen Fluidisierungsluft beiträgt.

Nachfolgend wird für eine mögliche Abschätzung des Verhaltens des Adsorbers bzgl. der oben genannten Punkte auf die Modellierung und Bilanzierung dieser Anlagenkomponente eingegangen.

3.2.1 Modellannahmen

Analog zur Modellierung der Wirbelschicht werden zuerst die Bewegungen der beiden Phasen, Gasphase und Feststoffphase, modelliert.

Eine Größe, die über das Strömungsverhalten des Gases und somit auch über die Wärmeübertragung im Adsorber entscheidet, ist die Porosität der Schüttung des Adsorbens im Apparat. Sie unterscheidet sich in Wandnähe vom Kern einer lockeren Schüttung. Eine Abschätzung der Porosität in Wandnähe nach *Tsotsas* [86] ergab einen Wert von $\varepsilon_W = 0,49$. Im Inneren des Apparates wurde eine Porosität von $\varepsilon = 0,4$ angenommen. Die Gleichungen zur Berechnung der Porosität in Wandnähe und der mittleren Porosität sind dem Anhang B zu entnehmen. Die Abbildung (3.2) veranschaulicht

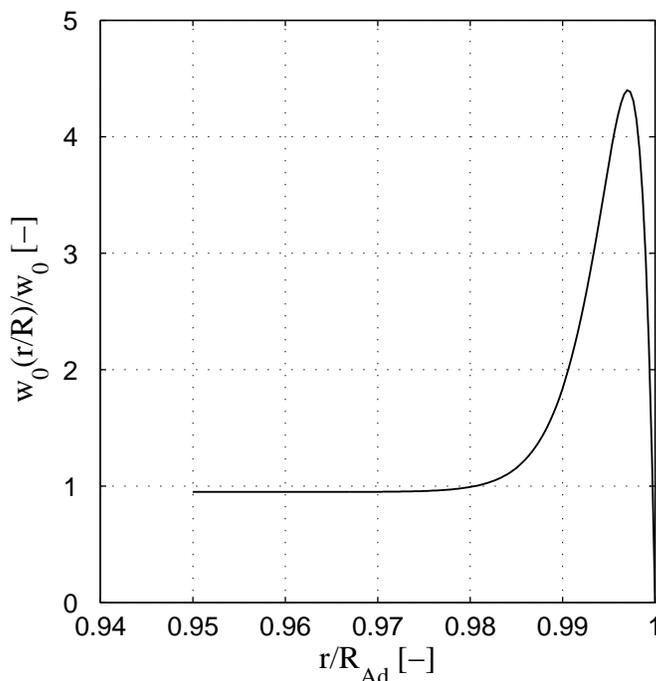


Abbildung 3.2: Strömungsverteilung im Adsorber, Berechnung nach [86]

das berechnete Strömungsprofil in Wandnähe. Deutlich wird, dass im ausgeführten Adsorber infolge der geometrischen Gegebenheiten sowie der Geschwindigkeit und somit des Druckverlustes der Schüttung ein sehr gleichmäßiges Strömungsprofil vorliegt. Die Geschwindigkeit ist über 98 % des Querschnittes nahezu konstant und steigt nur in Wandnähe aufgrund der höheren Porosität an.

In der Literatur [86] wird neben dem konvektiven Transport sehr ausführlich auf die Dispersion des Fluids und deren Beurteilung in durchströmten Schüttungen eingegangen. Für eine Einschätzung des dominierenden Transportmechanismus in Schüttungen wird die Peclet-Zahl herangezogen, da sie den Enthalpiestrom des Fluids zum geleiteten Wärmestrom ins Verhältnis setzt. In [81] wird allgemein geäußert, dass bei kleinen Peclet-Zahlen besondere Transporteffekte, wie beispielsweise die axiale Dispersion, stärker zum Tragen kommen.

Betrachtet man die Dispersion in Schüttungen, wird generell zwischen axialer und radialer Dispersion von Wärme und Stoff unterschieden. Eigene Abschätzungen bzgl. der

axialen Dispersion von Stoff, für die in den Versuchen realisierte Leerrohrgeschwindigkeit von ca. $3 \frac{m}{s}$ im Wirbelschichtapparat, was einer Leerrohrgeschwindigkeit im Adsorber von ca. $0,08 \frac{m}{s}$ entspricht, führen zu einer „molekularen“ Peclet-Zahl von $Pe_0 = \frac{w_0 d_P}{D} \simeq 14$. Die zugrunde gelegte Temperatur für diese Abschätzungen ist -10 °C. Laut *Tsotsas* [86] kann geschlussfolgert werden, dass bei $Pe_0 \rightarrow 0$ die axiale Dispersion nur durch molekulare Diffusion hervorgerufen wird, während sie bei $Pe_0 \rightarrow \infty$ durch die Mischung des Fluids maßgeblich bestimmt wird. Die für das vorliegende System ermittelte „effektive“ Peclet-Zahl für die Dispersion von Stoff entspricht $PE_{ax} = 1,94$. Für $PE_{ax} = 2$ „... verhält sich das Bett wie eine Kaskade aus idealen Rührkesseln. Die axiale Dispersion wird durch die Vermischung des Fluids in den Hohlräumen der Schüttung verursacht“ [86]. In [81] wird dargelegt, dass bei $PE_{ax} = 2$ die Lösungen eines eindimensionalen Zellenmodells und eines Dispersionsmodells zu den gleichen Ergebnissen für die Konzentrationsänderungen über der Zeit führen.

In der Reaktionstechnik wird bei der Modellentwicklung eines Reaktors zur Abschätzung des Strömungsverhaltens eines Fluids die Bodenstein-Zahl eingeführt. Für $Bo \rightarrow \infty$ kann bei der Fluidbewegung von der *Idealen Pfropfenströmung* ausgegangen werden. Die für den zu modellierenden Adsorber und die Betriebsbedingungen berechnete Bodenstein-Zahl beträgt ca. $Bo = 550$. Die Größe der berechneten Bodenstein-Zahl und die Tatsache, dass die berechnete „effektive“ Peclet-Zahl mit $PE_{ax} = 1,94$ nah an $PE_{ax} = 2$ ist, bildet die Grundlage der Modellierung der Gasbewegung als *Pfropfenstrommodell*.

Die dennoch vorhandenen axialen Dispersionseffekte reduzieren den Stofftransport zwischen Gas und Feststoff. Um diese Reduzierung in dem einfachen Modell der *Idealen Propfenströmung* für die Gasbewegung zu berücksichtigen, wird eine sogenannte *scheinbare Sh-Zahl* eingeführt. Für die in den experimentellen Untersuchungen vorhandenen Parameter reduziert sich die Sherwood-Zahl auf ca. 54 %.

Analog zur axialen Dispersion von Stoff wurden Betrachtungen für die axiale Dispersion von Wärme angestellt. *Tsotsas* [86] zeigt, dass die axiale Dispersion von Wärme nicht nur von der „effektiven“ Wärmeleitfähigkeit, sondern von 3 Summanden, A_1 , A_2 und A_3 , abhängt. Je nach Größe der Peclet-Zahl verändert sich die Wichtung des Einflusses dieser Summanden. In der Abbildung (3.3) ist die Abschätzung für das vorliegende Stoffsystem dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass bei den in den Versuchen realisierten Geschwindigkeiten (Arbeitsbereich) die Peclet-Zahlen zwischen $10 \leq Pe_0 \leq 40$ liegen. Damit liegen die realisierten Peclet-Zahlen gerade unterhalb bzw. im Bereich der ersten kritischen Peclet-Zahl. Ist Pe_0 deutlich kleiner als $Pe_{0,cr,1}$, sind keine nennenswerten Unterschiede zwischen der Feststoff- und Fluidtemperatur feststellbar. Im Bereich $Pe_0 > Pe_{0,cr,1}$ wird die axiale Dispersion von Wärme im Wesentlichen durch die Wärmeübertragung zwischen dem Adsorptiv und dem Adsorbens dominiert.

Die daraus resultierenden nicht vernachlässigbaren Temperaturunterschiede zwischen dem Adsorptiv und dem Adsorbens erzwingen die Anwendung eines *heterogenen Modells* bei der Bilanzierung der Phasen [86]. Diese Vorgehensweise wird für das Adsorbermodell realisiert. Um auch bei der energetischen Bilanzierung die Verringerung

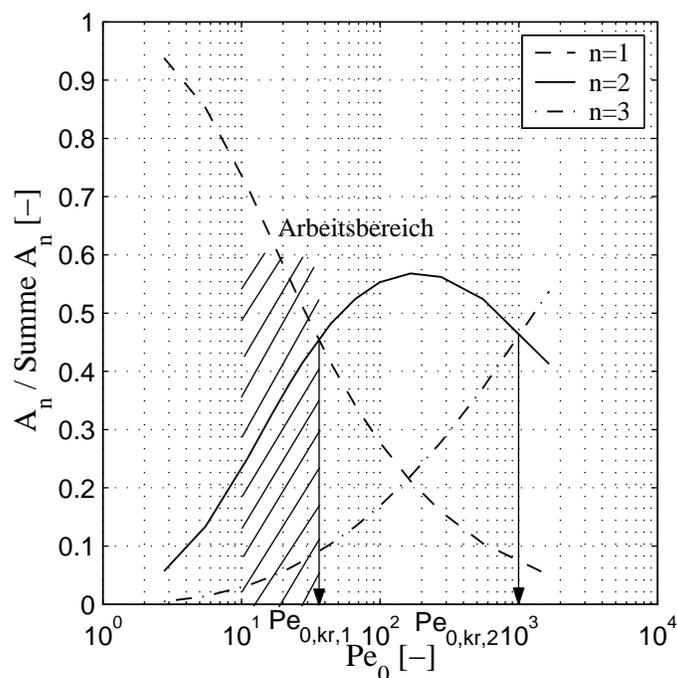


Abbildung 3.3: Relative Beiträge der axialen Wärmeübertragung A_1 , der Wärmeübertragung zwischen Gasgemisch und Feststoff A_2 und der interpartikulären Leitung A_3 an der gesamten axialen Dispersion von Wärme

der Nusselt-Zahl aufgrund der axialen Dispersion von Wärme zu berücksichtigen, wird auch hier mit der *scheinbaren Nu -Zahl* gearbeitet.

Die Berechnung der radialen Dispersion von Stoff nach [86] zeigt, dass sie nur ca. 25% der axialen Dispersion beträgt. Die Berechnung verdeutlicht, dass die im Adsorber vorliegende Peclet-Zahl mit $Pe_0 = \frac{w_0 d_p}{D} \simeq 14$ größer ist als die kritische Peclet-Zahl von $Pe_{0,kr} \simeq 2$. Damit wird die Stoffübertragung durch Quervermischungen und nicht durch molekulare Leitung oder Diffusion hervorgerufen. Im Rahmen des Modells wird aus Gründen der Vereinfachung die Annahme getroffen, dass die Quervermischung so groß ist, dass keine radialen Gradienten für Stoff und Wärme in der Gasphase auftreten.

Zusammenfassend werden bezüglich der Bewegung der Phasen folgende Annahmen getroffen:

- Ideale Pfropfenströmung des Gasgemisches,
- der betrachtete Transportmechanismus ist ausschließlich konvektiver Natur,
- die aufgrund von axialen Vermischungseffekten auftretenden Reduzierungen der *Nu -Zahl* und der *Sh -Zahl* werden über scheinbare *Nu -* und *Sh -Zahlen* berücksichtigt,
- es existieren keine radialen Gradienten für Stoff und Wärme und

- es treten im Festbettadsorber keine Partikeldurchmischungen auf, d. h., die Partikel werden als ortsfest betrachtet.

Neben den schon erwähnten Stoff- und Wärmeaustauschvorgängen zwischen der feuchten Luft, dem Adsorptiv, und den KC-Trockenperlen der Firma ENGELHARD, dem Adsorbens, kommt es zu weiteren Austauschvorgängen im Adsorber. Dazu zählen die Wärmeübergänge zwischen

- Luft und Apparatewand,
- Partikel und Apparatewand sowie
- Apparatewand und Umgebung.

Der Wärmeübergang zwischen den Partikeln und der Apparatewand wird vernachlässigt und apparateinnenseitig nur der Wärmeübergang Luft-Apparatewand berücksichtigt. Die Berechnung der Wärmeübergangskoeffizienten erfolgt nach [86]. Der Wärmeübergang an der Außenseite des Adsorbers kann als Wärmeübergang durch freie Konvektion an einem vertikalen Zylinder aufgefasst werden. Die Berechnung erfolgt auf Basis der Gleichungen des VDI-Wärmeatlas [46].

Auf die zugrunde gelegten Kinetiken wird im Abschnitt 3.2.3 detaillierter eingegangen. Der für die Kinetiken erforderliche gaseitige Stoff- und Wärmeübergangskoeffizient zwischen den beiden Phasen wird nach *Gnielinski* [23] und *Schlünder* [81] berechnet. Die Gleichungen zu den Berechnungen sind im Anhang C zusammengefasst.

Die Adsorption selber wird als Einkomponentenadsorption modelliert, da aus dem Gasgemisch von trockener Luft und Wasserdampf ausschließlich der Wasserdampf am Adsorbens adsorbiert werden wird. Die Charakterisierung des Adsorbens wiederum erfolgt sehr häufig über die Größen:

- äußere Adsorbensoberfläche,
- innere Adsorbensoberfläche und
- Adsorptionsgleichgewicht.

Das Adsorptionsgleichgewicht, d. h. seine Lage, hängt von der Stärke der Wechselwirkungen zwischen Adsorptiv und Adsorbens ab. Es lässt sich mit Hilfe der Temperatur, der Beladung des Adsorbens und der Konzentration des Adsorptivs beschreiben. Die häufigste Art der Beschreibung des Adsorptionsgleichgewichts erfolgt über Adsorptionsisothermen. Bei dieser Art der Darstellung wird die Adsorptivkonzentration über der Adsorbensbeladung für unterschiedliche Temperaturen aufgetragen. So kann für eine bestimmte Konzentration die Gleichgewichtsbeladung bei einer Temperatur ermittelt werden. Die Ermittlung solcher Isothermen erfolgt auf experimentellem Weg (siehe Abschnitt 2.4). Das Adsorptionsverhalten von unterschiedlichen Materialien lässt sich durch verschiedene Isothermentypen beschreiben. Dies wiederum führte zu dem Versuch einer

mathematischen Beschreibung solcher Verläufe. Diese Gleichungen sind empirisch ermittelt und beinhalten bestimmte theoretische Modellvorstellungen. Der Verlauf der Isothermen des im Adsorber verwendeten Adsorbens, KC-Trockenperlen, ist im Abschnitt 4.4 dargestellt, er entspricht dem Isothermentyp IV.

Die KC-Trockenperlen besitzen nahezu ideale Kugelform, so dass ihre äußere Oberfläche durch die Gleichung zur Berechnung einer Kugeloberfläche beschrieben werden kann. Als Durchmesser für die Berechnung der Oberfläche und als charakteristische Länge für die Umströmung wird der aus der Verteilung ermittelte Sauterdurchmesser verwendet. Er ist in der Tabelle 2.1 angegeben.

Wie bei den Annahmen für die Modellierung der Wirbelschichttrocknung wird auch für das Adsorbermodell davon ausgegangen, dass es keine Gradienten innerhalb der Adsorbenspartikel gibt. Weiterhin wird angenommen, dass in der Apparatewand des Adsorbers keine radialen und axialen Temperaturgradienten existieren.

3.2.2 Bilanzierung

Die Modellierung des Festbettadsorbers erfolgt mit einem heterogenen Modell. Mit diesem Modell werden die Temperatur- und Konzentrationsunterschiede zwischen dem Feststoff und dem Fluid erfasst. Unbekannte und damit zu ermittelnde Größen sind die orts- und zeitabhängigen Temperaturen des Feststoffs, des Fluids und der Wand sowie die Wasserkonzentrationen des Feststoffs und des Fluids. Für die Bilanzierung wird ein beliebiges differentielles Volumenelement des Adsorbers betrachtet (Abbildung 3.4). Die Bilanzierung der 5 unbekanntenen Größen wird im Folgenden dargelegt.

3.2.2.1 Massenbilanz der Luft / Adsorptiv

Beim Durchströmen der Luft durch den Adsorber kommt es zu einer Reduzierung des Wasserdampfanteils, da der Wasserdampf, das Adsorptiv, am Feststoff, dem Adsorbens, angelagert, adsorbiert wird. Dieser Vorgang ist in der beschriebenen Anlagenkonfiguration orts- und zeitabhängig. Die Massenbilanz der Luft lautet dementsprechend

$$\frac{\partial m_L}{\partial t} = -\frac{\partial \dot{m}_L}{\partial l} dl - d\dot{m}_W^{Ad}. \quad (3.28)$$

Da sich infolge der Adsorption ausschließlich der Wasserdampfanteil in der feuchten Luft ändert, reduziert sich die Bilanzgleichung auf die örtliche und zeitliche Änderung der Wasserdampfbeladung. Die Differentialgleichung lautet

$$\frac{\partial Y}{\partial t} = -\frac{\dot{m}_{tr,L}}{dm_{tr,L}} \frac{\partial Y}{\partial l} dl - \frac{d\dot{m}_W^{Ad}}{dm_{tr,L}}. \quad (3.29)$$

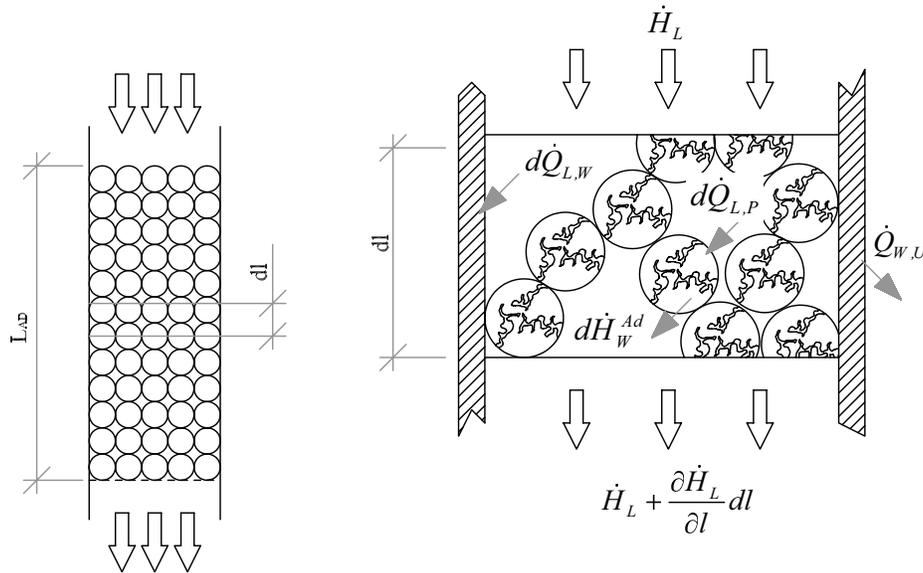


Abbildung 3.4: Differentielles Volumenelement des Adsorbers

3.2.2.2 Massenbilanz des Feststoffs / Adsorbens

Die Beladung der Adsorbenspartikel erhöht sich in dem Maß, wie die Luft ihre Wasserdampfmenge reduziert. Die sich zeitlich ändernde Beladung der Adsorbenspartikel in einem differentiellen Volumenelement des Adsorbers wird durch die Differentialgleichung (3.30) ausgedrückt:

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \frac{1}{dm_{tr.P}} dm_W^{Ad}. \quad (3.30)$$

3.2.2.3 Energiebilanz der Luft

Die Enthalpie der Luft wird sich infolge der adsorbierten Wassermenge und der Wärmeübergänge Luft-Feststoff sowie Luft-Wand ändern. Wie im Abschnitt 3.2.1 beschrieben, wird das Dispersionsverhalten der Luft vernachlässigt. Die Gleichung (3.31) beschreibt jenes zeitliche und örtliche Verhalten der Luftenthalpie

$$\frac{\partial H_L}{\partial t} = -\frac{\partial \dot{H}_L}{\partial l} dl - d\dot{Q}_{L,P} - d\dot{Q}_{L,W} - d\dot{H}_W^{Ad}. \quad (3.31)$$

Nach Einführung der Kinetiken und Beschreibung der Enthalpie mittels Temperatur und Beladung ergibt sich die Gleichung (3.32), welche die zeitliche und örtliche Änderung der Lufttemperatur bei der Durchströmung eines Adsorbers beschreibt:

$$\begin{aligned} \frac{\partial \vartheta_L}{\partial t} = & -\frac{\partial \vartheta_L}{\partial l} dl - \frac{1}{dm_{tr,L}(c_{P,L} + c_{P,D}Y)} \times \\ & \times [\alpha_{L,P}A_P(\vartheta_L - \vartheta_P) + \alpha_{L,W}A_W(\vartheta_{L,S} - \vartheta_W)] \frac{dl}{L_{Ad}}. \end{aligned} \quad (3.32)$$

3.2.2.4 Energiebilanz des Feststoffs / Adsorbens

Der energetische Zustand des Adsorbens wird zum Einen durch den Wärmeübergang Luft-Feststoff und zum Anderen durch die adsorbierte Wassermenge beeinflusst

$$\frac{\partial H_P}{\partial t} = d\dot{Q}_{L,P} + d\dot{H}_W^{Ad}. \quad (3.33)$$

Für die zeitliche und örtliche Änderung der Temperatur des Adsorbens kann die Gleichung (3.33) in Gleichung (3.34)

$$\begin{aligned} \frac{\partial \vartheta_P}{\partial t} = & \frac{1}{dm_{tr,P}(c_{tr,P} + c_{Eis}X)} [\alpha_{L,P}A_P(\bar{\vartheta}_L - \vartheta_P) \frac{dl}{L_{Ad}} + \\ & + d\dot{m}_W^{Ad}(c_{P,D}\vartheta_L + \Delta h_{Sub,0}) - \\ & - dm_{tr,P}(c_{Eis}\vartheta_P - \Delta h_{Schm} - \Delta h_{Sorp} - X \frac{d\Delta h_{Sorp}}{dX}) \frac{dX}{dt}] \end{aligned} \quad (3.34)$$

überführt werden.

3.2.2.5 Energiebilanz der Wand

Die Wandtemperatur wird laut Modellannahmen nur durch den inneren Wärmeübergang Luft-Wand und den äußeren Wärmeübergang Wand-Umgebung beeinflusst. Die zeitliche Änderung der Wandtemperatur ergibt sich aus

$$\frac{\partial \vartheta_W}{\partial t} = \frac{1}{m_W c_W} [\alpha_{L,W}A_W(\bar{\vartheta}_L - \vartheta_W) - \alpha_{W,U}A_W(\vartheta_W - \vartheta_U)]. \quad (3.35)$$

3.2.3 Kinetiken

3.2.3.1 Wärmeübergangskinetik

Im Adsorbermodell werden drei Wärmeübergangsmechanismen berücksichtigt. Dies sind die Wärmeübergänge:

- Luft-Adsorbens,
- Luft-Wand und

- Wand-Umgebung.

Die Beziehungen zur Berechnung der Wärmeübergänge basieren auf der schon bei der Modellierung des Wirbelschichttrockners verwendeten Kinetik (siehe Gleichung (3.19)). Die speziellen Wärmeübergangskoeffizienten sind dem Anhang C zu entnehmen. Bei der Wärmeübertragung wird den axialen Dispersionseffekten über eine Reduzierung der „tatsächlichen“ Nusselt-Zahl mittels einer „scheinbaren“ Nusselt-Zahl Rechnung getragen.

3.2.3.2 Stoffübertragungskinetik

Bei der Adsorption gibt es ähnlich der Trocknung unterschiedliche Transportwiderstände, die den Stoffübergang limitieren. Laut [81] sind der Stofftransport des Adsorptivs aus der Kernphase des Fluids an die Adsorbensoberfläche, die Diffusion von der Oberfläche in das Adsorbensinnere des porösen Materials und die Adsorption an einer der aktiven Stellen zu nennen. Der Stofftransport des Adsorptivs aus der Kernphase des Gases an die Partikeloberfläche wird im Wesentlichen durch den Konzentrationsunterschied, die Grenzfilmdicke und die äußere Oberfläche des Adsorbens limitiert. Die Grenzfilmdicke hängt von der Strömungsgeschwindigkeit des Gases ab. Grundsätzlich verbessert sich die Adsorption mit einer Verringerung der Adsorbenspartikelgröße, da die äußere Oberfläche vergrößert und die inneren Diffusionswege verringert werden. Dies muß durch den Anlagenbetreiber in der Regel mit einem erhöhten Druckverlust erkauft werden. Die dem Modell zugrunde gelegte Kinetik berücksichtigt nur den äußeren Stofftransport an die Partikeloberfläche und das Gleichgewicht mittels Adsorptionsisothermen. Die Kinetik hat die Form

$$\dot{m}_W^{Ad} = \beta_{L,P} A_P \rho_{tr,L} (Y - Y_{Gl}). \quad (3.36)$$

Bei der Berechnung des Stoffübergangskoeffizienten wird analog der Wärmeübertragung eine „scheinbare“ Sherwood-Zahl für die aufgrund von Dispersionseffekten auftretende Reduzierung des Stofftransports genutzt (siehe Anhang C).

3.3 Mathematische Lösung der Bilanzgleichungen

Sowohl das vorgestellte Wirbelschicht- als auch das Adsorbermodell führen zu einem gekoppelten Gleichungssystem aus gewöhnlichen und partiellen Differentialgleichungen 1. Ordnung. Aufgrund der Komplexität der Gleichungssysteme wurde eine numerische Lösung angestrebt. In beiden vorgestellten Modellen existieren zwei unabhängige Variablen, die Zeit t für die gewöhnlichen Differentialgleichungen und in den partiellen Differentialgleichungen zusätzlich die Ortskoordinaten z oder l . Die Lösung der gekoppelten Differentialgleichungssysteme basiert auf der Diskretisierung der kontinuierlichen Lösungsgebiete Höhe im Wirbelschichtmodell und Länge im Adsorbermodell durch das Einführen von sogenannten Stützstellen. Die Diskretisierung erfolgt mit Hilfe eines Differenzenverfahrens. Hierbei werden die Differentialquotienten wie z. B. in Gleichung (3.37) für die Lufttemperatur

$$\frac{\partial \vartheta_L}{\partial z} = \frac{\vartheta_z - \vartheta_{z-\Delta z}}{\Delta z} \quad (3.37)$$

durch den hinteren Differenzenquotienten ausgedrückt. Die Diskretisierung überführt eine partielle Differentialgleichung so in n gekoppelte gewöhnliche Differentialgleichungen. Die verbleibende unabhängige Variable ist die Zeit. Die Randbedingungen am Eintritt und Austritt werden über modifizierte Gleichungen im Gleichungssystem eingeführt. Somit vereinfacht sich das System und aus einem Anfangs- und Randwertproblem wird ein reines Anfangswertproblem.

Zur Lösung der Bilanzgleichungen wurde die Software *MATLAB* verwendet, da in ihr bereits numerische Löser als Funktionen hinterlegt sind. Als Löser für die dargestellten Modelle wurde der Löser *ode15s* verwendet. In diesem numerischen Werkzeug ist ein Runge-Kutta-Verfahren mit einem BDF-Verfahren (BDF = Backward Difference Formula) gekoppelt. Dieser numerische Löser gehört zu den impliziten numerischen Verfahren, welche sich durch Robustheit und im Vergleich zu den expliziten Verfahren durch größere Schrittweiten auszeichnen.

Im Rahmen dieser Arbeit sind so

- zwei Trocknungsprogramme
 - zum erweiterten Wirbelschichtgefriertrocknungsmodell auf Basis des Modells von *Burgschweiger*
 - zum erweiterten Wirbelschichtgefriertrocknungsmodell auf Basis des Modells von *Heinrich* und *Machnow*
- und drei Adsorberprogramme
 - für konstante Lufteintrittsgrößen
 - für variable Lufteintrittsgrößen

– für die Regeneration

entstanden. Die prinzipiellen Strukturen der Programme sind identisch. Vor dem Aufrufen des numerischen Löser werden Eingabewerte und Konstanten in Funktionen festgelegt und im Hauptprogramm ausgelesen. Aus den Eingabedaten werden die Start- und Randbedingungen im Hauptprogramm generiert und neben dem eigentlichen Differentialgleichungssystem an den numerischen Löser übergeben. Die in der Funktion des Differentialgleichungssystems befindlichen Stoffwerte und Korrelationen für Wärme- und Stoffübergänge werden zu jedem Zeitschritt neu berechnet. Die Gleichungen der Stoffwerte befinden sich im Anhang A und die der Wärme- und Stoffübergänge im Anhang C.

Kapitel 4

Ergebnisse und Diskussion

Die Trocknung fluidisierfähiger Produkte in Wirbelschichten bei positiven Temperaturen ist ein bekanntes und industriell weit verbreitetes Verfahren. Die Wirbelschichtgefriertrocknung mit im Kreislauf geführter Fluidisierungsluft und einem im Kreislauf befindlichen Adsorber zur Entfeuchtung der Luft ist Gegenstand der hier vorgestellten experimentellen Untersuchungen. Das Ziel der experimentellen Arbeiten ist der Nachweis der Realisierbarkeit dieses Verfahrens und die Herausstellung der Einflüsse an realen Wirbelschichttrocknern variierbarer Betriebsparameter. Zu diesen Parametern zählen

- die Schichtmasse,
- die Lufteintrittstemperatur,
- der Luftdurchsatz bzw. die Gasgeschwindigkeit und
- die Produktgröße.

Neben der Variation dieser Größen wurde zusätzlich der Anspruch erhoben, nicht ausschließlich die experimentellen Ergebnisse anhand einer Modellsubstanz zu gewinnen, sondern auch das Gefriertrocknungsverhalten realer biologischer Produkte zu untersuchen. So wurden im Rahmen dieser Arbeit zusätzlich zur Modellsubstanz experimentelle Untersuchungen mit 3 biologischen Produkten durchgeführt.

4.1 Versuche mit der Modellsubstanz

Wie schon im Abschnitt 2.2.1 erwähnt, ist die Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$. Im Folgenden sind sämtliche Versuche mit der Modellsubstanz in tabellarischer Form zusammengestellt (Tabelle 4.1).

4.1.1 Verhalten bei der Wirbelschichtgefriertrocknung

Das generelle Verhalten bei der Sublimationstrocknung in Wirbelschichten wird anhand des Versuchs *VG1* näher erläutert. Die Parameter dieses Versuchs sind der Tabelle 4.1 zu

Tabelle 4.1: Zusammenstellung der durchgeführten Versuche mit $\gamma - Al_2O_3$

Nr.	T_{LE} [° C]	T_U [° C]	\dot{m}_L [kg/s]	X_P [kg/kg]	m_P [g]
VG1	-6,0	-15	0,03	0,516	450
VG2	-6,1	-15	0,03	0,512	450
VG3	-6,1	-15	0,03	0,516	225
VG4	-6,1	-15	0,03	0,503	225
VG5	-6,1	-15	0,03	0,547	600
VG6	-6,2	-15	0,045	0,566	450
VG7	-0,2	-15	0,03	0,538	450
VG8	-4,3	-15	0,03	0,528	450
VG9	-5,5	-15	0,045	0,545	450
VG10	-6,3	-15	0,02	0,545	450
VG11	-6,1	-15	0,03	0,545	450
VG12	-6,2	-15	0,03	0,544	600

entnehmen. Nach der Einfüllung des Trocknungsgutes in die temperierte Wirbelschichtkammer beginnt die Fluidisation und die Trocknung. Die Temperatur der Luft oberhalb der Wirbelschicht sinkt in dem vorliegenden Fall schlagartig unter den Wert der nahezu konstanten Temperatur im ersten Trocknungsabschnitt. Der Grund für dieses Verhalten ist die geringe Befülltemperatur des Trocknungsgutes von $\vartheta_{P,0} \simeq -13$ °C. Die verhältnismäßig geringe Wärmekapazität, hervorgerufen durch die geringe Schichtmasse von $m_{W,S,0} = 450$ g, ermöglicht eine schnelle Aufheizung und damit den sofortigen Wiederanstieg der Lufttemperatur am Austritt der Wirbelschicht auf die Temperatur im ersten Trocknungsabschnitt. Ein nahezu konstanter sublimierter Wasserdampfstrom im ersten Trocknungsabschnitt führt zu der zu beobachtenden konstanten Luftaustrittstemperatur über der Wirbelschicht.

Die Abbildung 4.1 mit der Messung der relativen Luftfeuchte oberhalb der Wirbelschicht zeigt, dass die Luft dort ungesättigt vorliegt. Der Grund einer nur 75 %-igen relativen Feuchte kann mit der Blasenbildung und dem damit verbundenen Bypassstrom an Luft in der Schicht begründet werden. Die Messwerte oberhalb der Wirbelschicht sind Mischtemperaturen und -feuchten aus dem Teil der Luft, welcher direkt mit dem Trocknungsgut in Kontakt war, und jenem Teil, welcher weniger stark Kontakt zum Trocknungsgut hatte. Nur wenn der Bypassanteil sehr gering ist oder aber die Blasen im starken Stoff- und Wärmeaustausch mit dem Rest der Wirbelschicht stehen, kann die Austrittstemperatur als Trocknungsgut- oder Produkttemperatur angenommen werden.

Die Versuchsergebnisse in den Abbildungen 4.1 lassen analog zu den Ergebnissen von [60] mit diesem Trocknungsgut bei höheren Temperaturen eindeutig einen ersten und einen zweiten Trocknungsabschnitt erkennen. Im ersten Trocknungsabschnitt wird davon ausgegangen, dass die Trocknung ausschließlich gaseitig limitiert ist. Die Gutsei-

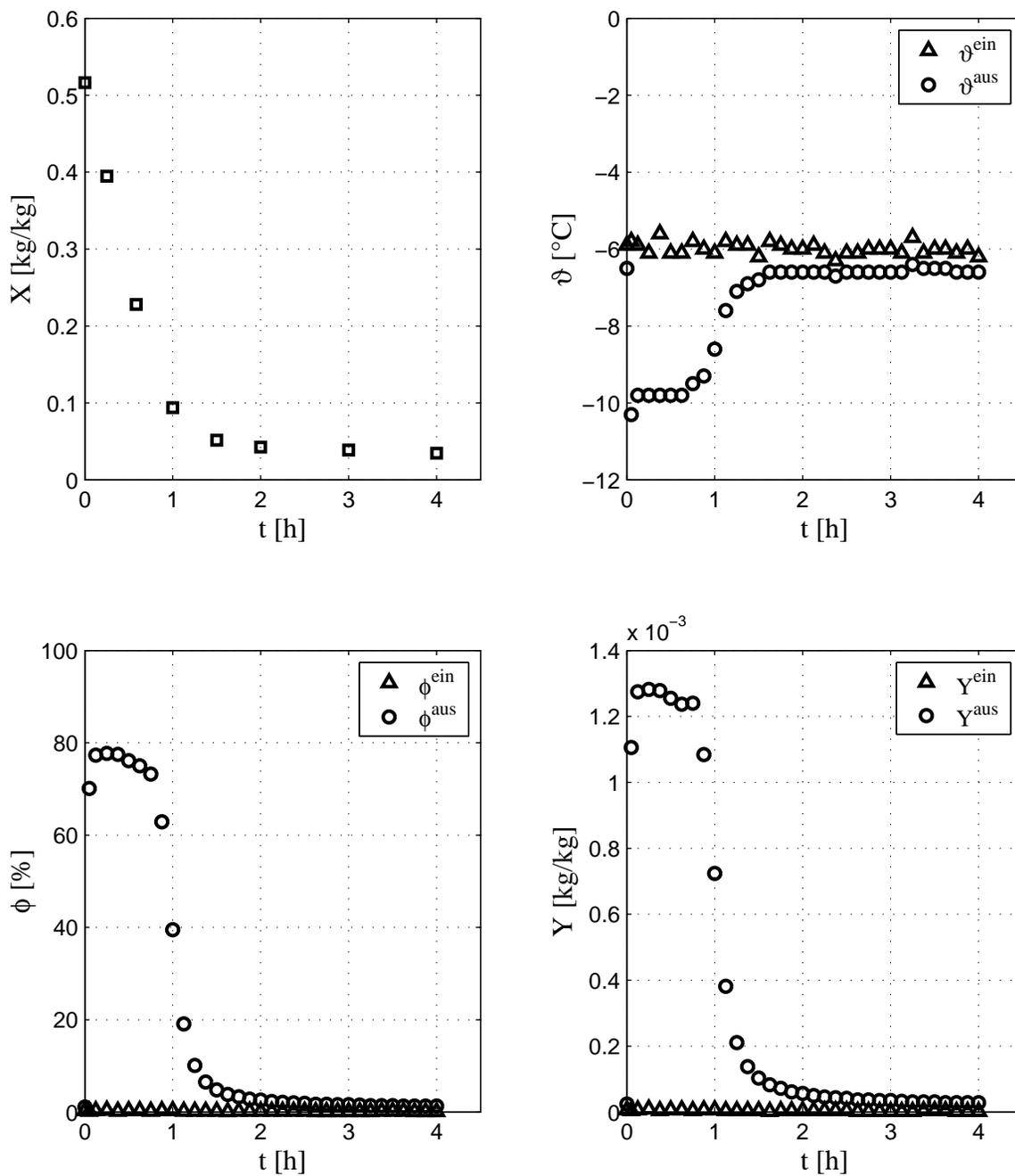


Abbildung 4.1: Experimentelle Ergebnisse des Versuches *VG1* - Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit $\Delta X_{\text{max}} = \pm 0,01 \text{ kg/kg}$), Änderung der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

enschaften spielen hier nur insofern eine Rolle, da sie die Lage des Gleichgewichtes an der Oberfläche beeinflussen (Sorptionisothermen). Der erste Trocknungsabschnitt endet mit Erreichen der kritischen Gutsfeuchte. Ab diesem Punkt ist eine merkliche Minderung der Trocknungsgeschwindigkeit feststellbar. Grafisch wird dies in der Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit durch einen sich ständig verringernden Anstieg (Trocknungsgeschwindigkeit) $\frac{dX}{dt}$ deutlich.

Die Abnahme der Trocknungsgeschwindigkeit im zweiten Trocknungsabschnitt wird laut [24] mit der Phasenumwandlung im Gutsinneren und den zusätzlichen Transportwiderständen begründet. Die infolge der zusätzlichen Transportwiderstände abnehmende sublimierte Wassermenge lässt die Produkttemperatur und damit auch die Fluidisierungslufttemperatur im zweiten Trocknungsabschnitt stetig ansteigen und die relative Luftfeuchte oberhalb der Wirbelschicht sinken. Bei hygroskopischen Trocknungsgütern, wie $\gamma - Al_2O_3$, stellt sich am Ende der Trocknung die hygroskopische Gleichgewichtsfeuchte ein. Diese ist erreicht, wenn der Dampfdruck direkt über der Verdunstungsstelle jenem der überströmenden Luft entspricht. Nach Beendigung der Trocknung ist die Lufttemperatur oberhalb der Schicht ungefähr gleich der unterhalb des Anströmbodens. Eine auftretende Differenz kommt durch Wärmeverluste über die Apparatewand zu Stande.

Da der Trocknungsverlauf des Produktes mittels Probeentnahme aus der Schicht und Trockenschrankmethode ermittelt und zudem die Luftfeuchte und die Lufttemperatur parallel im Prozess mit Hilfe eines kombinierten Temperatur- und Feuchtefühlers gemessen wurde, stellt sich die Frage, inwiefern die durch zwei unterschiedliche Methoden gemessenen sublimierten Wassermengen übereinstimmen. Der Vergleich erfolgt an dieser Stelle über die aus den Messkurven berechneten absoluten Wassermengen. Die gesamte sublimierte Wassermenge lässt sich aus dem Trocknungsverlauf der Schicht mit der Gleichung

$$m_{W,TK} = \frac{m_{WS,t=0}}{X_{t=0} + 1} \int_{t=0}^{t_{Ende}} \frac{dX}{dt} dt \quad (4.1)$$

berechnen. Die so für den Versuch *VG1* ermittelte sublimierte Wassermenge beträgt $m_{W,TK} = 143 \text{ g}$. Aus den gemessenen relativen Luftfeuchten und Lufttemperaturen am Ein- und Austritt der Wirbelschicht sowie dem gemessenen Luftdurchsatz kann nach Umrechnung in die absolute Luftfeuchte die sublimierte Wassermenge mit der Gleichung

$$m_{W,\varphi} = \dot{m}_{tr,L} \int_{t=0}^{t_{Ende}} Y(t) dt \quad (4.2)$$

ermittelt werden. Die sublimierte Wassermenge, welche aus dem Verhalten der relativen Luftfeuchte und Lufttemperatur berechnet wurde, beträgt $m_{W,\varphi} = 147 \text{ g}$. Der prozentuale Unterschied beider Methoden bezogen auf die mit der Trockenschrankmethode ermittelte Menge beträgt 2,8 %. Aufgrund der guten Übereinstimmung in der Gesamtmassenbilanz kann vermutet werden, dass die Berechnung der Trocknungskurve aus der

gemessenen Luftfeuchte und -temperatur möglich ist. Die Umrechnung erfolgt mit der Gleichung

$$X\langle t \rangle = \frac{m_{WS,t=0} - \dot{m}_{tr,L} \int_{t=0}^t Y\langle t \rangle dt}{m_{tr,WS}} - 1. \quad (4.3)$$

Die Abbildung 4.2 stellt den mittels Probenahme und Trockenschrankmethode gemessenen Trocknungsverlauf der Schicht mit dem aus der Luftfeuchtemessung am Austritt berechneten gegenüber. Der Vergleich bestätigt die Möglichkeit der Berechnung eines Trocknungsverlaufs einer Schicht aus der Luftfeuchte- und Lufttemperaturmessung im Prozess.

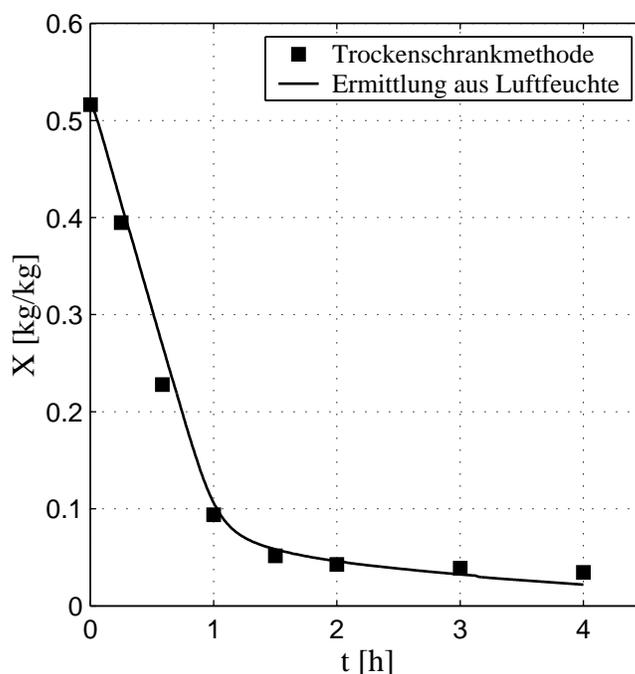


Abbildung 4.2: Vergleichsdarstellung der experimentell ermittelte und aus der Luftfeuchtemessung berechnete Trocknungskurve des Versuches VG1.

4.1.2 Variation der Versuchsdurchführung

In [60] wurde eine Vorgehensweise der Versuchsdurchführung gewählt, bei der 23 Einzelversuche mit unterschiedlichen Versuchszeiten zur Ermittlung einer Trocknungskurve dienten. Die dabei entstehenden, sich überlappenden Daten wurden gemittelt und am Ende zu einer Kurve zusammengeführt. Die Gesamttrocknungszeit betrug bei Schichtmassen von $m_{WS,0} = 400 \text{ g}$ und einer Anfangsbeladung von $X = 0,5 \text{ g/g}$ ca. 300 s. Bei nahezu identischen Schichtparametern beträgt die Trocknungszeit bei der Wirbelschichtgefriertrocknung 4 h. Aufgrund des hohen zeitlichen Aufwandes besteht das Ziel

dieser experimentellen Arbeiten in der Untersuchung des Einflusses der infolge mehrmaliger Probeentnahmen während der Trocknung verringerten Schichtmasse auf das Trocknungsverhalten. Durch eine entsprechend veränderte und vereinfachte Versuchsdurchführung wurde eine Reduzierung der Versuchsdauer angestrebt.

Diese Untersuchungen wurden anhand zweier unterschiedlicher Schichtmassen von $m_{WS,0} = 225 \text{ g}$ mit den Versuchsnummern $VG3$ und $VG4$ sowie $m_{WS,0} = 450 \text{ g}$ mit den Versuchsnummern $VG1$ und $VG2$ realisiert. Die wesentlichen Versuchsparameter sind in der Tabelle 4.1 zusammengefasst. Die anschließenden Erläuterungen konzentrieren sich vorerst auf die Schichtmasse von $m_{WS,0} = 450 \text{ g}$ (Versuchsnummern $VG1$ und $VG2$). Der Versuch $VG1$ wurde in der Weise durchgeführt, dass aus der Ausgangsschicht turnusmäßig Proben entnommen wurden (vereinfachte Versuchsdurchführung). Die Versuchsdauer betrug 4 h . Der Schicht wurden während des Versuchs 8 Proben mit einer Gesamtmasse von $33,4 \text{ g}$ entnommen. Bei einer Schichtmassenentnahme ist damit zu rechnen, dass die Trocknungsgeschwindigkeit aufgrund geringerer zu trocknender Wassermengen (Eismengen) steigt. Ist dies der Fall, so müssen sichtbare Unterschiede der Trocknungsgeschwindigkeit des Versuchs $VG1$ im Vergleich zum Versuch $VG2$ auftreten. Bei dem Versuch $VG2$ wurden 8 identische Proben (Anfangsschichtmassen) vorbereitet und eine definierte Zeit getrocknet (vgl. *Machnow* [60]). Die Trocknungskurve dieses Versuchs besteht somit aus 8 Einzelversuchen, bei denen die Verweilzeit der kompletten Charge variierte. Die vergleichende Darstellung der Trocknungskurven in Abbildung 4.3 zeigt, dass die Trocknungsverläufe identisch sind. Die der Schicht während des Trocknungsversuches entnommenen Probemengen waren somit vernachlässigbar gering. Auch die Darstellungen der relativen Feuchten und der Temperaturen der Luft oberhalb der Wirbelschicht beider Versuche zeigen gute Übereinstimmungen.

Da innerhalb der Arbeit auch Versuche mit geringeren Schichtmassen von 225 g (Versuche $VG3$ und $VG4$) durchgeführt wurden, ist auch bei dieser Masse der Einfluss der Probeentnahme zu überprüfen. Es muss auch hier sichergestellt sein, dass durch die gewählte vereinfachte Probeentnahme ohne Versuchsunterbrechung keine wesentlichen experimentellen Fehler begangen wurden. Die Ergebnisse der Versuche $VG3$ und $VG4$ in der Abbildung 4.4 verdeutlichen hier beispielhaft, dass keine nennenswerten Abweichungen zwischen beiden Vorgehensweisen vorliegen. Während $VG3$ den Versuch mit Massenreduzierung durch Probeentnahme darstellt, wurde bei dem Versuch $VG4$ wieder auf die Vorgehensweise von *Machnow* [60] zurückgegriffen.

Zusammenfassend wird festgestellt, dass die zur Probenanalyse der Schicht entnommenen geringen Mengen keinen messbaren Einfluss auf die gewonnenen Ergebnisse haben. Dem entsprechend wurde diese Vorgehensweise für alle weiteren Versuche gewählt.

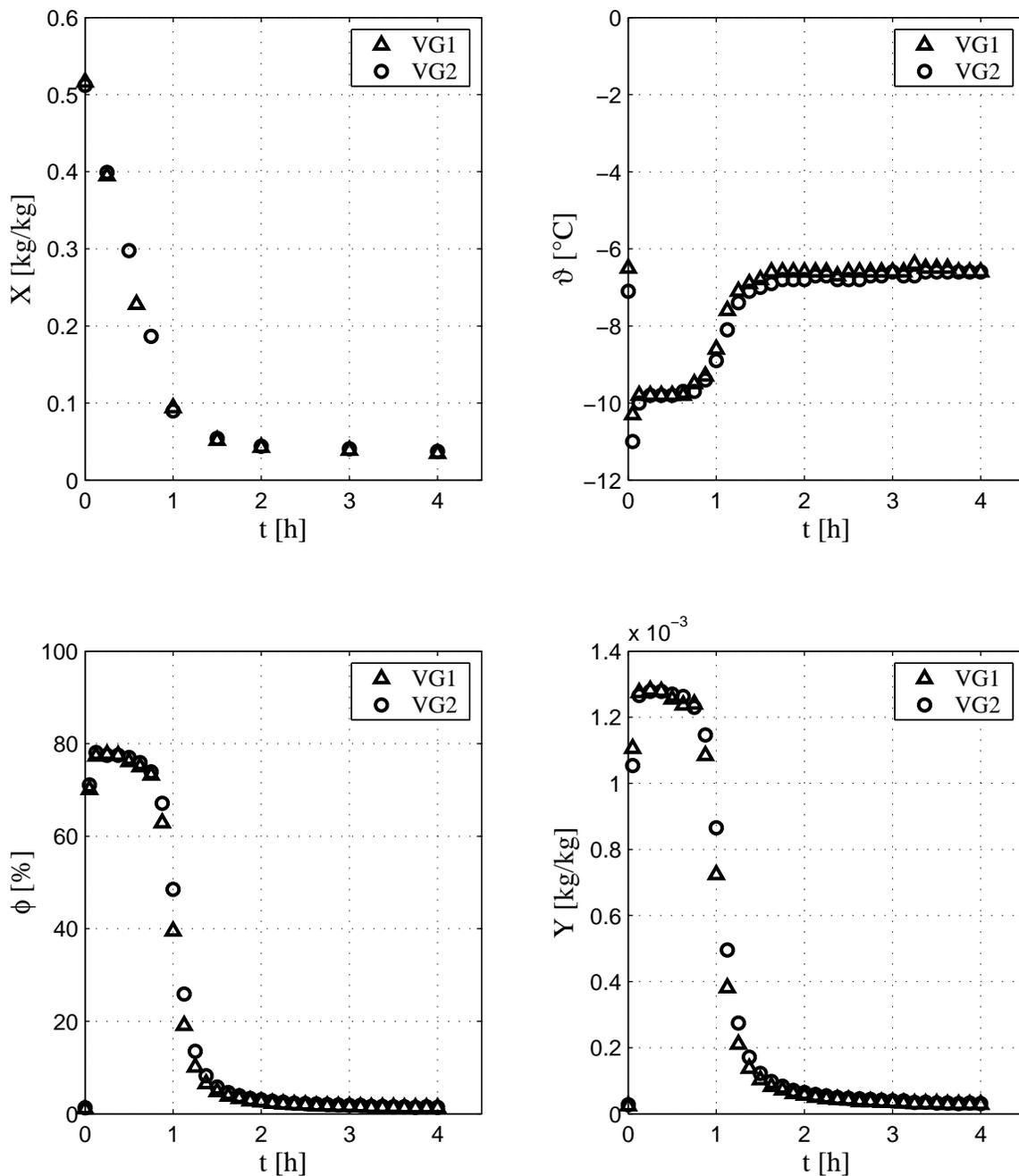


Abbildung 4.3: Vergleichsdarstellung der Ergebnisse der Versuche *VG1* und *VG2* - Änderung der Gutsbeladung, der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

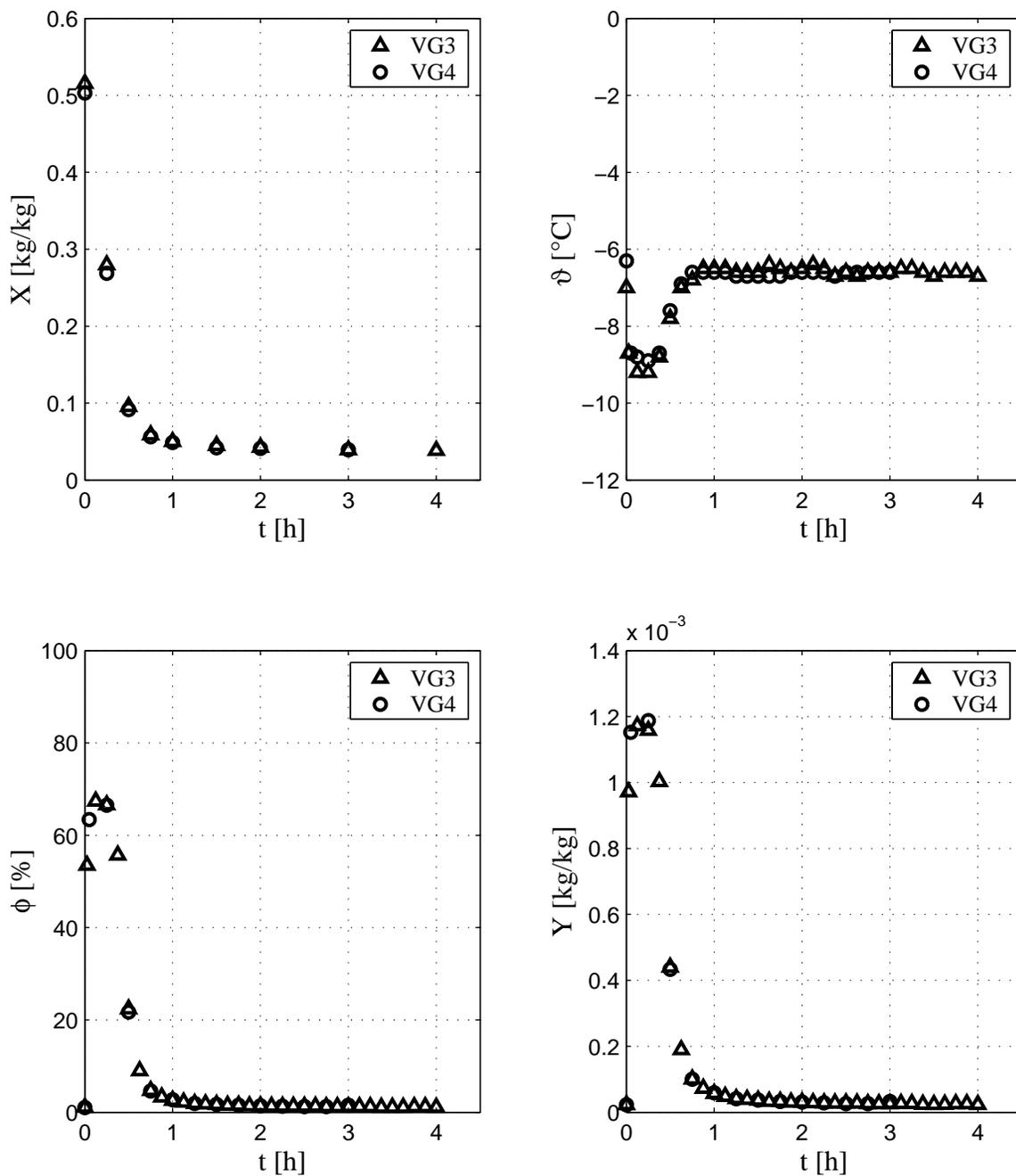


Abbildung 4.4: Vergleichsdarstellung der Ergebnisse der Versuche *VG3* und *VG4* - Änderung der Gutsbeladung, der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

4.1.3 Variation der Schichtmasse

Im industriellen Maßstab steht häufig die Aufgabe, unterschiedliche Chargenmengen in einer Wirbelschichtapparatur zu trocknen. Das Ziel dieser experimentellen Untersuchungen ist es, den Einfluss der Trocknungszeit in Abhängigkeit der Chargenmengen zu verdeutlichen. Aus diesem Grund wurden 3 Versuche,

- *VG3*: Schichtmasse $m_{WS,0} = 225 \text{ g}$,
- *VG1*: Schichtmasse $m_{WS,0} = 450 \text{ g}$ und
- *VG12*: Schichtmasse $m_{WS,0} = 600 \text{ g}$

miteinander verglichen. Weitere Parameter zu diesen Versuchen sind in der Tabelle 4.1 zusammengestellt.

Die Ergebnisse - Abbildung 4.5 - zeigen, dass mit zunehmender Schichtmasse die Trocknungszeit ansteigt. Die Zunahme der Trocknungszeit ist mit der aufgrund größerer Schichtmasse zunehmenden zu sublimierenden Wassermenge begründbar.

Anhand der Änderungen der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und Beladung oberhalb der Wirbelschicht wird sehr gut der verlängerte erste Trocknungsabschnitt bei höherer Schichtmasse sichtbar. Der mit dem Produkt im Stoff- und Wärmeaustausch stehende Teil der Fluidisierungsluft verlässt bei höherer Schichtmasse eine längere Zeit die Wirbelschicht im gesättigten Zustand, was letztendlich zur Verlängerung der Gesamttrocknungszeit führt. Bei dem Versuch mit der kleinsten Schichtmasse ist eine höhere Temperatur und eine geringere relative Feuchte oberhalb der Wirbelschicht zu erkennen. Es wird vermutet, dass das Fluidisationsverhalten der geringen Schichtmasse von dem der anderen beiden abweicht und zu einem höheren Blasen- und damit Bypassanteil führt, durch den die gemessenen Werte in Richtung der Eintrittswerte manipuliert werden.

Die in dem Fall größerer Schichtmassen und damit größerer Anzahl an Stoffübertragungseinheiten

$$NTU = \frac{\beta_{L,P} A_{P,ges}}{\dot{V}_L} \quad (4.4)$$

limitierende Größe der Trocknung ist die Aufnahmekapazität der Luft. Da die Luft in dem untersuchten Verfahren nahezu absolut entfeuchtet in die Wirbelschicht eintritt, kann eine Kapazitätserhöhung nur durch einen erhöhten Fluidisierungsluftdurchsatz erreicht werden.

Stellt sich beispielsweise die Aufgabe, die Schichtmasse des Versuchs *VG12* mit $m_{WS,0} = 600 \text{ g}$ in der gleichen Zeit wie die Schichtmasse des Versuchs *VG1* mit $m_{WS,0} = 450 \text{ g}$ zu trocknen, kann bei identischen Produkteigenschaften der Luftbedarf mit der Gleichung

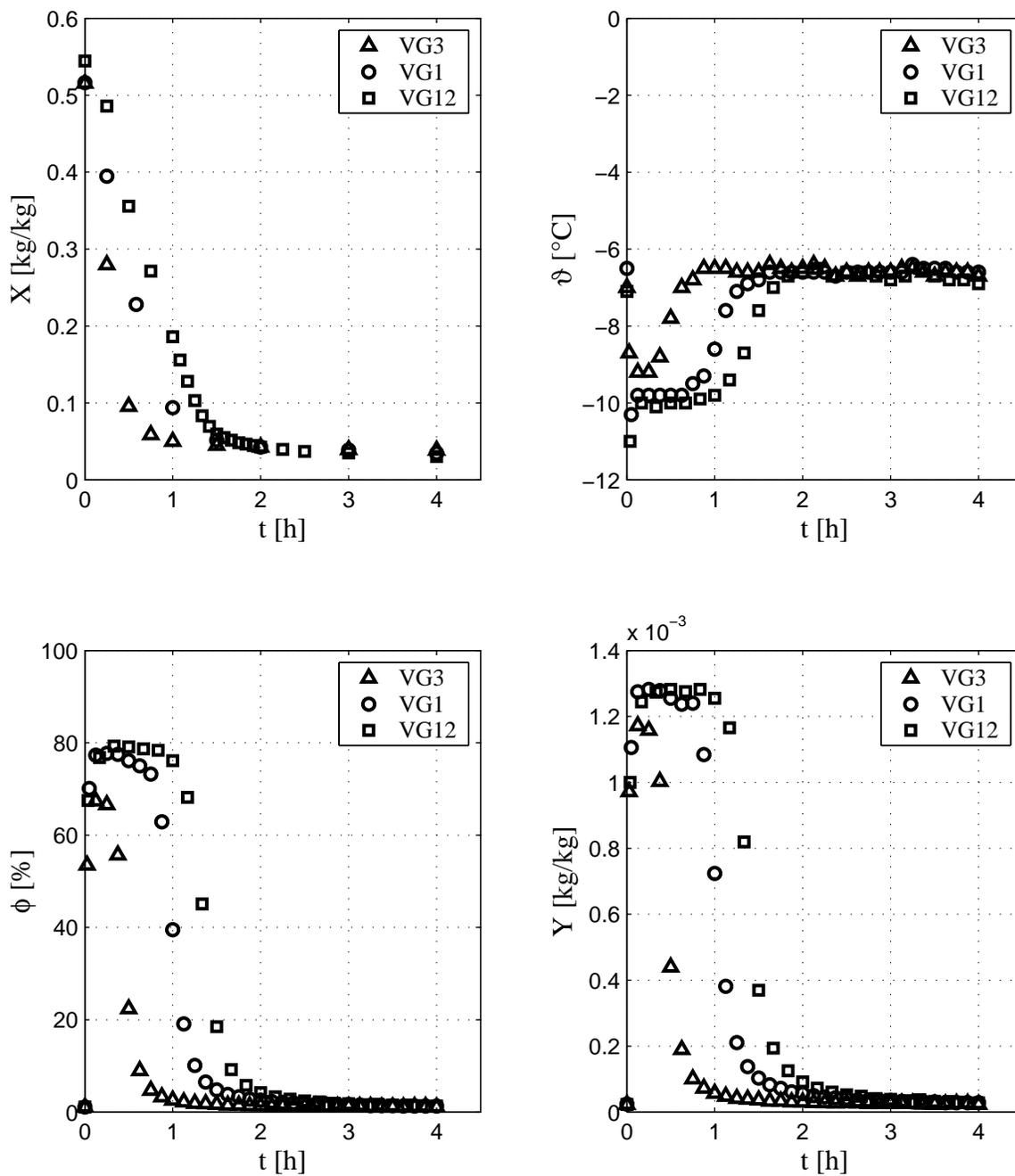


Abbildung 4.5: Vergleichsdarstellung der Ergebnisse der Versuche $VG3$ ($m_{WS,0} = 225$ g), $VG1$ ($m_{WS,0} = 450$ g), $VG12$ ($m_{WS,0} = 600$ g) - Änderung der Gutsbeladung, der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

$$\dot{V}_{L,VG12}^{neu} = \dot{V}_{L,VG1} \frac{m_{WS,0,VG12}}{m_{WS,0,VG1}} = 1.3 \times \dot{V}_{L,VG1} = 1.3 \times \dot{V}_{L,VG12} \quad (4.5)$$

abgeschätzt werden. Diese Beziehung ergibt sich aus

$$NTU_{VG12} = NTU_{VG1}, \quad (4.6)$$

$$\dot{V}_{L,VG12}^{neu} = \dot{V}_{L,VG1} \frac{A_{P,ges,VG12}}{A_{P,ges,VG1}} = \dot{V}_{L,VG1} \frac{n_{VG12} A_{EK}}{n_{VG1} A_{EK}} \quad (4.7)$$

mit

$$n = \frac{m_{WS}}{m_{EK}}. \quad (4.8)$$

An dieser Stelle werden zum Beweis der angestellten Behauptung die gewonnenen Messergebnisse des Versuchs *VG1* (Schichtmasse 450 g) mit den Berechnungsergebnissen des im Kapitel 3.1 erläuterten Trocknungsmodells und den Parametern des Versuchs *VG12* (Schichtmasse 600 g) mit dem um den Faktor 1.3 erhöhten Luftbedarf gegenübergestellt. Der Vergleich (Abbildung 4.6) zeigt, dass durch den erhöhten Luftdurchsatz die größere Schichtmasse des Versuchs *VG12* in der gleichen Zeit und mit identischen zeitlichen Verläufen wie beim Versuch *VG1* getrocknet werden kann. Die Luftmenge ist somit die limitierende Größe für die Trocknungszeit. Geringe Abweichungen bei der Gutsbeladung sind durch die geringen Unterschiede in den Anfangsbeladungen beider Versuche begründet.

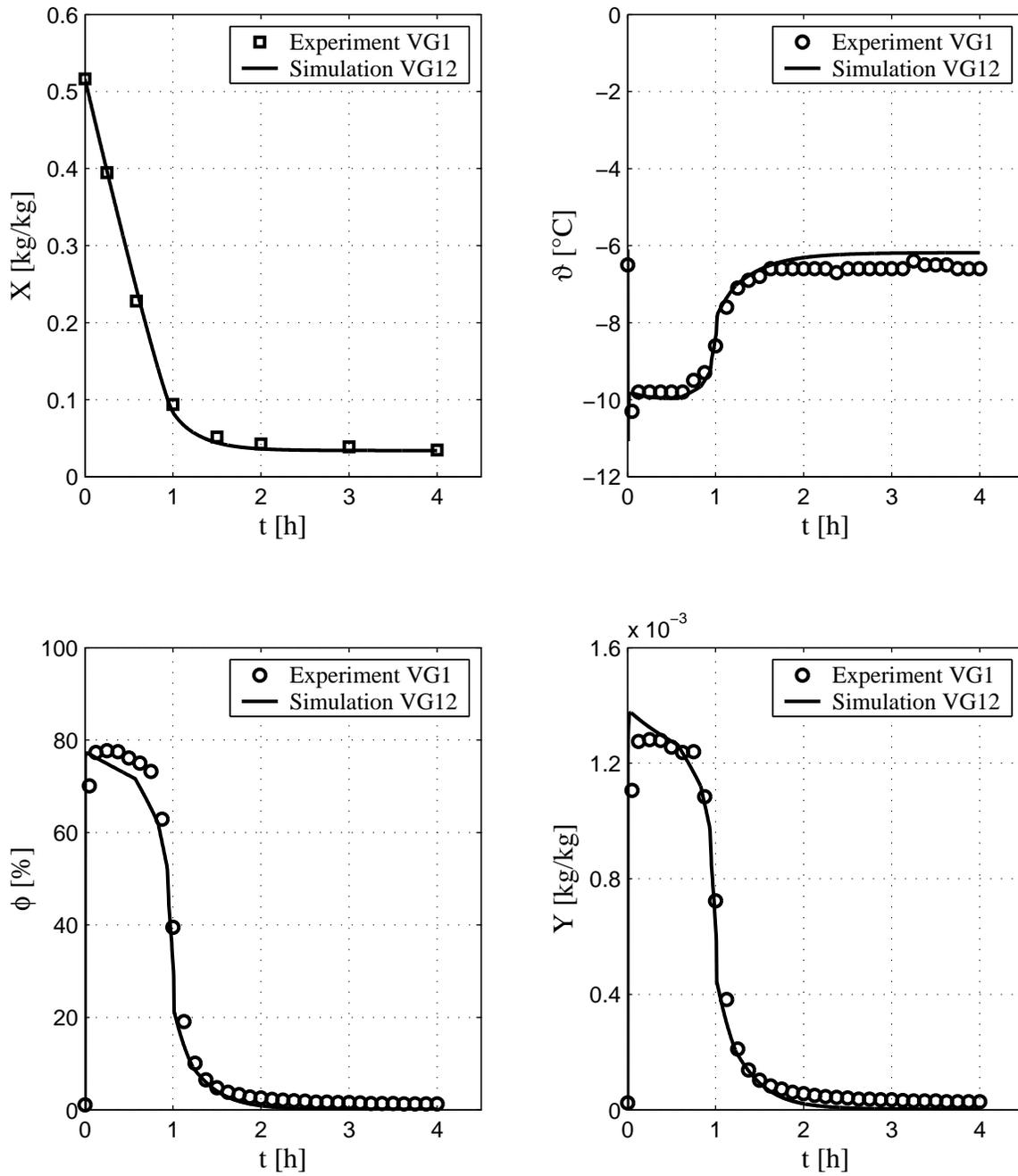


Abbildung 4.6: Vergleich der Versuchsergebnisse des Versuchs *VG1* mit der Simulation für die Parameter des Versuchs *VG12* und erhöhtem Luftdurchsatz.

4.1.4 Variation der Lufteintrittstemperatur

Ziel der experimentellen Untersuchungen ist es, den Einfluss veränderter Temperaturen auf die Trocknungsgeschwindigkeit herauszustellen. Dafür wurden bei den Versuchen *VG7*, *VG8* und *VG11* sämtliche Parameter bis auf die Temperatur der Luft am Eintritt konstant gehalten. Die Lufteintrittstemperaturen der einzelnen Versuche betragen bei

- *VG7*: Temperatur $\vartheta_L = -0,2 \text{ }^\circ\text{C}$,
- *VG8*: Temperatur $\vartheta_L = -4,3 \text{ }^\circ\text{C}$ und
- *VG11*: Temperatur $\vartheta_L = -6,1 \text{ }^\circ\text{C}$.

Weitere Parameter der Versuche sind der Tabelle 4.1 zu entnehmen.

Die Ergebnisse in der Abbildung 4.9 zeigen analog der Wirbelschichttrocknung bei positiven Temperaturen, dass eine höhere Lufteintrittstemperatur zu einer Verkürzung der Trockenzeit führt. Bemerkenswert ist die nicht zu vernachlässigende Trockenzeitverkürzung bei einer Temperaturänderung von $-6,1 \text{ }^\circ\text{C}$ auf $-0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ um nur ca. 6 K. Die Abbildung 4.9 verdeutlicht, dass der wesentliche Effekt der Trockenzeitverringerung mit der Lufteintrittstemperaturerhöhung im ersten Trocknungsabschnitt zu finden ist. Der Grund dafür ist zum Einen, dass aus einer höheren Eintrittstemperatur eine erhöhte Produkttemperatur in der Wirbelschicht folgt. Diese höhere Temperatur führt zu einem erhöhten Satttdampfdruck an der Sublimationsoberfläche (Phasengrenze), wodurch gegenüber einer niedrigeren Temperatur bei einer identischen Gutsbeladung die Luft eine erhöhte Menge an Wasserdampf aufnimmt, die Beladung damit an der Phasengrenze größer ist und daraus eine verbesserte Triebkraft für die Trocknung resultiert. Die Abbildung 4.7 verdeutlicht die Temperaturabhängigkeit des Sublimationsdruckes nach [3]

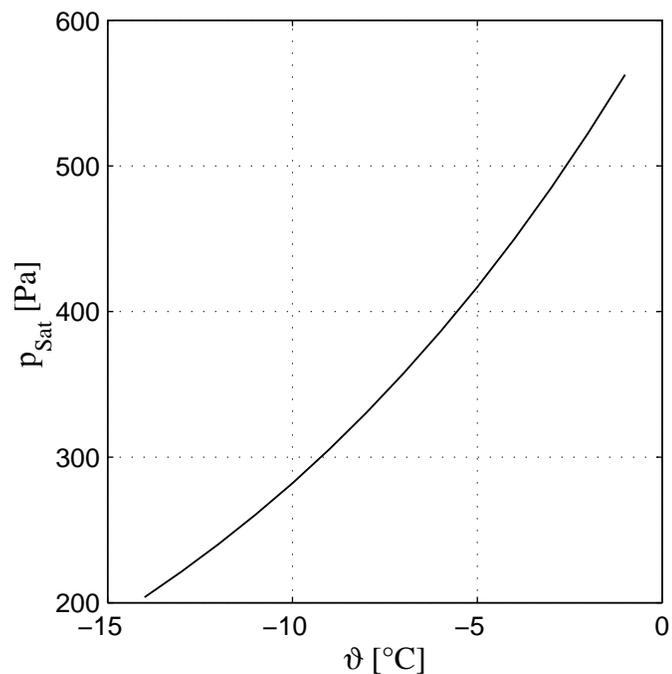


Abbildung 4.7: Abhängigkeit des Satttdampfdrucks von der Temperatur.

$$p_{\text{Sat}} = 611,657 \cdot \exp \left[22,509 \left(1 - \frac{273,16}{273,15 + \vartheta} \right) \right]. \quad (4.9)$$

Ein zweiter positiver Effekt, der mit einer höheren Lufteintrittstemperatur bzgl. der Triebkraft verbunden ist, folgt zum anderen aus dem Adsorptionsverhalten bei unterschiedlichen Temperaturen. Das Adsorptionsvermögen eines Produktes bei einer konstanten Umgebungsfeuchte steigt mehr oder weniger stark mit sinkender Temperatur an. Für eine konstante Beladung des Produktes bedeutet dies, dass mit steigender Produkttemperatur die relative Feuchte direkt an der Trocknungsoberfläche steigt, was einer erhöhten Triebkraft für die Trocknung gleich kommt. Zusammenfassend existieren somit die zwei erläuterten Effekte, die bei höherer Lufteintritts- und damit auch Produkttemperatur die Trocknungsgeschwindigkeit steigen lassen.

Bei dem experimentell untersuchten Modellgut Gamma-Aluminiumoxid wurde das Adsorptionsverhalten bei -5 °C und -1 °C per Exsikkatormethode und mittels Magnetschwebewaage gemessen (siehe Abbildung 4.8). Analog den Messungen von *Burgschweiger* [12] bei positiven Temperaturen, konnten keine nennenswerten Unterschiede der Isothermen zwischen den beiden untersuchten Temperaturen und zwischen den unterschiedlichen Methoden festgestellt werden. Daraus wird geschlussfolgert, dass die die Wassermoleküle bindenden Oberflächenkräfte bei beiden Temperaturen nahezu identisch sind. Die positiven Effekte in Richtung einer Trocknungszeitverkürzung resultieren bei dem untersuchten Modellgut $\gamma - Al_2O_3$ damit nur aus der erhöhten Aufnahmekapazität der Luft durch den bei höherer Temperatur erhöhten Sattedampfdruck.

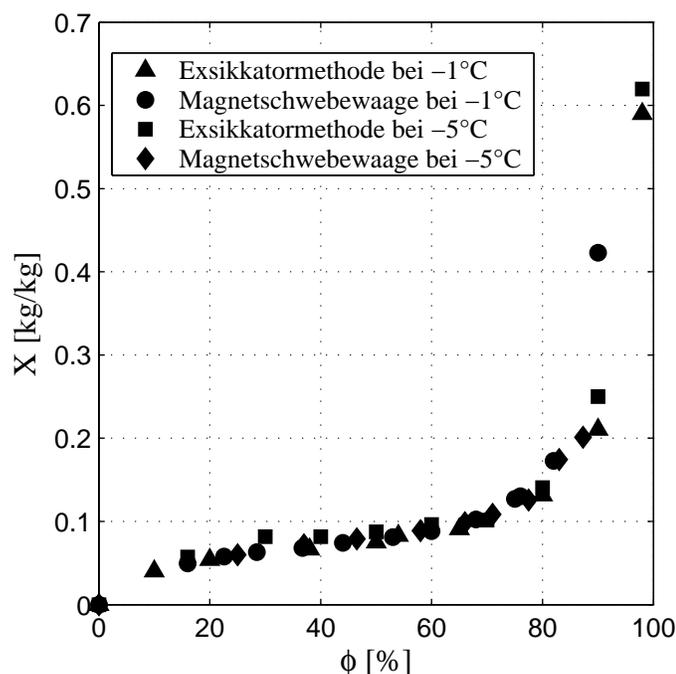


Abbildung 4.8: Experimentell ermittelte Adsorptionsisothermen von $\gamma - Al_2O_3$ bei -5 °C und -1 °C per Exsikkatormethode und mittels Magnetschwebewaage.

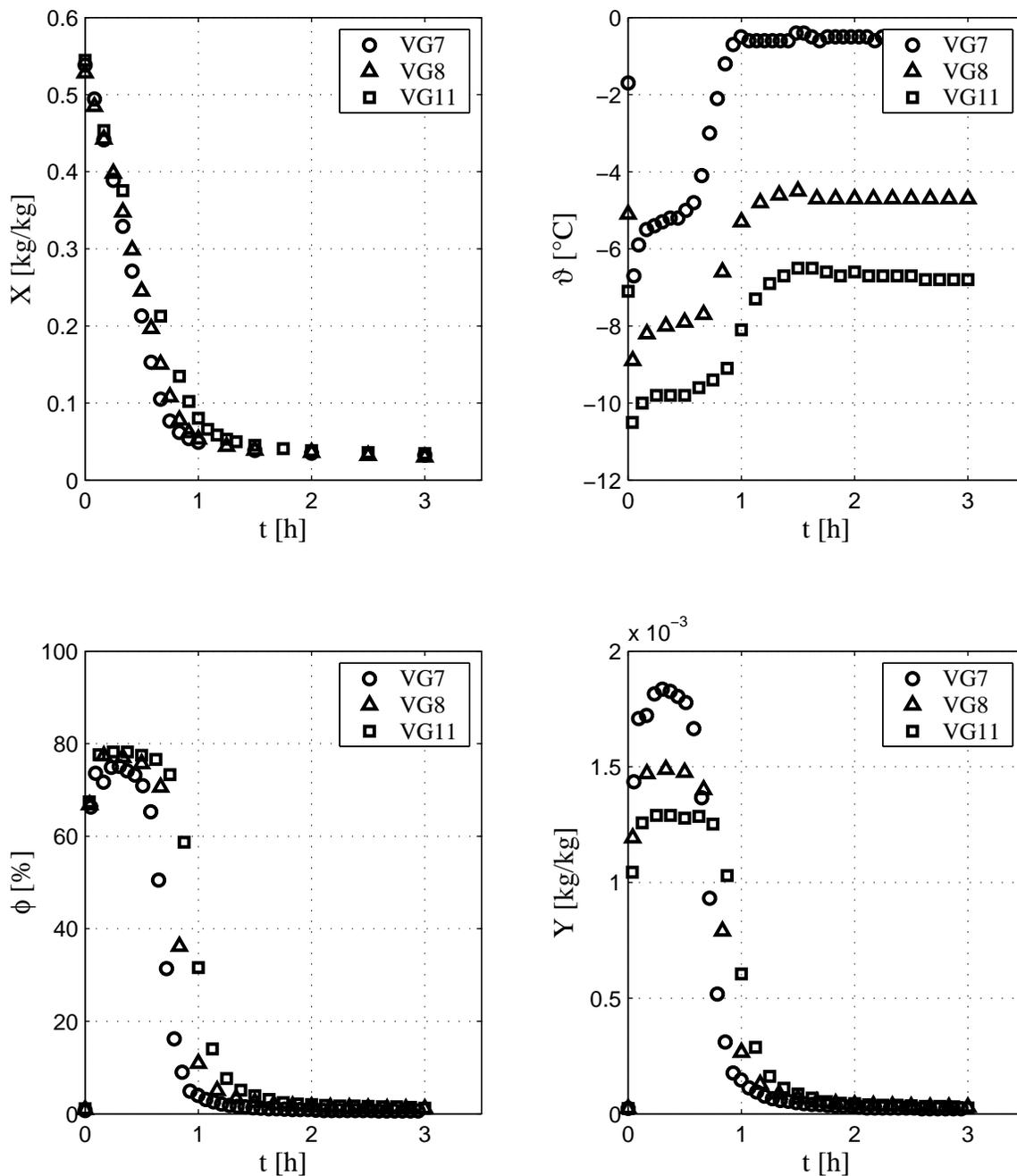


Abbildung 4.9: Versuche $VG7$ ($\vartheta_L = -0,2 \text{ }^\circ\text{C}$), $VG8$ ($\vartheta_L = -4,3 \text{ }^\circ\text{C}$), $VG11$ ($\vartheta_L = -6,1 \text{ }^\circ\text{C}$) - Änderung der Gutsbeladung, der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

4.1.5 Variation des Luftmassenstroms

Der Luftmassenstrom stellt einen weiteren, sehr häufig variierenden Betriebsparameter dar. Aus diesem Grund sind Versuche zu seinem Einfluss auf die Trocknungsgeschwindigkeit durchgeführt worden. Die dies betreffenden Versuche sind

- *VG10*: Luftdurchsatz $\dot{m}_{tr,L} = 0,02 \text{ kg/s}$,
- *VG11*: Luftdurchsatz $\dot{m}_{tr,L} = 0,03 \text{ kg/s}$ und
- *VG9* : Luftdurchsatz $\dot{m}_{tr,L} = 0,045 \text{ kg/s}$.

Alle weiteren Parameter sind der Tabelle 4.1 zu entnehmen.

Die experimentell gewonnenen Ergebnisse der Trocknungskurven in Abbildung 4.10 zeigen, dass eine Erhöhung des Luftmassenstroms zu einer Vergrößerung der Trocknungsgeschwindigkeit und somit zu einer Verkürzung der Trocknungszeit führt.

Die oft in der Literatur angeführten sehr guten Stoff- und Wärmeübergänge in Wirbelschichten hängen grundsätzlich nur von den dort realisierten Gasgeschwindigkeiten ab. Werden jedoch Partikel in fixierten Festbetten mit gleichen Gasgeschwindigkeiten beaufschlagt, so sind die Wärme- und Stoffübergangskoeffizienten im Vergleich zu Wirbelschichten sogar größer. Der Vorteil der Wirbelschicht beim Trocknungsprozess liegt in der Fluidisation und der damit verbundenen Ortsunabhängigkeit der Partikeleigenschaft Feuchte begründet. Die Abbildung 4.11 zeigt, dass eine Geschwindigkeitserhöhung innerhalb des Existenzbereiches der Wirbelschicht zu keiner wesentlichen Änderung der Nu-Zahl und damit zu keiner markanten Änderung des Wärmeübergangskoeffizienten beiträgt. Die gleiche Tendenz zeigen auch die Stoffübergangskoeffizienten. Der Grund dafür ist das veränderte Expansionsverhalten der Schicht. Die trotz dieser Erkenntnis festgestellte verringerte Trocknungszeit bei einem erhöhten Luftdurchsatz liegt somit in der erhöhten Aufnahmekapazität des Luftstroms für den Wasserdampf begründet. Die die Wirbelschicht durchströmende Luft ist infolge des größeren Massenstroms in der Lage, wesentlich mehr Wasser bis zum Sättigungszustand aufzunehmen, wodurch die Trocknungszeit verkürzt werden kann.

Die vorangestellten Behauptungen lassen sich durch einfache Betrachtungen bestätigen. Die Feuchtebilanz um die gesamte Wirbelschicht lautet

$$\frac{dX}{dt} = \frac{\dot{m}_{tr,L}}{m_{tr,P}} (Y^{aus} - Y^{ein}). \quad (4.10)$$

Die zeitliche Änderung der Partikelfeuchte entspricht der mit dem Luftstrom ausgehenden Wasserdampfmenge. In realen technischen Wirbelschichten wird aufgrund der sehr großen Anzahl an Stoffübertragungseinheiten die Luft, welche im Stoffaustausch

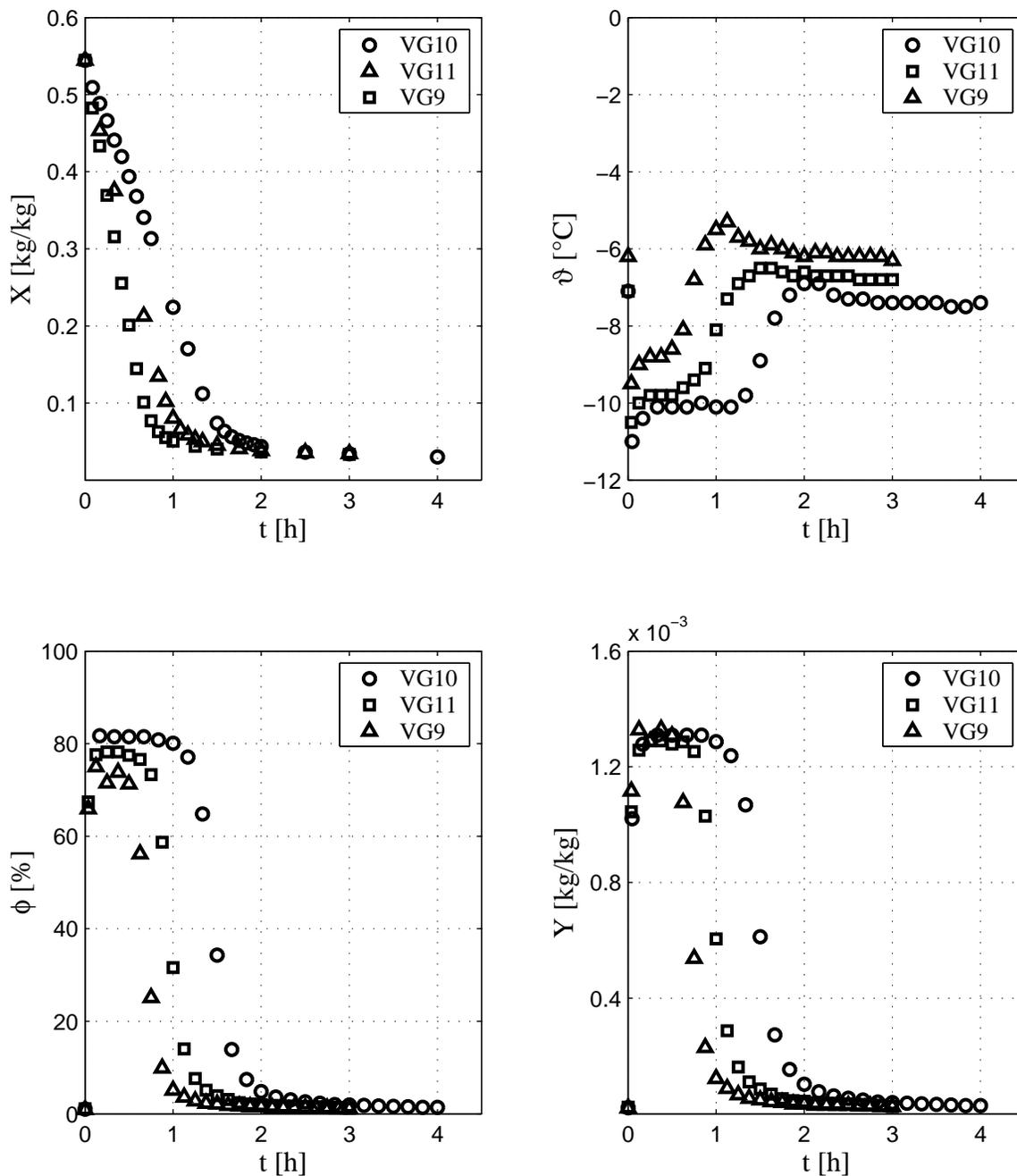


Abbildung 4.10: Versuche $VG10$ ($\dot{m}_{tr,L} = 0,02 \text{ kg/s}$), $VG11$ ($\dot{m}_{tr,L} = 0,03 \text{ kg/s}$), $VG9$ ($\dot{m}_{tr,L} = 0,045 \text{ kg/s}$) - Änderung der Gutsbeladung, der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

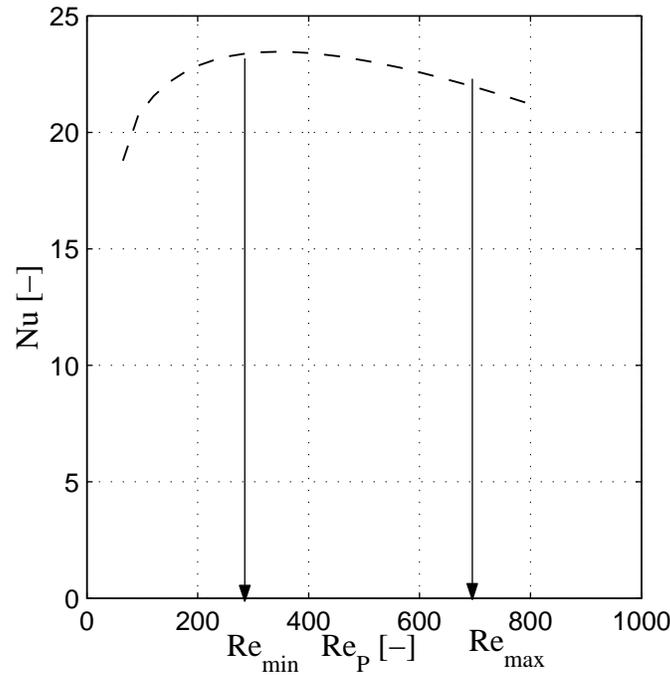


Abbildung 4.11: Nu-Re-Zahl Beziehung [63]

mit den Partikeln steht, im ersten Trocknungsabschnitt die Wirbelschicht gesättigt verlassen. Aufgrund von auftretenden Bypassströmungen und Rückvermischungseffekten zeigen Messungen der Feuchte oberhalb der Schicht einen ungesättigten Zustand.

Mit Hilfe der Kenntnis über dieses Verhalten und der Annahme, dass der Bypassanteil im untersuchten Bereich der Massenstromvariation sich unwesentlich voneinander unterscheidet, können die Gesamtbilanzen für zwei Luftmassenströme ins Verhältnis gesetzt

$$\frac{\left. \frac{dx}{dt} \right|_1}{\left. \frac{dx}{dt} \right|_2} = \frac{\frac{\dot{m}_{tr,L|1}}{m_{tr,P}} (Y^{aus} - Y^{ein})|_1}{\frac{\dot{m}_{tr,L|2}}{m_{tr,P}} (Y^{aus} - Y^{ein})|_2} \quad (4.11)$$

und um die Luftfeuchtedifferenz sowie um die Partikelrockenmasse vereinfacht werden

$$\frac{\left. \frac{dx}{dt} \right|_1}{\left. \frac{dx}{dt} \right|_2} = \frac{\dot{m}_{tr,L|1}}{\dot{m}_{tr,L|2}}. \quad (4.12)$$

Diese Annahmen lassen bei Kenntnis eines Trocknungsverlaufes für ein Produkt und des dort realisierten Luftmassenstromes eine überschlägliche Vorausberechnung des Trocknungsverlaufes im 1. Trocknungsabschnitt bei einem veränderten Luftdurchsatz mit der Gleichung

$$X_2 = \left. \frac{dX}{dt} \right|_1^{1.TA} t + X_{2,t=0} \quad (4.13)$$

zu.

Die Abbildung 4.12 zeigt die nach dieser vereinfachten Vorstellung und auf Basis des Trocknungsverlaufes im 1. Trocknungsabschnitt des Versuchs *VG9* abgeschätzten Trocknungsverläufe und deren Gegenüberstellung mit den experimentell gemessenen Werten für die Versuche *VG10* und *VG11*. Die befriedigende Übereinstimmung dieser Ergebnisse bestätigt die vorangestellten Behauptungen und belegt, dass die Aufnahmekapazität der Luft im Fall veränderter Luftdurchsätze der limitierende Faktor für die Trocknung ist.

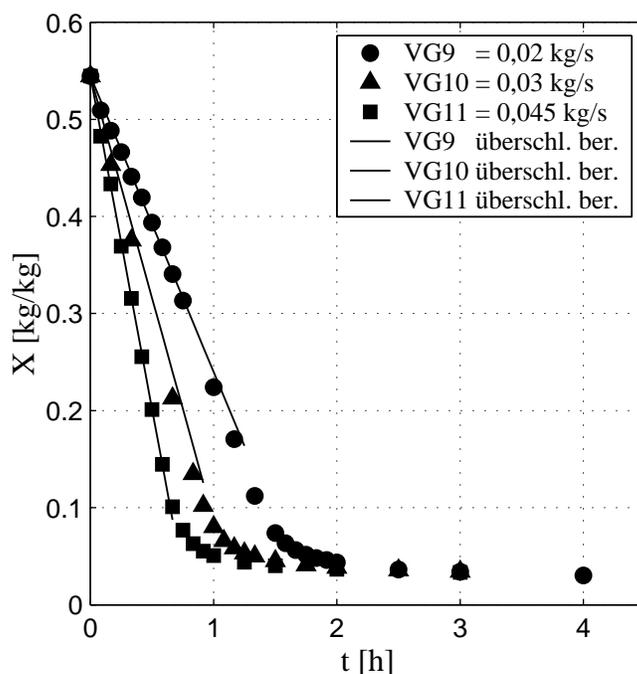


Abbildung 4.12: Vergleich der experimentell aufgenommenen Trocknungskurven der Versuche *VG9*, *VG10* und *VG11* und der überschläglichen Berechnung im 1. Trocknungsabschnitt.

4.1.6 Validierung der vorgestellten Modelle

Im Rahmen des theoretischen Teils im Abschnitt 3.1 werden zwei Modelle zur Beschreibung der Trocknung bei positiven Temperaturen auf die Trocknung bei negativen Temperaturen angepasst und erweitert. Ziel dieses Teils der Arbeit ist die Validierung der vorgestellten Modelle anhand der mit Hilfe der Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$ experimentell gewonnenen Versuchsdaten.

4.1.6.1 Trocknungsmodell von *Burgschweiger* [12]

Die Validierung des Modells an dieser Stelle soll beispielhaft am Versuch *VG11* erfolgen. Die Parameter des Versuchs *VG11* können der Tabelle 4.1 entnommen werden.

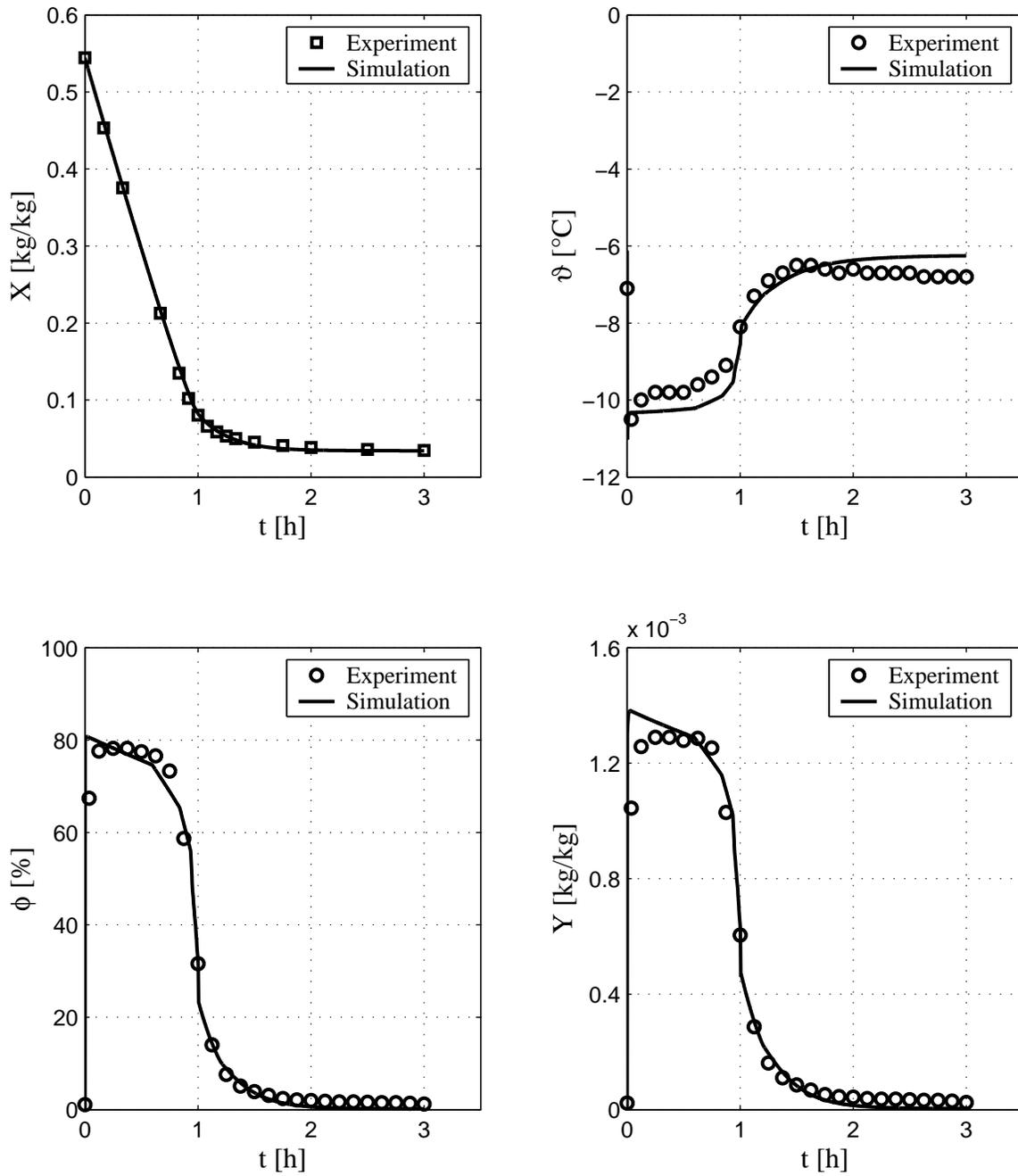


Abbildung 4.13: VG11 - Vergleich Simulation und Experiment, Kinetik *Burgschweigers* [12].

Bei Betrachtung des zeitlichen Verlaufes der Gutsbeladung in Abbildung 4.13 zeigen Simulation und Messung eine gute Übereinstimmung. Die Gutsbeladung sinkt annähernd linear im ersten Trocknungsabschnitt infolge eines nahezu konstanten sublimierten Wasserdampfstroms. Die kinetischen Transporthemmungen werden durch den gaseitigen Stoffübergang und durch das Gleichgewicht über das Adsorptionsverhalten des $\gamma - Al_2O_3$ festgelegt. Nach Erreichen einer kritischen Gutsfeuchte kommen Transporthemmungen diffusiver Natur innerhalb des Produktes hinzu. Da laut [82] die Ermittlung des Diffusionskoeffizienten vom konkreten Prozess und Produkt abhängig ist, fällt die Ermittlung des benötigten Diffusionskoeffizienten häufig sehr schwer. Das unbekannte und komplizierte interne Verhalten wird bei der theoretischen Modellierung des Stoffübergangs in der Trocknungstechnik durch die experimentelle Ermittlung einer Trocknungskurve, welche im Transportansatz implementiert wird, erfasst.

Die mittels Magnetschwebewaage der FA. RUBOTHERM experimentell ermittelte Einzelpartikel-trocknungskurve des $\gamma - Al_2O_3$ bei $-6\text{ }^\circ\text{C}$ zeigt die Abbildung 4.14. Durch die Kombination der zwei kinetischen Hemmungen, gaseitiger Stoffübergang und diffusiver Stofftransport sowie dem Gleichgewichtsverhalten, nimmt mit zunehmender Trocknungszeit die Trocknungsgeschwindigkeit so weit ab, bis sich, wie Simulation und Experiment zeigen, die hygroskopische Endfeuchte einstellt. Der beschriebene Gutsfeuchteverlauf kann mit Hilfe des Modells gut beschrieben werden.

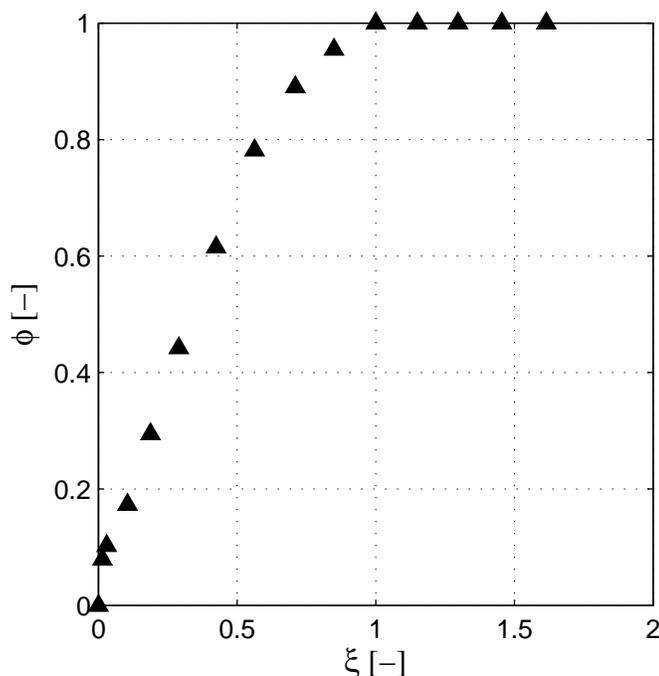


Abbildung 4.14: Experimentell ermittelte Einzelpartikel-trocknungskurve von $\gamma - Al_2O_3$ bei $-6\text{ }^\circ\text{C}$

Der simulierte Luftaustrittstemperaturverlauf in Abbildung 4.13 zeigt eine prinzipielle Übereinstimmung mit der experimentell ermittelten Temperatur. Der gesamte charakteristische Verlauf kann durch das Modell beschrieben werden. Zu diesem charakteristischen Verlauf gehören:

- die anfängliche Absenkung der Lufttemperatur unterhalb der Luftaustrittstemperatur im ersten Trocknungsabschnitt infolge der niedrigeren Befülltemperatur des $\gamma - Al_2O_3$,
- der schnelle Wiederanstieg der Lufttemperatur infolge der guten Wärme- und

Stoffübergänge in Wirbelschichten auf die nahezu konstante Luftaustrittstemperatur im ersten Trocknungsabschnitt,

- der nur geringfügige Anstieg der Luftaustrittstemperatur im ersten Trocknungsabschnitt infolge veränderter Fluidisationsbedingungen und somit veränderten Bypassanteils,
- der mit Erreichen der kritischen Gutsfeuchte einsetzende starke Anstieg der Luftaustrittstemperatur infolge nun verringerter sublimierter Wassermengen und
- das Erreichen einer stationären Endtemperatur, die infolge von Wärmeverlusten geringfügig unterhalb der Luftaustrittstemperatur liegt.

Die Ergebnisse zeigen geringfügige Abweichungen bei den nahezu konstanten Luftaustrittstemperaturen im ersten Trocknungsabschnitt und am Versuchsende. Weiterhin zeigt der simulierte Verlauf der Luftaustrittstemperatur im zweiten Trocknungsabschnitt gegenüber den experimentellen Daten einen etwas erhöhten Anstieg. Hierfür können im Modell geringfügige Abweichungen gegenüber den realen Bedingungen bei den Wärmeübergangskoeffizienten, dem Bypassanteil, aber auch den Wärmekapazitäten verantwortlich sein.

Die aus der Luftmassenbilanzierung folgende simulierte Austrittsfeuchte der Luft als relative und absolute Größe ist ebenfalls den experimentell gewonnenen Daten gegenübergestellt. Auch hier kann der prinzipielle Verlauf der Größe Luftfeuchte durch das Modell beschrieben werden. Nach Befüllung der Wirbelschicht mit beladenem $\gamma - Al_2O_3$ steigt sowohl bei der Simulation als auch bei den experimentellen Daten die Luftfeuchte oberhalb der Wirbelschicht an. Die relative Feuchte erreicht aufgrund des Bypasses jedoch keine 100 %, wie im ersten Trocknungsabschnitt aufgrund großer NTU-Zahlen zu erwarten wäre. Der Bypassanteil und der Austausch zwischen Suspensions- und Bypassphase sorgen oberhalb der Wirbelschicht für eine Mischfeuchte und auch Mischtemperatur, die durch das Modell gut quantitativ vorhergesagt wird. Die Luftaustrittsfeuchte sinkt geringfügig im ersten Trocknungsabschnitt aus dem gleichen Grund, aus welchem die Luftaustrittstemperatur geringfügig steigt. Im zweiten Trocknungsabschnitt sinkt die Feuchte bis zum Erreichen der Eintrittsfeuchte ab. Auch hier hängt der Anstieg, also die Geschwindigkeit, von der Größe der schon genannten drei Widerstände ab.

Im Anhang D dieser Arbeit sind für alle durchgeführten Versuche mit $\gamma - Al_2O_3$ die Berechnungsergebnisse und deren Gegenüberstellung mit den experimentellen Ergebnissen zusammengestellt. Die Vergleiche der experimentellen mit den theoretischen Ergebnissen sämtlicher Versuche zeigen zufriedenstellende Übereinstimmungen und lassen den Schluss zu, dass das untersuchte Modell mit seinen Anpassungen für die Gefriertrocknung in Wirbelschichten praktisch anwendbar ist. Bei Kenntnis der modifizierten Einzelpartikel-trocknungskurve und der Sorptionsisothermen im Temperaturbereich lässt dieses Modell eine technisch hinreichend genaue Vorausberechnung des Verhaltes für Güter mit ausgeprägtem ersten Trocknungsabschnitt bei der Gefriertrocknung in Wirbelschichten zu.

4.1.6.2 Trocknungsmodell von *Heinrich* [33] und *Machnow* [60]

Wie schon im Abschnitt 3.1 erwähnt, ist das Modell von *Heinrich* [33] und *Machnow* [60] für die Trocknung mit überhitztem Wasserdampf in Wirbelschichten entwickelt worden. Die Erfordernis der Entwicklung dieses Modells liegt in der Tatsache begründet, dass der bei der Trocknung auftretende Transport des Wasserdampfes in einer 100 %-igen Wasserdampfumgebung nicht mittels eines Konzentrationsgefälles beschrieben werden kann. Da *Henneberg* [35] in seinen Arbeiten zeigt, dass dieses Modell auch für die Trocknung mit Warmluft einsetzbar ist, ist das Ziel dieses Abschnittes, das entsprechend angepasste Modell anhand gemessener Gefriertrocknungsverläufe auf seine Eignung für die Gefriertrocknung zu überprüfen. Der Versuch VG11 soll aus Gründen der Vergleichbarkeit auch hier die Basis der Validierung darstellen.

Der Vergleich der Ergebnisse der Gutsfeuchte in Abbildung 4.15 lässt erkennen, dass die gemessene Änderung der Gutsfeuchte im 1. Trocknungsabschnitt durch das erweiterte Modell von *Heinrich* [33] und *Machnow* [60] ähnlich gut wie durch das erweiterte Modell von *Burgschweiger* [12] beschrieben werden kann. Im 2. Trocknungsabschnitt hingegen zeigt der Vergleich zwischen den experimentellen Ergebnissen und der Simulation Abweichungen. Der gemessene Trocknungsverlauf zeigt eine geringere Geschwindigkeit als der simulierte. Der Grund dafür muss in fehlenden Widerständen des Modells zu finden sein. Innere Widerstände diffusiver Art werden in beiden Modellen mittels der Einzelpartikel-trocknungskurve identisch erfasst. Ein gasseitiger konvektiver Widerstand wird ebenfalls in beiden Modellen berücksichtigt. Dem erweiterten Modell von *Heinrich* und *Machnow* fehlt es im Gegensatz zum Modell von *Burgschweiger* an der Berücksichtigung des Einflusses durch das Gleichgewicht, welches im Modell von *Burgschweiger* über die Sorptionsisothermen beschrieben wird.

Nach dieser Feststellung ist die Frage berechtigt, aus welchem Grund beide Modelle im 1. Trocknungsabschnitt einen identischen Trocknungsverlauf aufweisen. Die Erklärung liegt im Verlauf der Sorptionsisothermen begründet. Das Modell von *Heinrich* und *Machnow* liefert nur dann einen ähnlichen Verlauf im 1. Trocknungsabschnitt wie das Modell *Burgschweigers*, wenn das Sorptionsverhalten der Art ist, dass eine Änderung der Beladung in einem weiten Bereich infolge von Trocknung zu einer nur geringen Änderung der relativen Feuchte an der Phasengrenze führt und zudem diese relative Feuchte nah der relativen Feuchte von 100 % ist. Das in diesem Abschnitt untersuchte Produkt $\gamma - Al_2O_3$ weist genau solches Verhalten auf. Eine ca. 75 %-ige Reduzierung der Feuchtebeladung des Produktes vom Maximalwert $X_P = 0,6$ führt zu einer nur ca. 16 %-igen Absenkung von ca. 95 % auf 80 % der relativen Feuchte. Der in *Burgschweigers* Modell für die Triebkraft entscheidende Dampfdruck ist somit über einen weiten Bereich der Beladung nah dem Sättigungsdampfdruck bei der bestimmten Partikeltemperatur. Da der Sättigungsdampfdruck direkt über die Gleichung (4.9) mit der Partikeltemperatur korrespondiert, können somit keine wesentlichen Unterschiede im vorliegenden Fall festgestellt werden.

Zusammenfassend wird angemerkt, dass das Modell von *Heinrich* und *Machnow* gut in der Lage ist, gemessene Trocknungsverläufe nachzuempfinden, solange die Trocknung

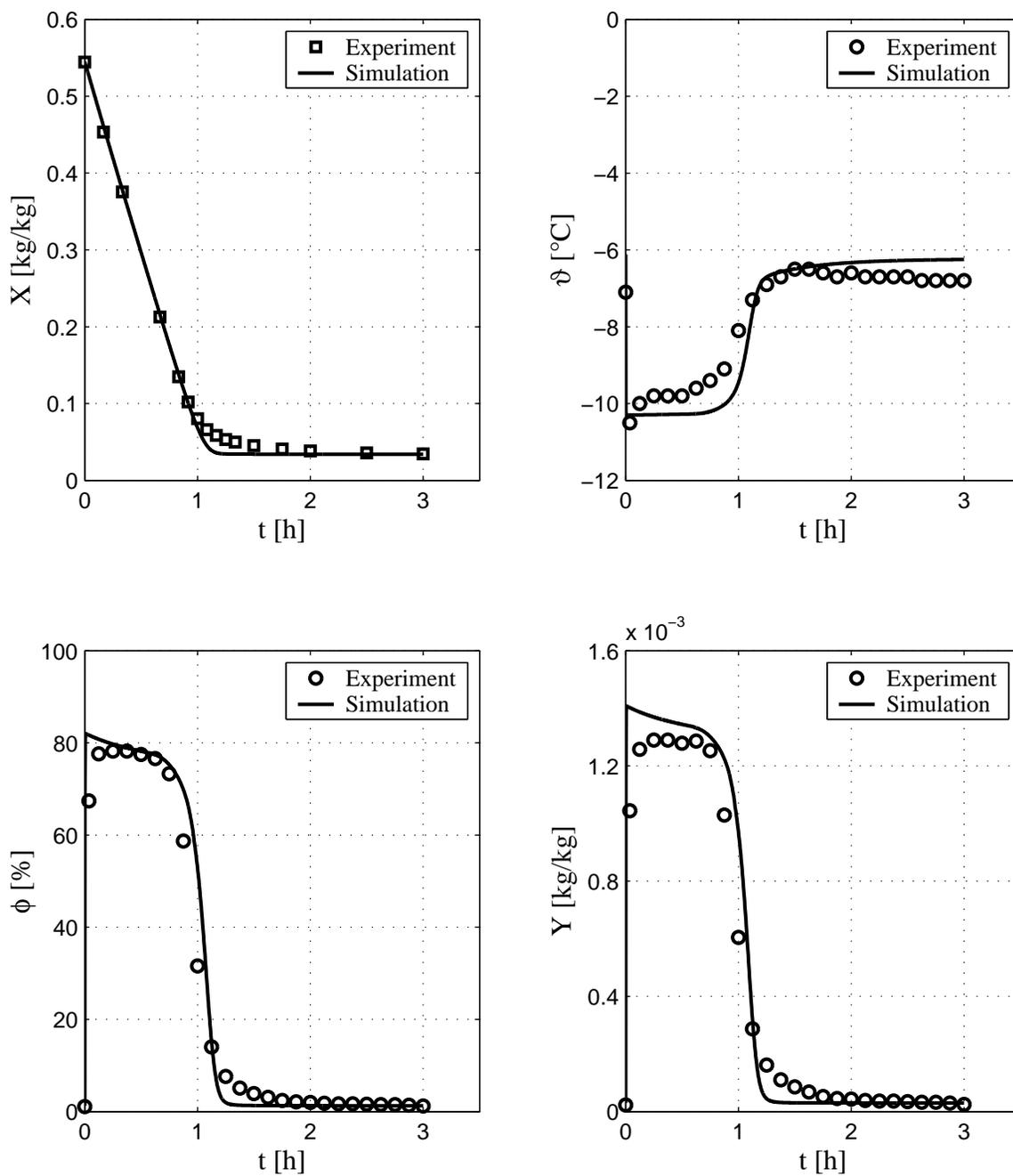


Abbildung 4.15: VG11 - Vergleich Simulation und Experiment, Kinetik *Heinrichs* [33] und *Machnows* [60].

der Trocknung einer freien Gutsfeuchte (Gutsfeuchte unterliegt keinen Bindungskräften) ähnelt. Bei Gütern, deren Sorptionsverhalten beispielsweise mit dem Isothermentyp I beschrieben werden, kann keine befriedigende Trocknungsverlaufsberechnung mit dem Modell von *Heinrich* und *Machnow* erfolgen.

Da der prinzipielle Verlauf der Gutsfeuchte mit dem Modell von *Heinrich* und *Machnow* für $\gamma-Al_2O_3$ nachempfunden werden kann, die bilanzierten Größen und die Bilanzierung in beiden Modellen identisch sind, stimmen qualitativ der Luftaustrittstemperaturverlauf und die relative und absolute Feuchte auch mit den Messwerten überein. Die relative und absolute Luftfeuchte lassen einen schon in der Gutsfeuchte festgestellten scheinbar zu langen 1. Trocknungsabschnitt erkennen. Die in der Simulation festgestellte höhere Geschwindigkeit bei der Trocknung im zweiten Trocknungsabschnitt sorgt bei der relativen und absoluten Luftfeuchte für den zu starken Abfall gegenüber den Messergebnissen. Analoges trifft für den Vergleich der simulierten und gemessenen Luftaustrittstemperatur zu. Die Untersuchungen zeigen, dass bei der Anwendung des auf die Gefriertrocknung angepassten Modells von *Heinrich* und *Machnow* die Einschränkungen bezüglich des Einflusses des Sorptionsverhaltens beachtet werden müssen.

4.2 Versuche mit dem biologischen Produkt Möhren

In diesem Abschnitt 4.2 wird auf die Gefriertrocknungsuntersuchungen des biologischen Produkts Möhren eingegangen. Neben den experimentellen Ergebnissen sollen hier auch theoretische Überlegungen zur Berechnung der Gefriertrocknungsverläufe realer Produkte anhand der vorgestellten Modelle diskutiert werden.

Im Rahmen der Gefriertrocknungsversuche mit Möhren wurden im Wesentlichen 3 Parameter variiert,

- die Schichtmasse,
- die Eintrittstemperatur der Fluidisierungsluft und
- die Größe der zu trocknenden Möhrenstücke.

Ziel der Parametervariation ist auch hier, technische Zusammenhänge zu klären und den Nutzen solcher Veränderungen für die Praxis herauszuarbeiten. Die dafür durchgeführten Versuche mit dem Produkt Möhren sind in der Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Tabelle 4.2: Zusammenstellung der durchgeführten Versuche mit Möhren

Nr.	T_{LE} [° C]	T_U [° C]	\dot{m}_L [kg/s]	d_P [mm]	m_P [kg]
VM1	-6	-17	0,03	2	450
VM2	-6	-15	0,03	2	250
VM3	-6	-15	0,03	2	350
VM4	-4	-15	0,03	3	350
VM5	-6	-17	0,03	3	350

4.2.1 Verhalten bei der Wirbelschichtgefriertrocknung von Möhren

Erläuterungen zum generellen Verhalten bei der Gefriertrocknung von Möhren erfolgen beispielhaft am Versuch *VM1*. Anhand dieses Versuchs in Abbildung 4.16 wird nicht nur durch die Trocknungskurve, sondern auch durch den Luftaustrittstemperatur- und den Luftfeuchteverlauf deutlich, dass die Trocknung der Möhrenstücke keinen ausgeprägten 1. Trocknungsabschnitt aufweist. Die Trocknung scheint somit im Wesentlichen durch innere Widerstände diffusiver Natur limitiert zu sein.

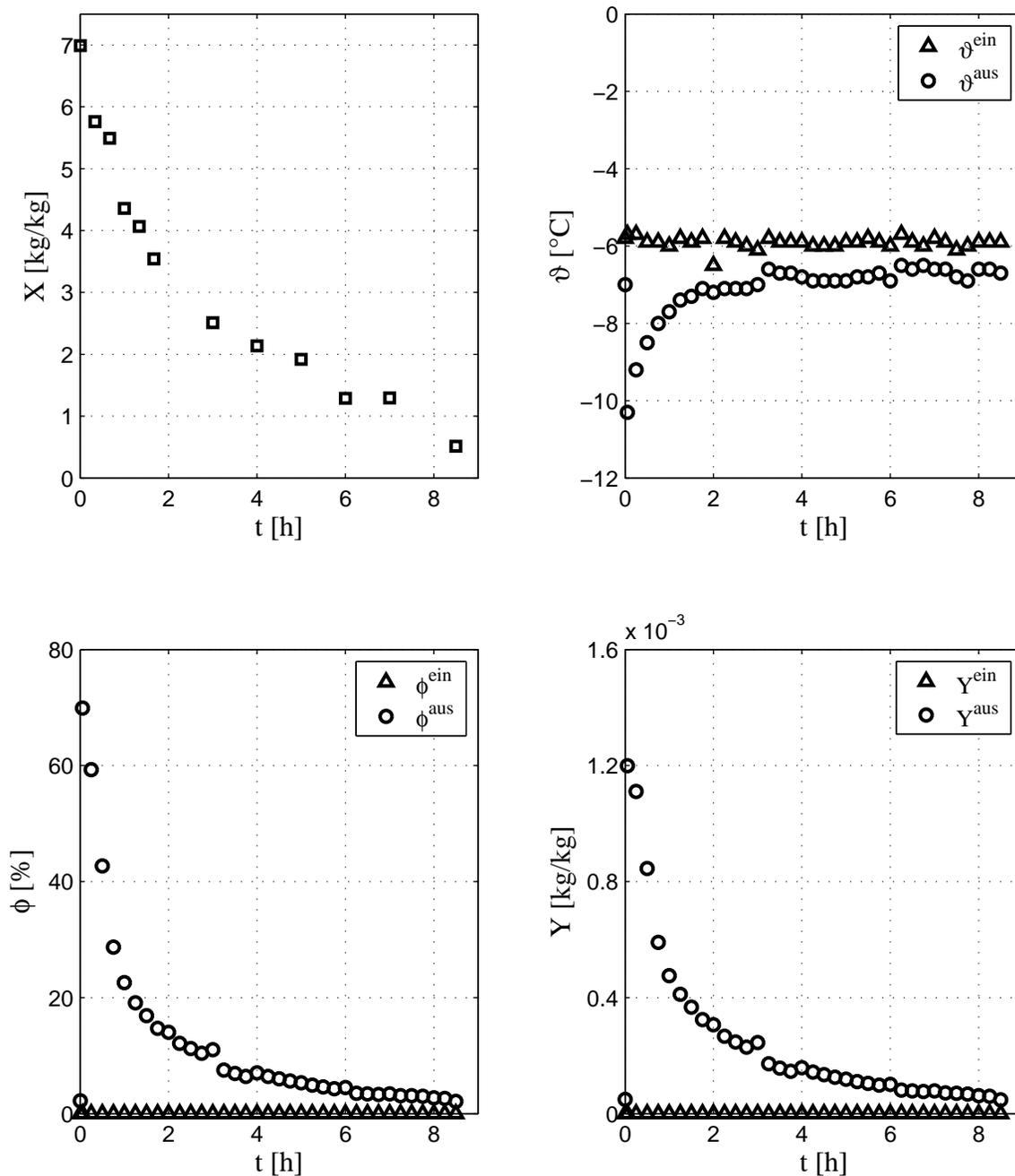


Abbildung 4.16: Experimentelle Ergebnisse des Versuches VM1 - Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit, Änderung der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

Abgesehen vom ersten Trocknungsabschnitt weisen die gemessenen Verläufe analoge Tendenzen zu den gemessenen Verläufen der Modells substanz $\gamma - Al_2O_3$ auf. Die Ergebnisse bestätigen in jedem Fall die Möglichkeit der Gefriertrocknung realer biologischer Produkte in einer Wirbelschicht.

Auch hier muss die Frage der Übereinstimmung der beiden Messmethoden zur Bestimmung der sublimierten Wassermenge (Trocknung) beantwortet werden. Dies erfolgt in Analogie zur Modells substanz $\gamma - Al_2O_3$. Die mit Hilfe der Gleichung (4.1) aus dem Trocknungsverlauf der Schicht, der das Resultat einer ständigen Probenahme und der Trockenschrankmethode ist, berechnete absolute sublimierte Wassermenge beträgt $m_{W,TK} = 365 \text{ g}$. Aus der Messung der relativen Luftfeuchte und der Lufttemperatur folgt unter Verwendung der Gleichung (4.2) eine sublimierte Wassermenge von $m_{W,\varphi} = 220 \text{ g}$. Der prozentuale Unterschied der ermittelten sublimierten Wassermengen liegt bei 40 %. Die Abbildung 4.17 stellt den sich aus der Umrechnung der Feuchte ergebenden Trocknungsverlauf dem mittels Probenahme und Trockenschrankmethode gemessenen gegenüber. Da nach jedem Versuch sowohl das nachgeschaltete Sieb als auch der Staubfilter bzgl. Masseverlust kontrolliert und nur sehr geringe Mengen an Austrag festgestellt wurden, wird ein Messfehler als Ursache für die Unterschiede der Trocknungsverläufe vermutet.

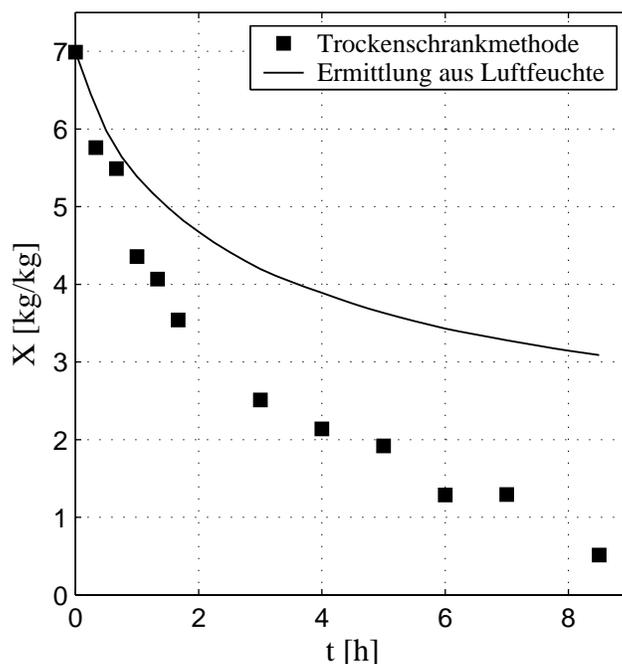


Abbildung 4.17: Vergleichsdarstellung der mittels Trockenschrankmethode experimentell ermittelten und aus der Luftfeuchte am Austritt gerechneten Beladungswerte des Versuches *VM1*.

Sowohl bei der Modells substanz als auch bei dem realen Produkt Möhren wurde als Fluidisierungsmedium Luft ähnlicher Temperatur und ähnlicher Eintrittsfeuchte verwendet.

Somit hat sich an der Messung des Zustandes der Luft (Temperatur und Feuchte) im Prozess nichts verändert.

Die Größe, die aufgrund der Anlagenkonfiguration nur zu Beginn jedes Versuchs bestimmt wurde, ist der Luftdurchsatz. Durch die infolge der Trocknung extreme Wasserabnahme und damit Gewichtsreduzierung der Möhren kommt es während eines Versuchs zur Druckverlustabnahme über die Schicht. Bei einer angenommenen konstanten Leistung der Gebläse führt die Absenkung des Schichtdruckverlusts zu einer Luftdurchsatzerhöhung. Diese Erhöhung hängt vom Anteil des Schichtdruckverlustes am Gesamtdruckverlust ab. Messungen an der Anlage zeigen, dass der Gesamtdruckverlust der Anlage ca. 12 *mbar* beträgt. Der Schichtdruckverlust bei 450 *g* Anfangsschichtmasse liegt bei ca. 5 *mbar*. Eine Reduzierung der Schichtmasse der Möhren infolge der Trocknung auf $\frac{1}{7}$ der Anfangsmasse führt somit am Versuchsende zu einem ca. 1,5-fach höheren Volumenstrom. In Abbildung 4.18 werden analog der Abbildung 4.17 die ermittelten Beladungswerte aus der Trockenschrankmethode jenen aus der Luftaustrittsfeuchtemessung mit korrigierten Luftdurchsatz gegenüber gestellt. Die Darstellung zeigt, dass bei kontinuierlicher Volumenstrommessung beide Messmethoden zu ähnlichen Ergebnissen führen.

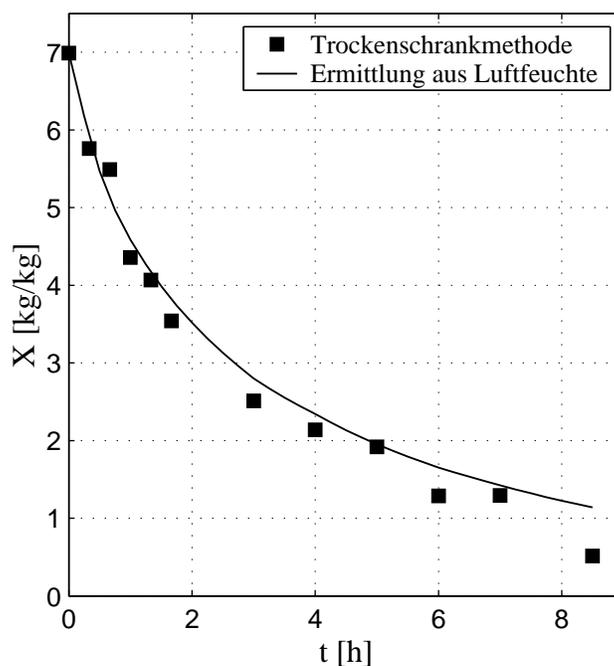


Abbildung 4.18: Vergleichsdarstellung der mittels Trockenschrankmethode experimentell ermittelten und aus der Luftfeuchte am Austritt einschließlich korrigierten Volumenstroms gerechneten Beladungswerte des Versuches *VM1*.

4.2.2 Variation der Schichtmasse

Wie schon im Abschnitt 4.1.3 bei der Modells substanz $\gamma - Al_2O_3$ diskutiert, werden häufig unterschiedliche Chargenmengen in einer Wirbelschicht getrocknet. Dem entsprechend ist es von Interesse, ob die Chargenmengen bei der Gefriertrocknung der Möhrenstücke einen ähnlichen Einfluss wie bei der Modells substanz $\gamma - Al_2O_3$ aufweisen. Die dazu betrachteten Versuche lauten

- *VM2*: Schichtmasse $m_{WS,0} = 250 \text{ g}$ und
- *VM1*: Schichtmasse $m_{WS,0} = 450 \text{ g}$.

Die Trocknungskurven in Abbildung 4.19 zeigen, dass im untersuchten Chargenmengenbereich keine markanten Unterschiede der Trocknungszeit feststellbar sind. Deutlich wird bei allen drei Versuchen, wie schon erwähnt, dass die Trocknung der Möhrenstücke keinen 1. Trocknungsabschnitt aufweist. Die den Trocknungsvorgang limitierenden inneren Widerstände und die gewählte Luftmenge sorgen dafür, dass bei den untersuchten Chargenmengen der Fluidisierungsstrom in jedem Fall den Apparat ungesättigt verlässt. Wäre dies nicht der Fall, so müsste sich ähnlich wie bei der Modells substanz $\gamma - Al_2O_3$, eine Veränderung der Trocknungszeit mit der Schichtmassenvariation bemerkbar machen.

Die angestellten Behauptungen lassen sich auch theoretisch durch einfache Betrachtungen begründen. Dabei soll der Index I die geringe Schichtmasse und der Index II die erhöhte Schichtmasse kennzeichnen. Eine angenommene Verdopplung der Schichtmasse führt zu einer Verdopplung der Stoffaustauschfläche

$$m_{WS,II} = 2 \times m_{WS,I} \implies A_{P,gesII} = 2 \times A_{P,gesI}. \quad (4.14)$$

Verdoppelt sich die Stoffaustauschfläche, so erhöht sich die Anzahl der Stoffübertragungseinheiten um den Faktor 2

$$NTU_{II} = 2 \times NTU_I = 2 \times \frac{\beta_{L,P} A_{P,gesI}}{\dot{V}_L}. \quad (4.15)$$

Mit Hilfe des Verhältnisses der Feuchtebilanzen beider Chargenmengen

$$\frac{\frac{dx_I}{dt}}{\frac{dx_{II}}{dt}} = \frac{-\frac{\dot{m}_{tr,L}}{m_{tr,P,I}} NTU_I (Y_{Gl} - \bar{Y}_I)}{-\frac{\dot{m}_{tr,L}}{m_{tr,P,II}} NTU_{II} (Y_{Gl} - \bar{Y}_{II})} \quad (4.16)$$

wird nach Einsetzen der Beziehungen (4.14) und (4.15) in (4.16)

$$\frac{\frac{dx_I}{dt}}{\frac{dx_{II}}{dt}} = \frac{-\frac{\dot{m}_{tr,L}}{m_{tr,P,I}} NTU_I (Y_{Gl} - \bar{Y}_I)}{-\frac{\dot{m}_{tr,L}}{2 \times m_{tr,P,I}} 2 \times NTU_I (Y_{Gl} - \bar{Y}_{II})} = \frac{(Y_{Gl} - \bar{Y}_I)}{(Y_{Gl} - \bar{Y}_{II})} \quad (4.17)$$

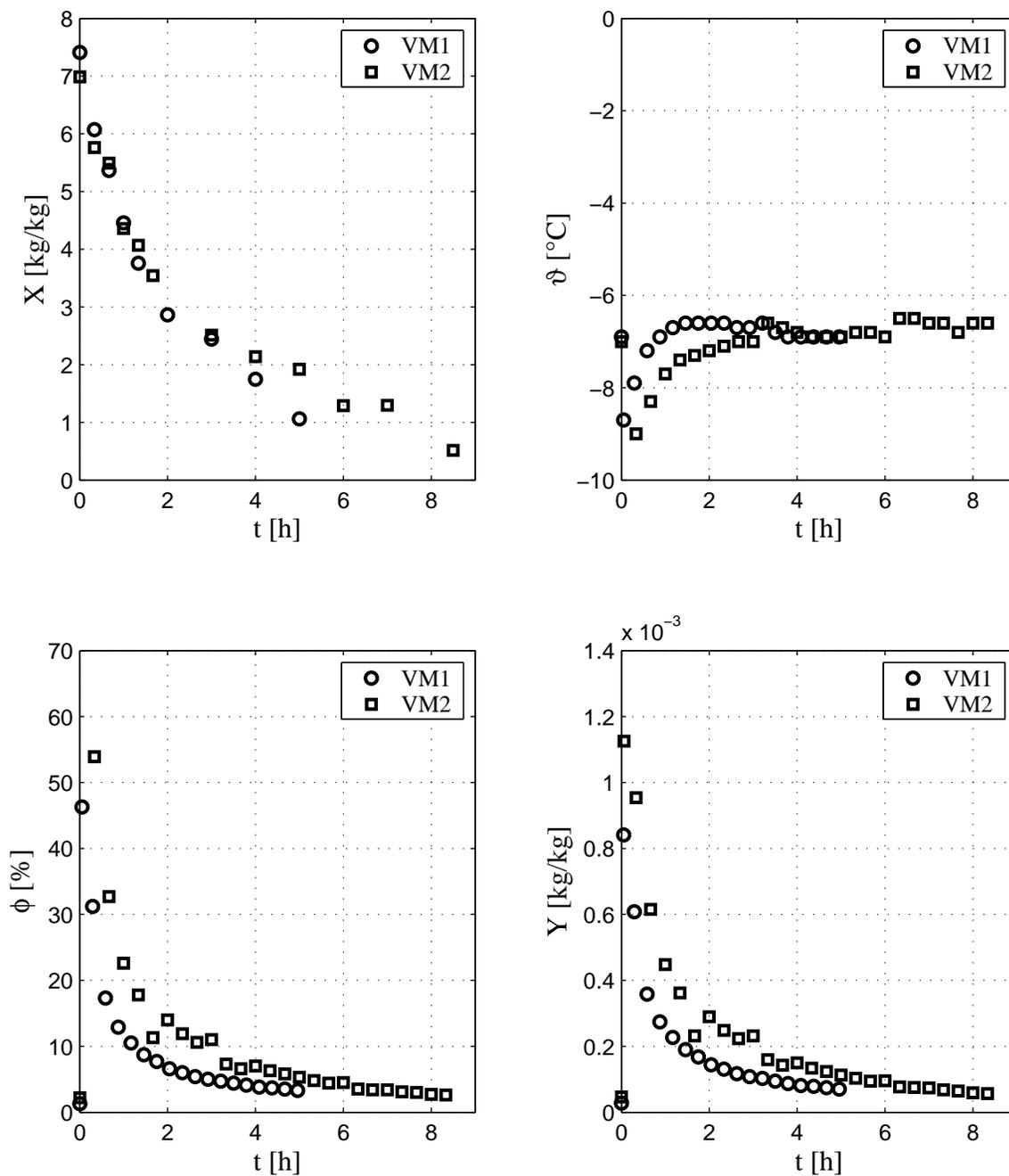


Abbildung 4.19: Versuche $VM1$ ($m = 250$ g) und $VM2$ ($m = 450$ g) - Änderung der Gutsbeladung, der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

deutlich, dass die zeitliche Änderung der Beladung der Partikel unterschiedlicher Schichtmassen nur von der Triebkraft abhängig ist. Ist die Luft, wie z. B. bei den Versuchen zur Möhrentrocknung wegen der Transporthemmungen infolge innerer Widerstände oder wegen eines verhältnismäßig großen Luftmassenstromes, relativ weit vom Sättigungszustand entfernt, so ist die Beladung der Luft wesentlich kleiner als die Gleichgewichtsbeladung ($\bar{Y} \ll Y_{Gl}$). Das führt dazu, dass ihr Einfluss in der Differenz der Triebkraft abnimmt, die beiden Triebkräfte für die Chargenmengen sich annähern

$$(Y_{Gl} - \bar{Y}_I) \cong (Y_{Gl} - \bar{Y}_{II}) \quad (4.18)$$

und somit vereinfachend aus Gleichung (4.17) das Verhältnis beider Trocknungskurven

$$\frac{\frac{dx_I}{dt}}{\frac{dx_{II}}{dt}} = 1 \quad (4.19)$$

wird. Die theoretischen Ausführungen zeigen, dass bei ausreichender Entfernung der Fluidisierungsluft vom Sättigungszustand keine markanten Trocknungsgeschwindigkeitsunterschiede feststellbar sind. Dieses Verhalten wird durch die Versuche mit Möhren bestätigt. Der Unterschied zwischen dem Trocknungsverhalten bei Variation der Schichtmasse von der Modellsubstanz $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ zum realen Produkt Möhren ist mit der Aufnahmekapazität der Luft begründbar. Für die Praxis bedeutet dies, dass die Schichtmasse ohne Einbuße an Trocknungsgeschwindigkeit erhöht werden kann, bis die Austrittsfeuchte der Luft in die Größenordnung des Sättigungszustandes der Luft kommt.

Die Messungen der Luftaustrittsfeuchten zeigen eindeutig, dass eine geringere Schichtmasse zu einer zu jedem Zeitpunkt geringeren Austrittsfeuchte führt. Dieser Zusammenhang lässt sich bei geringeren Schichtmassen mit den kleineren Stoffaustauschflächen und somit geringeren NTU-Zahlen erklären. Die Austrittstemperatur der Luft muss dem entsprechend bei der geringeren Schichtmasse die höhere Temperatur während der Trocknung aufweisen, da sie durch die geringeren NTU-Zahlen infolge der Sublimation nicht so stark gekühlt wird. Die Sicht auf die gemessenen Temperaturverläufe bestätigt die getroffenen Aussagen.

Eine durch die langen Trocknungszeiten mit Einschränkungen mögliche quasistationäre Betrachtungsweise der Wasserdampfanreicherung der Luft beim Durchströmen der Wirbelschicht belegt die oben genannten Behauptungen der unterschiedlichen Austrittsfeuchten. Die Integration der Gleichung (3.6), unter Vernachlässigung evtl. Bypässe, zu einem bestimmten Zeitpunkt (quasistationäre Betrachtungsweise) der Trocknung liefert die höhenabhängige Beladungsänderung

$$Y(z) = Y_{Gl} + (Y_{z=0} - Y_{Gl}) \exp \left[-NTU \frac{z}{H_{WS}} \right] \quad (4.20)$$

vom Eintritt bis zum Austritt der Wirbelschicht. Die Abbildung 4.20 zeigt zwei prinzipielle Verläufe der Beladungsänderungen über der Wirbelschichthöhe in Abhängigkeit von der NTU-Zahl.

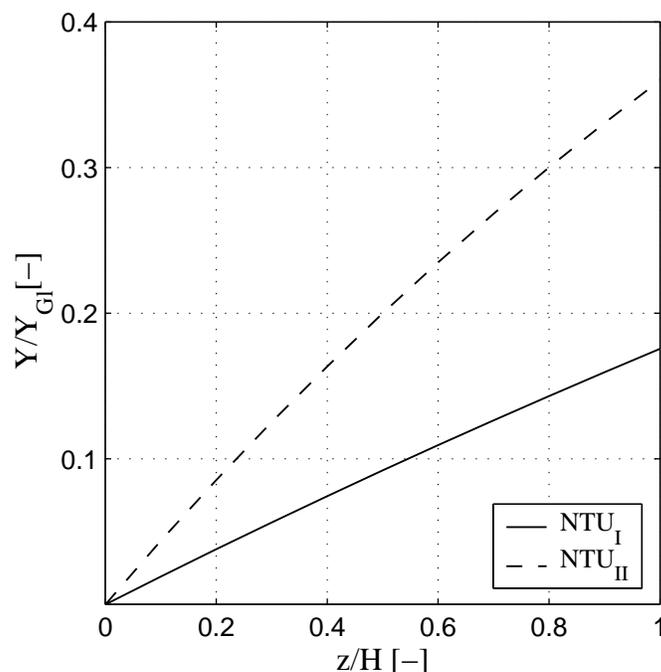


Abbildung 4.20: Abhängigkeit der Luftaustrittsfeuchte von der Höhe der Wirbelschicht und der NTU-Zahl ($NTU_I = 0,7$ entspricht Versuch VM2).

Anhand dieser Abbildung 4.20 wird deutlich, dass unterschiedliche Chargenmengen unterschiedliche Austrittsfeuchten bedingen, sofern der Sättigungszustand der Luft nicht erreicht wird.

4.2.3 Variation der Lufteintrittstemperatur

Im Rahmen der experimentellen Untersuchungen mit Möhren wurden zwei Versuche mit unterschiedlichen Lufteintrittstemperaturen mit dem Ziel realisiert, den Einfluss auf die Trocknungsgeschwindigkeit herauszustellen. Die Versuche lauten

- VM4: Lufteintrittstemperatur $\vartheta_{ein} = -4 \text{ } ^\circ\text{C}$ und
- VM5: Lufteintrittstemperatur $\vartheta_{ein} = -6 \text{ } ^\circ\text{C}$.

Alle weiteren Parameter der Versuche können der Tabelle 4.2 entnommen werden.

Die Verläufe der Trocknungskurven beider Versuche zeigen im Gegensatz zur Modellschubstanz $\gamma - Al_2O_3$ nur sehr geringfügige Unterschiede in der Trocknungsgeschwindigkeit. Dies kann einerseits mit dem Fehlen des 1. Trocknungsabschnitts und andererseits mit der nur geringen Temperaturdifferenz begründet werden. Das Fehlen des 1. Trocknungsabschnitts deutet darauf hin, dass kein oder nur sehr wenig freies Oberflächenwasser an den Möhren vorhanden ist. Fehlt dieses freie Oberflächenwasser, so wird das Gleichgewicht für die Triebkraft der Sublimation neben der Temperatur von den Bindungskräften

beeinflusst. Liegen die realisierten Trocknungstemperaturen nun sehr dicht beieinander, werden sich die Sorptionsisothermen, die das Gleichgewichtsverhalten infolge von zusätzlichen Bindungskräften beschreiben, kaum voneinander unterscheiden. Für eine konkrete Produktbeladung während der Trocknung bedeutet dies nun, dass die relativen Gleichgewichtsfeuchten beider Temperaturen nahezu identisch sind

$$\varphi_{\vartheta_1} \simeq \varphi_{\vartheta_2} \quad (4.21)$$

Der Temperaturunterschied der Luft sorgt, wie schon für die Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$ beschrieben, für eine unterschiedliche Produkttemperatur und somit an der Phasengrenze Produkt-Luft für einen unterschiedlichen Satttdampfdruck. Ist wie im Experiment

$$\vartheta_1 > \vartheta_2, \quad (4.22)$$

so ist der Satttdampfdruck

$$p_{Sat,1} > p_{Sat,2}. \quad (4.23)$$

Bei annähernd gleicher relativer Feuchte aufgrund der nahezu identischen Sorptionsisothermen folgt, dass der Gleichgewichtsdampfdruck an der Phasengrenze

$$p_{Gl,1} > p_{Gl,2} \quad (4.24)$$

ist. Die genannten Schlussfolgerungen müssten im Experiment mit Möhren, wie bei der Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$, eine Geschwindigkeitserhöhung erkennen lassen. Bei Sicht auf die Trocknungskurven ist, wie schon erwähnt, kein deutlicher Geschwindigkeitsunterschied erkennbar. Dies hängt bei den Möhren mit dem genannten Fehlen des 1. Trocknungsabschnittes zusammen. Vom ersten Augenblick der Trocknung wirken zusätzliche innere Widerstände, die den Einfluss der Temperatur mindern. Um in der Praxis eine sichere Einschätzung zum Einfluss der Lufteintrittstemperatur auf die Trocknungsgeschwindigkeit treffen zu können, ist der Temperatureinfluss der Sorptionsisothermen des jeweiligen zu trocknenden Gutes näher zu untersuchen. Nur wenn sich markante Unterschiede bei Produkten ohne ausgeprägten ersten Trocknungsabschnitt zwischen den Sorptionsisothermen zweier Temperaturen ergeben und die inneren Widerstände das Trocknungsverhalten nicht zu sehr dominieren, ist aus wirtschaftlichen Aspekten eine Lufttemperaturerhöhung für eine Trocknungsgeschwindigkeitserhöhung sinnvoll.

4.2.4 Variation der Produktgröße

Im industriellen Maßstab kommt es häufig vor, dass unterschiedliche Produktgrößen getrocknet werden müssen. Die Gründe dafür sind vielseitig. So können unterschiedliche Anwendungen, verschiedene Verarbeitungsstufen oder verändertes Kundenverhalten ein Grund sein, dass ein Produkt in veränderter Produktgröße zu trocknen ist. Der Betreiber des Trockners steht dann oft vor der Aufgabe, den vorhandenen Apparat in seinem bisherigen Zustand zu nutzen oder derartige Modifikationen vorzunehmen, dass der Trockner für die veränderten Produkteigenschaften einsetzbar ist.

Die folgenden zwei Versuche

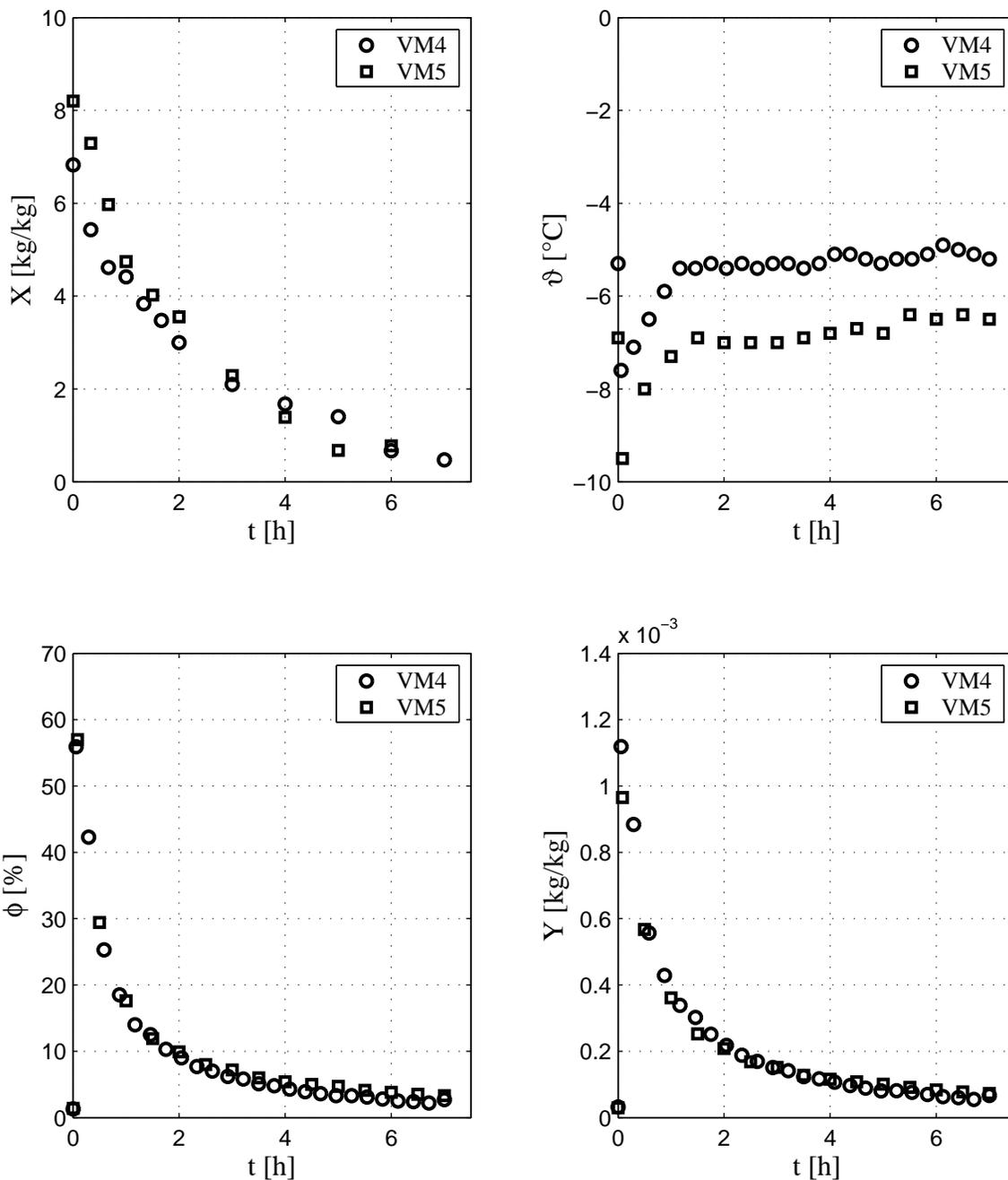


Abbildung 4.21: Versuche VM_4 ($\vartheta_{ein} = -4^{\circ}\text{C}$) und VM_5 ($\vartheta_{ein} = -6^{\circ}\text{C}$) - Abnahme der Schichtmasse mit der Zeit, Änderung der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

- *VM3*: mittlere Produktgröße $a_P = 2 \text{ mm}$ und
- *VM5*: mittlere Produktgröße $a_P = 3 \text{ mm}$.

stellen den Einfluss der Produktgröße bei konstanter Schichtmasse auf die Trocknungsgeschwindigkeit dar. Die konkreten Parameter der Versuche sind in der Tabelle 4.2 zu finden.

Die Abbildung 4.22 verdeutlicht, dass mit zunehmender Produktgröße die Trocknungsgeschwindigkeit verringert wird. Dies hängt im Wesentlichen von zwei Faktoren ab. Zum einen verringert sich bei konstanter Schichtmasse mit zunehmender Produktgröße die Oberfläche, die dem Stoffübergang des zu sublimierenden Wassers dient. Ein weiterer Effekt größerer Produktstücke, im Besonderen bei Produkten, deren Trocknung durch innere diffusive Widerstände limitiert ist, sind die längeren Diffusionswege bis an die Oberfläche des Produktes.

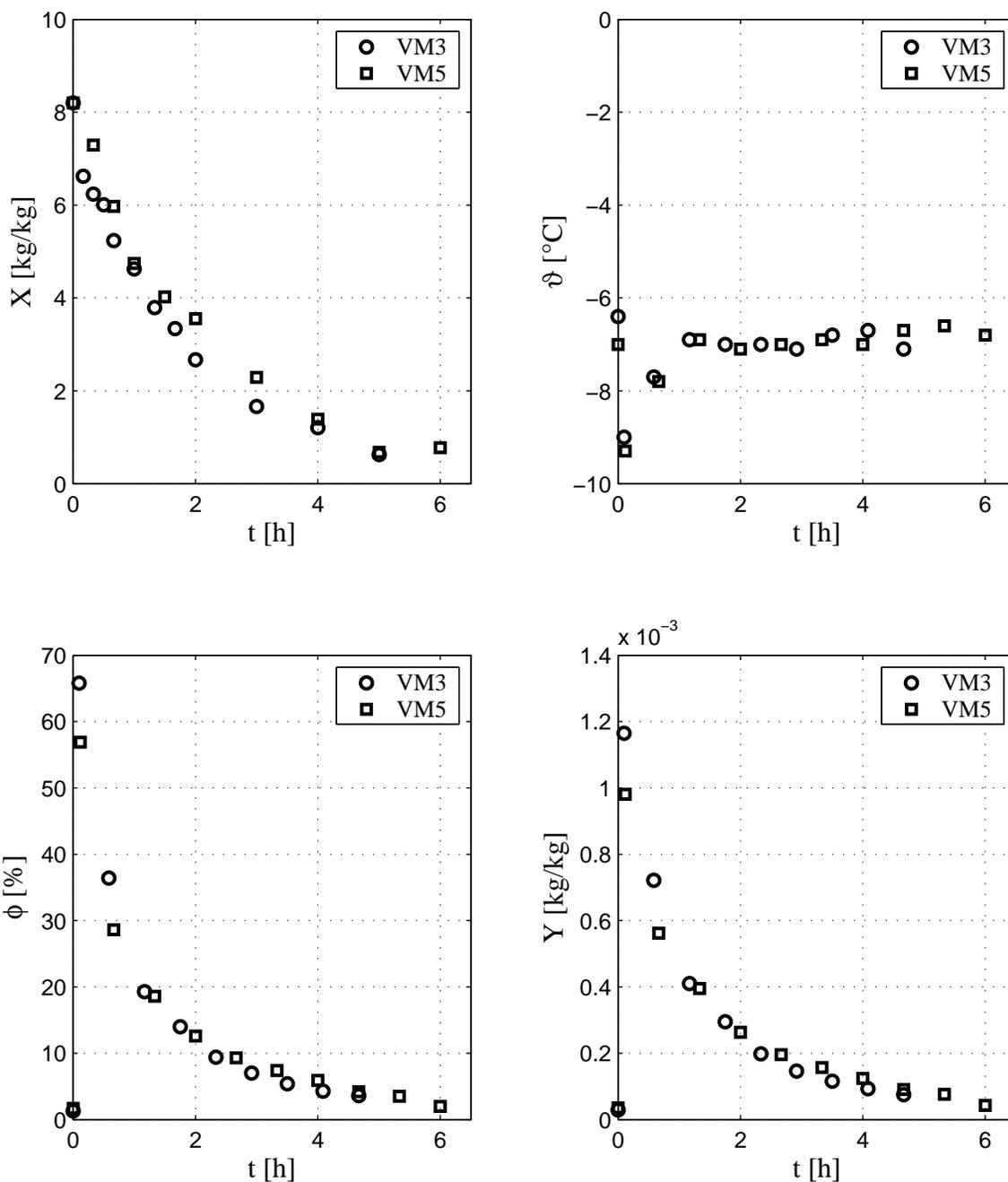


Abbildung 4.22: Versuche $VM3$ ($a_P = 2 \text{ mm}$) und $VM5$ ($a_P = 3 \text{ mm}$) - Abnahme der Schichtmasse mit der Zeit, Änderung der Temperatur, der relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb der Wirbelschicht mit der Zeit.

4.2.5 Validierung der Modelle für das Produkt Möhren

Im Rahmen der Untersuchungen der Modells substanz $\gamma - Al_2O_3$ hat sich herausgestellt, dass die von *Burgschweiger* [12] sowie *Heinrich* [33] und *Machnow* [60] entwickelten und für die Gefriertrocknung erweiterten Modelle das Verhalten der Produkt- und Luftfeuchte sowie der Lufttemperatur gut beschreiben. Aus diesem Grund sollen sie auch zur Beschreibung des Gefriertrocknungsverhaltens der Möhren verwendet werden. Beide Modelle basieren jedoch auf der Nutzung der sogenannten normierten Trocknungskurve des Einzelpartikels zur Beschreibung der inneren Partikelwiderstände. Wie von *Groenewold* [26] beschrieben, ist die Voraussetzung der Bestimmung und Anwendung einer normierten Trocknungskurve, die Existenz eines 1. Trocknungsabschnittes.

Die experimentellen Gefriertrocknungsversuche von Möhren zeigen keinen ausgeprägten 1. Trocknungsabschnitt. Sowohl aus der Versuchsvorbereitung als auch aus dem Alltag ist bekannt, dass beim Zerkleinern von Möhren Flüssigkeit freigesetzt wird. Diese Flüssigkeit ist jene, die aus den beim Zerkleinerungsprozess zerstörten Zellen heraustritt. Auch die zerkleinerten und für die Gefriertrocknungsversuche eingefrorenen Möhren zeigen an ihrer Oberfläche eine feine Eisschicht. Es ist optisch sichtbar freies Oberflächenwasser, wenn auch nur in sehr geringen Mengen, vorhanden. Dies ist der Anlass, auch für die Möhren das Prinzip der normierten Trocknungskurve eines Einzelpartikels im Modell zu verwenden. Die Normierung lautet

$$\phi(\xi) = \frac{\dot{m}_W^{Sub}}{\dot{m}_W^{Sub}|_{I.TA}} = \frac{\frac{dx}{dt}}{\left. \frac{dx}{dt} \right|_{I.TA}} \quad (4.25)$$

wobei die Geschwindigkeit im 1. Trocknungsabschnitt $\left. \frac{dx}{dt} \right|_{I.TA}$ der Geschwindigkeit zur Zeit $t = 0$ s entspricht und die kritische Beladung X_{krit} gleich der Anfangsbeladung $X(t = 0)$ gesetzt wird.

Da die Trocknungskurve eines einzelnen Möhrenstücks nicht direkt gemessen wurde, fand eine iterative Ermittlung der Einzelpartikel-trocknungskurve mit Hilfe des von *Burgschweiger* [12] entwickelten und für die Gefriertrocknung erweiterten Wirbelschichtmodells anhand eines Wirbelschichtversuchs statt. Die Einzelpartikel-trocknungskurve unterscheidet sich dabei von der Trocknungskurve des Partikelhaufwerkes in der Wirbelschicht, da in der Wirbelschicht sämtliche Widerstände summiert vorliegen. Die so ermittelte normierte Trocknungskurve eines einzelnen Möhrenstücks zeigt die Abbildung 4.23.

Eine weitere für die Kinetik der Trocknung entscheidende Stoffeigenschaft im Ansatz *Burgschweigers* (siehe Abschnitt 3.1.3.2) ist das Gleichgewichtsverhalten, welches mit Hilfe von Sorptionsisothermen beschrieben wird. Im Rahmen der Arbeit fand für das Produkt Möhren ausschließlich die Messung von Adsorptionsisothermen statt. Die Abbildung 4.24 zeigt ein solches Adsorptionsverhalten von getrockneten Möhren bei 20 °C. Die Messung der Desorptionsisothermen führte zu keinen positiven Ergebnissen, da die

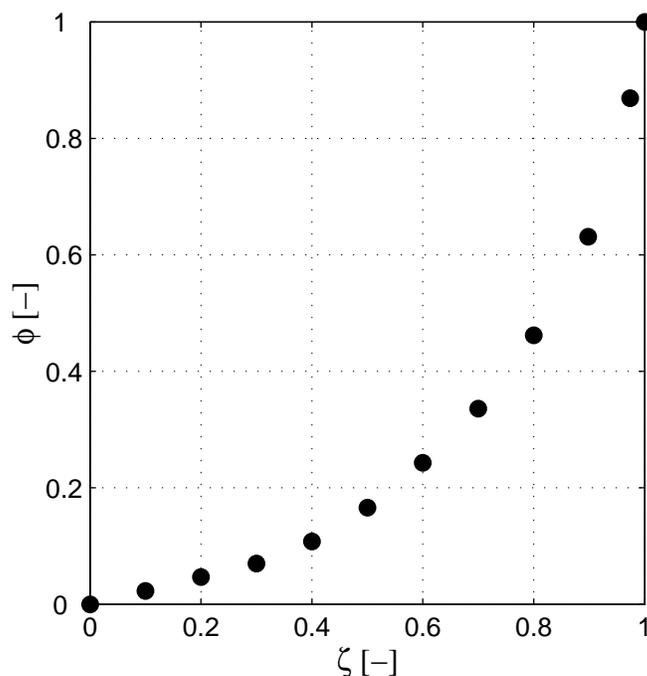


Abbildung 4.23: Normierte Einzelpartikel Trocknungskurve von Möhren.

hohe Anfangsfeuchte des Naturprodukts Möhren und die benötigte Messzeit Schimmelpilzbildung hervorrief. Die Ergebnisse wurden verworfen. Die eigens gemessenen Adsorptionsisothermen können jedoch innerhalb des Modells nicht verwendet werden, da sich getrocknete und über die Luft befeuchtete Möhrenstücke auch bei 100 % Luftfeuchte nicht annähernd auf die Beladung im Erntezustand anreichern. Dem entsprechend wurde eine von *Jia* [42] in der Literatur vorgestellte Korrelation für das Desorptionsverhalten von Möhren innerhalb des Modells verwendet. Die Abbildung 4.25 zeigt das korrelierte Desorptionsverhalten von Möhrenstücken. Wie die Abbildung verdeutlicht, ist über einen weiten Bereich der Produktbeladung die Gleichgewichtsbeladung nahe der Sättigungsbeladung der Luft. Vereinfachend und für eine erste Abschätzung des Trocknungsverhaltens könnte die Gleichgewichtsbeladung gleich der Sättigungsbeladung gesetzt werden.

Neben der Trocknungskurve eines einzelnen Möhrenstücks und der Sorptionsisothermen werden weitere stoffliche Parameter, wie Dichte und spezifische Wärmekapazität, benötigt. Die Korrelationen zur Berechnung dieser Stoffparameter und ihr Ursprung sind im Anhang A zusammengestellt. Wie schon im Abschnitt 2.3.1.2 beschrieben, wurden die experimentell zu trocknenden Möhrenstücke annähernd als Quader geschnitten und grob gesiebt. Der Mittelwert der beiden Maschenweiten wurde als mittlere Kantenlänge der Quader angenommen. Aus der sich ergebende Quaderoberfläche wurde ein oberflächengleicher Kugeldurchmesser von $d_p = 3 \text{ mm}$ gebildet, der die Grundlage sämtlicher Berechnungen darstellt.

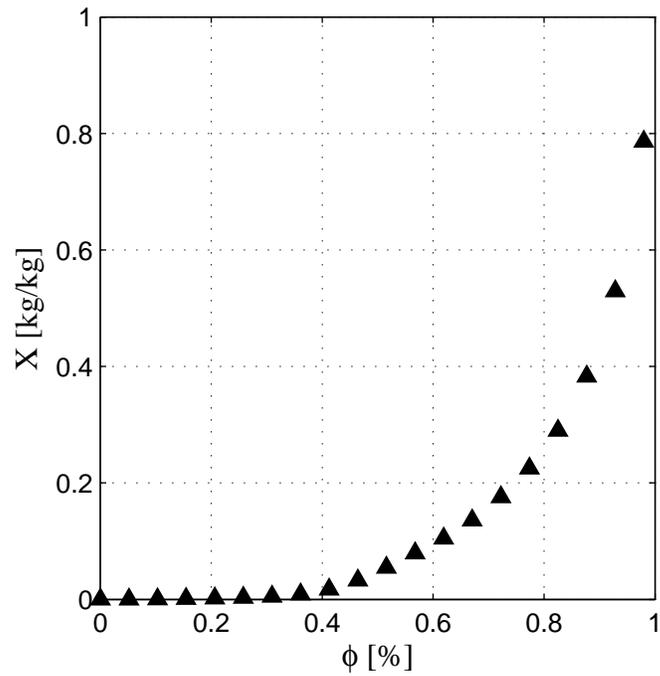


Abbildung 4.24: Experimentell ermittelte Adsorptionsisotherme vom Möhren bei 20 °C.

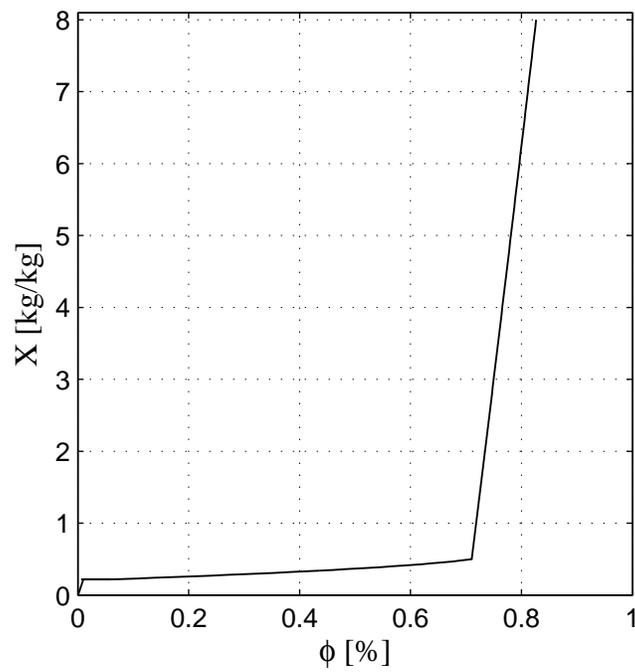


Abbildung 4.25: Korellation von *Jia* [42] zur Beschreibung der Sorptionsisotherme von Möhren bei -5 °C.

4.2.5.1 Trocknungsmodell von *Burgschweiger* [12]

Der Vergleich der Trocknungs-, Luftfeuchte- und Temperaturverläufe zwischen dem entwickelten Modell und den experimentell gewonnenen Ergebnissen erfolgt an dieser Stelle beispielhaft für den Versuch VM2 (siehe Abbildung 4.26). Die Ergebnisse der Validierung zeigen deutlich, dass das dargestellte und für die Gefriertrocknung erweiterte Modell von Burgschweiger auch in der Lage ist, das Gefriertrocknungsverhalten realer Produkte zu beschreiben. Die Nachrechnungen sämtlicher Versuche im Anhang D zeigen befriedigende Übereinstimmungen und bestätigen zudem die Vorgehensweise der Nutzung der normierten Trocknungskurve.

4.2.5.2 Trocknungsmodell von *Heinrich* [33] und *Machnow* [60]

Auch das erweiterte Modell *Heinrichs* [33] und *Machnows* [60] zeigt anhand des Versuchs VM2 grundsätzlich der Messung ähnelnde Verläufe (siehe Abbildung 4.27). Es soll an dieser Stelle noch einmal darauf verwiesen werden, dass in dem Modell die Hemmungen des Gleichgewichtsverhaltens über die Sorptionsisothermen fehlen und dem entsprechend nur die Trocknung solcher Produkte berechenbar ist, deren Gleichgewichtsverhalten nahe dem Satttdampfdruck ist.

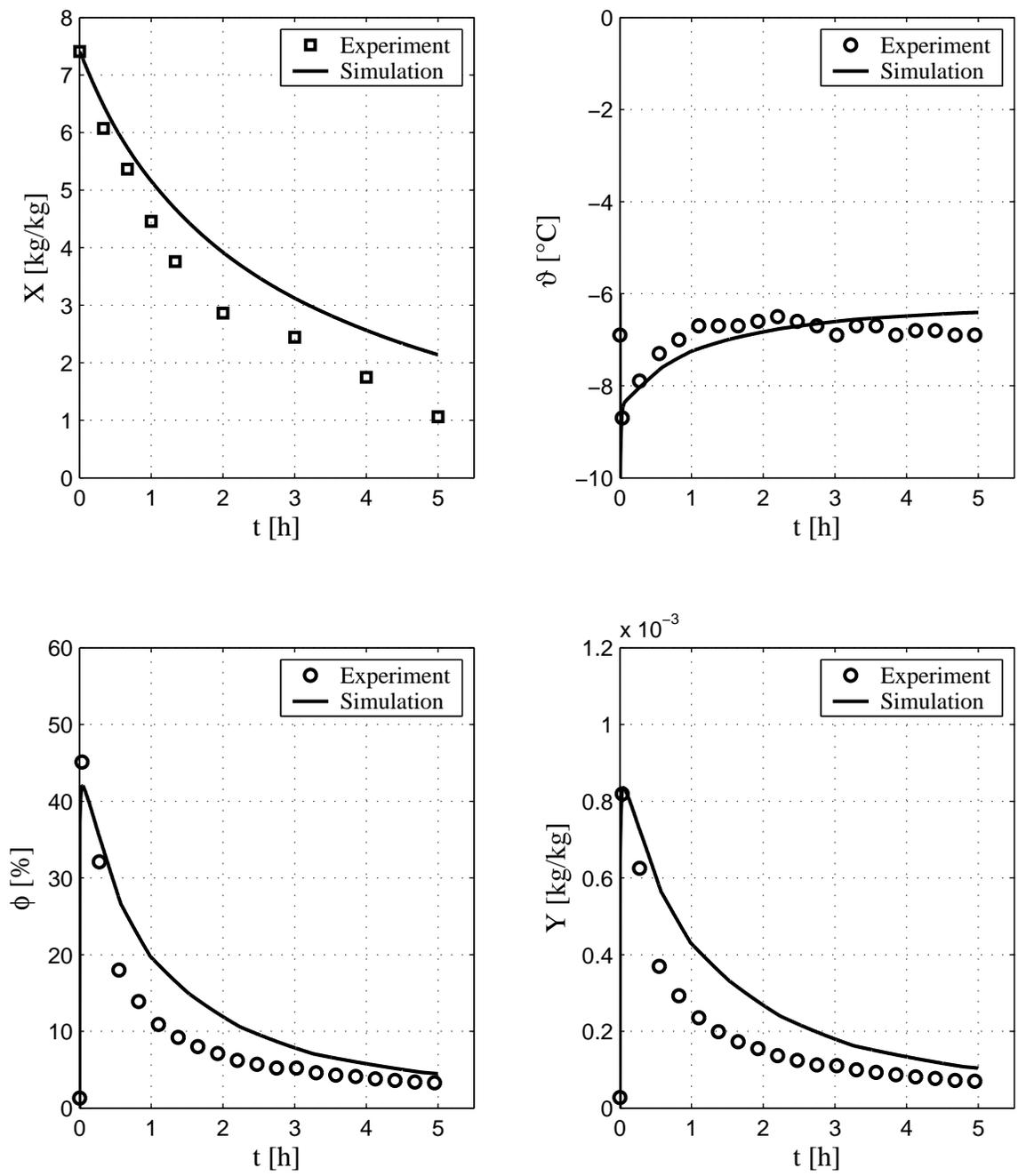


Abbildung 4.26: Vergleich zwischen Simulation und Experiment mit dem kinetischen Ansatz nach *Burgschweiger*.

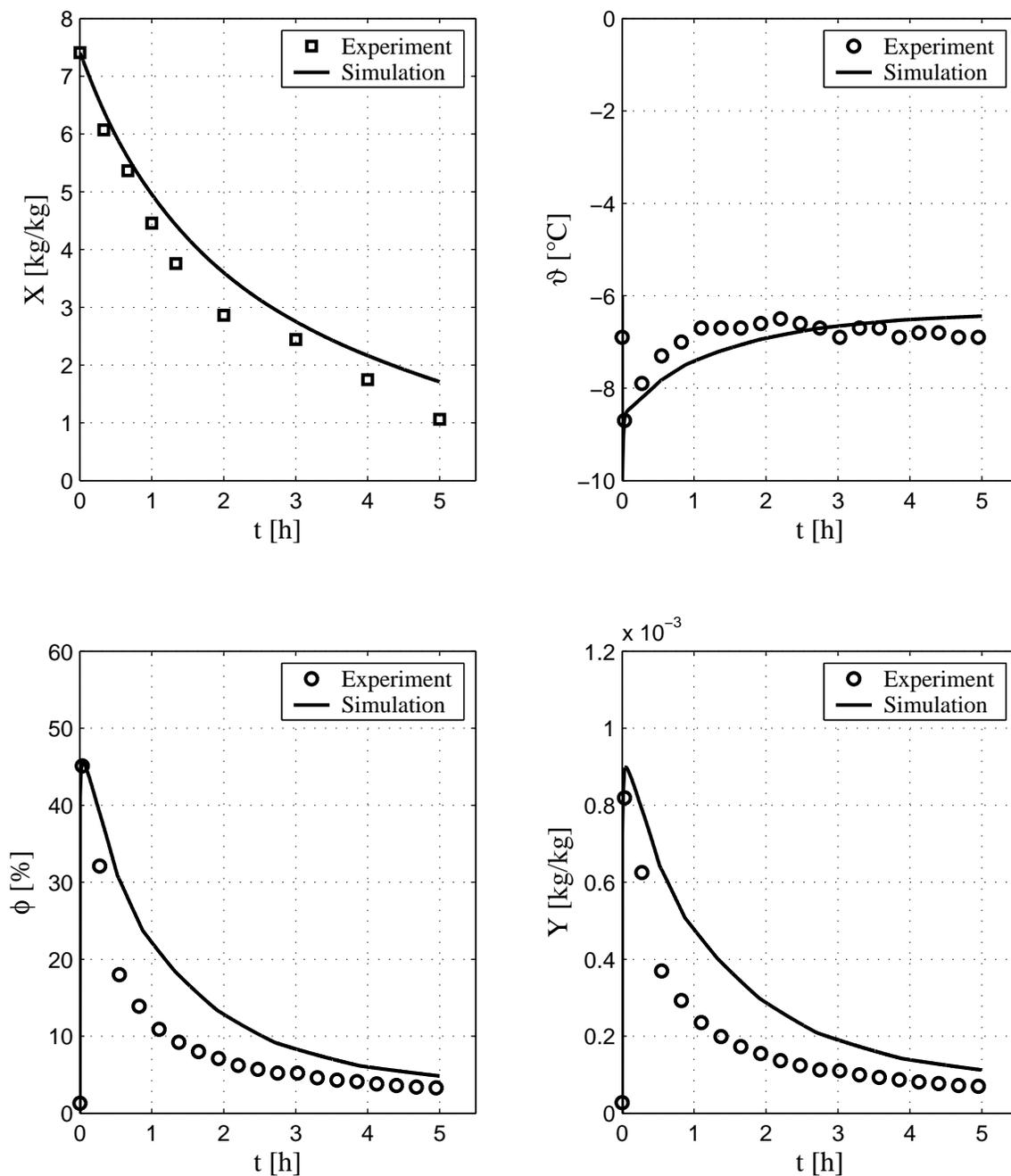


Abbildung 4.27: Vergleich zwischen Simulation und Experiment mit dem kinetischen Ansatz nach *Heinrich* und *Machnow*.

4.2.6 Vereinfachte Modellvorstellung zur Beschreibung der Trocknungskurve

Das Naturprodukt Möhren veranlasste aufgrund des nicht vorhandenen ausgeprägten 1. Trocknungsabschnittes zu Überlegungen, die beschriebenen Modelle einschließlich der Stoffübergangskinetiken zu nutzen und dennoch das Normierungskonzept von *van Meel* [65] zu umgehen. Die Überlegungen basieren auf den Erkenntnissen, dass die normierte Trocknungskurve des Einzelpartikels im Modell dazu dient, innere Widerstände zu beschreiben. Anhand solcher normierter Trocknungskurven wird ersichtlich, dass mit abnehmender Produktfeuchte der Widerstand bzw. die Hemmung für den Stofftransport zunimmt. Sind die inneren Widerstände diffusiver Natur, so soll im vereinfachten Modell der zunehmende Widerstand mit abnehmender Produktfeuchte als Resultat eines sich zurückziehenden Eisspiegels und des damit verbundenen verlängerten Transportweges gedeutet werden [51].

Der Diffusionskoeffizient hängt im freien Gasraum von der Temperatur, dem Druck und vom Stoffsystem ab. Die Beschreibung der Diffusion im Inneren von Materialien gestaltet sich aufgrund der Materialeigenschaften häufig als sehr schwierig. Da dennoch für die Diffusion von Wasserdampf in Möhren in der Literatur [30] Werte zu finden sind, erfolgt an dieser Stelle eine einfache Modellentwicklung zur Beschreibung der Trocknungskurve eines Einzelpartikels. Die folgenden Beschreibungen lehnen sich an die Herleitung der Beschreibung stationärer Wärmedurchgänge durch einschichtige Wände an [41]. Der gasseitig abtransportierte, sublimierte Wasserdampfstrom wird dabei durch die Gleichung

$$\dot{m}_W^{Sub} = \beta A_P \rho_{tr.L} (Y_{PO} - Y) \quad (4.26)$$

beschrieben. Die Beladung Y_{PO} in der Gleichung entspricht der Beladung an der Produktoberfläche und Y jener in der Kernphase der Luft. Da der sublimierte Wasserdampfstrom, der durch die Gasphase abtransportiert wird, jenem entsprechen soll, welcher durch Diffusion im Produkt an die Oberfläche herantransportiert wird, lässt sich der Strom auch durch einen Diffusionsansatz mit der Gleichung

$$\dot{m}_W^{Sub} = D A_P \rho_{tr.L} \frac{Y_{Gl} - Y_{PO}}{R_P - R_i} \quad (4.27)$$

beschreiben. Y_{Gl} entspricht der Gleichgewichtsbeladung, welche aus der Sorptionsisothermen resultiert. Die Differenz $R_P - R_i$ ist der sich während der Trocknung verändernde Diffusionsweg, wobei R_P der Außenradius des Produktes ist und R_i der sich nach innen zurückziehende Radius des Eisspiegels. Die Eliminierung der Oberflächenbeladung des Produktes führt zu der Gleichung

$$\dot{m}_W^{Sub} = \frac{\beta}{\frac{D + \beta(R_P - R_i)}{D}} A_P \rho_{tr.L} (Y_{Gl} - Y), \quad (4.28)$$

wobei der Term $\frac{D}{D + \beta(R_P - R_i)}$ die Transporthemmungen durch innere Widerstände darstellt. Dieser Term

$$\phi = \frac{D}{D + \beta(R_P - R_i)} \quad (4.29)$$

reduziert vergleichbar mit der dimensionslosen Trocknungsgeschwindigkeit eines Einzelpartikels die Trocknungsgeschwindigkeit, nachdem das freie Oberflächenwasser ($R_P = R_i$) abgegeben wurde.

Ist der Diffusionskoeffizient bekannt, muss noch der Diffusionsweg beschrieben werden. Die Gefriertrocknung zeichnet sich unter anderem dadurch aus, dass die getrockneten Produkte nur geringen Schrumpfungen unterliegen. Dem entsprechend wird im Modell von einer konstanten Produktgröße ($R_P = const$) ausgegangen. Die Beschreibung des sich zurückziehenden Radius R_i basiert auf der Annahme, dass er sich in dem Maß reduziert, wie Eis sublimiert wird. Zum Zeitpunkt $t = 0$ s sind die Produktbeladung und die Trockensubstanz bekannt, woraus sich mit der Dichte des Eises das reine Eisvolumen innerhalb eines Produktstücks nach Gleichung

$$V_{Eis,t=0} = \frac{X_{t=0}m_{tr.P}}{\rho_{Eis}} \quad (4.30)$$

berechnen lässt. Mit Hilfe des Volumens eines Produktstücks kann ein relatives Eisvolumen nach Gleichung

$$\varepsilon_{Eis} = \frac{V_{Eis,t=0}}{V_P} \quad (4.31)$$

definiert werden. Es wird weiterhin angenommen, dass das Produkt homogen aufgebaut ist, so dass beispielsweise im Kern eines Produktes das gleiche relative Eisvolumen wie am Rand des Produktes vorliegt. Das Volumen des sich zurückziehenden Kerns ergibt sich unter den getroffenen Annahmen mit Hilfe der Gleichung

$$V_i\langle t \rangle = \frac{V_{Eis}\langle t \rangle}{\varepsilon_{Eis}} = \frac{X\langle t \rangle m_{tr.P}}{\rho_{Eis}\varepsilon_{Eis}}. \quad (4.32)$$

Für den gesuchten Radius folgt nach Umstellung

$$R_i\langle t \rangle = \sqrt[3]{\frac{3X\langle t \rangle m_{tr.P}}{4\pi\rho_{Eis}\varepsilon_{Eis}}}. \quad (4.33)$$

In der Abbildung 4.28 sind die aus dem vereinfachten Modell folgenden Trocknungsverläufe für unterschiedliche in der Literatur veröffentlichte Diffusionskoeffizienten der im Modell verwendeten Einzelpartikel Trocknungskurve gegenüber gestellt. Die Ergebnisse zeigen, wie zu erwarten ist, dass die mit dem Diffusionskoeffizienten im freien Gasraum berechnete Trocknungskurve den Grenzfall des geringsten Widerstandes darstellt. Die von [30] ermittelte Korrelation für Möhren wurde bisher nur für positive Temperaturen validiert. Sie zeigt, dass der durch sie berechnete Diffusionskoeffizient gegenüber der iterativ ermittelten Einzelpartikel Trocknungskurve zu einem erhöhten Widerstand führt. Es wird vermutet, dass die bei der Warmlufttrocknung auftretenden Schrumpfungseffekte in die Korrelation mit einfließen und somit gegenüber der Gefriertrocknung zu Abweichungen führen. Die berechneten Ergebnisse für die in den Veröffentlichungen [64] und [56] angegebenen Diffusionskoeffizienten von Wasserdampf im Produkt Kartoffeln und in Calcium-Alginat bei negativen Temperaturen zeigen ähnliche Verläufe. Das einfache Modell ist in der Lage, das grundsätzliche Verhalten qualitativ und quantitativ nachzuempfinden.

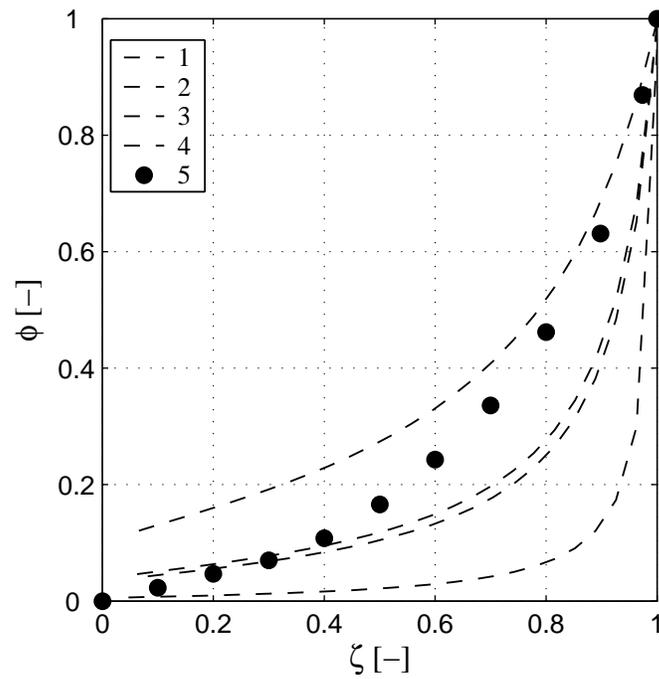


Abbildung 4.28: Berechnete Trocknungsverläufe anhand des vereinfachten Modells mit dem Diffusionskoeffizienten: 1 Wasserdampf im freien Gasraum, 2 Wasserdampf in Möhren [30], 3 Wasserdampf in Calcium-Alginat [56], 4 Wasserdampf in Kartoffeln [64], 5 iterativ angepasste Einzelpartikelrocknungskurve von Möhren aus dem Wirbelschichtmodell.

4.3 Versuche mit weiteren biologischen Produkten

Im Rahmen dieser Arbeit wurden experimentelle Untersuchungen zur atmosphärischen Wirbelschichtgefrier-trocknung von zwei weiteren biologischen Produkten, wie Küchen-Zwiebeln und Brokkolisprossen, durchgeführt. Die Versuche zur Trocknung von Küchen-Zwiebeln dienen ausschließlich dem Nachweis der Realisierbarkeit der Wirbelschichtgefrier-trocknung biologischer Produkte, deren Struktur und Zusammensetzung den Einsatz von Gefrier-trocknungsverfahren zur Erhaltung ihrer Aktivität verlangen. Die dargestellte Gefrier-trocknung von Brokkolisprossen zeigt beispielhaft, dass nach Vorbehandlung (siehe Abschnitt 2.3.1.2) auch schwer fluidisierbare natürliche Produkte mit dem untersuchten Verfahren gefriergetrocknet werden können. Die Tabellen 4.3 und 4.4 stellen die Parameter der Beispielversuche dar.

Tabelle 4.3: Beispielversuche mit Küchen-Zwiebeln

Nr.	T_{LE} [° C]	T_U [° C]	\dot{m}_L [kg/s]	d_P [mm]	m_P [kg]
VZ1	-5	-17	0,02	3-5	1
VZ2	-10	-17	0,02	3-5	1
VZ3	-20	-17	0,02	3-5	1

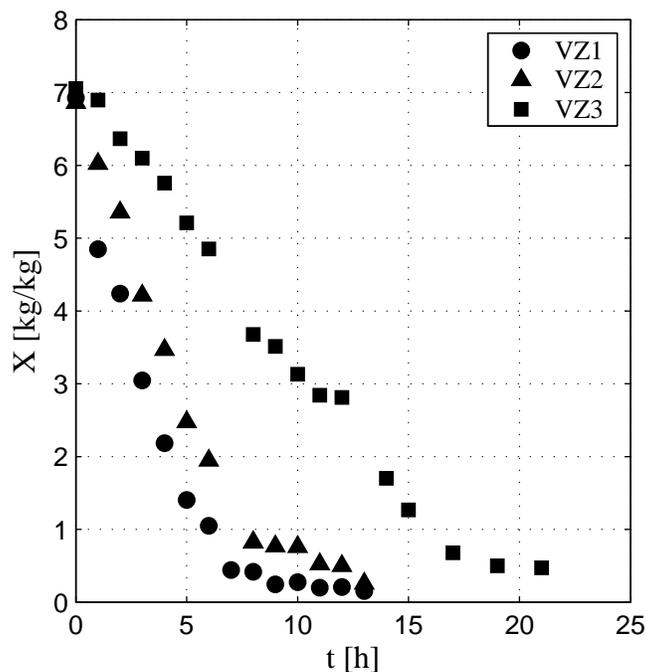


Abbildung 4.29: Beispielversuche Küchen-Zwiebeln - Variation der Gaseintrittstemperatur

Tabelle 4.4: Beispielversuch mit Brokkolisprossen

Nr.	T_{LE} [° C]	T_U [° C]	\dot{m}_L [kg/s]	d_P [mm]	l_P [mm]	m_P [kg]
VS1	-6	-17	0,02	6	5	470

Analog dem natürlichen Produkt Möhren weisen auch Küchen-Zwiebeln sowie Brokkolisprossen keinen ausgeprägten 1. Trocknungsabschnitt auf. Anhand der Variation der Luft Eintrittstemperatur bei den Beispielversuchen für die Küchen-Zwiebeln lassen sich grundsätzlich analoge Tendenzen zu den bei der Möhrentrocknung festgestellten erkennen (siehe Abbildung 4.30). Eine Erhöhung der Luft Eintrittstemperatur führt aus den schon genannten Gründen (siehe Abschnitt 4.2.3) zu einer Verringerung der Trocknungszeit. Im Fall des Produktes Zwiebeln muss aufgrund der Zusammensetzung der Produktflüssigkeit (hoher Zuckergehalt) die Trocknungstemperatur so tief unterhalb von 0 °C gewählt werden, dass eine Sublimationstrocknung zur Erhaltung der wertgebenden Inhaltsstoffe gewährleistet ist. Aus wirtschaftlichen Aspekten wird dementsprechend vorgeschlagen, diese Temperatur im Vorfeld zu ermitteln und die Trocknungstemperatur jener anzunähern, um somit die Trocknungsgeschwindigkeit bei Erhaltung der wertgebenden Inhaltsstoffe zu optimieren. Nähere Untersuchungen diesbezüglich fanden im Rahmen dieser Arbeit nicht statt.

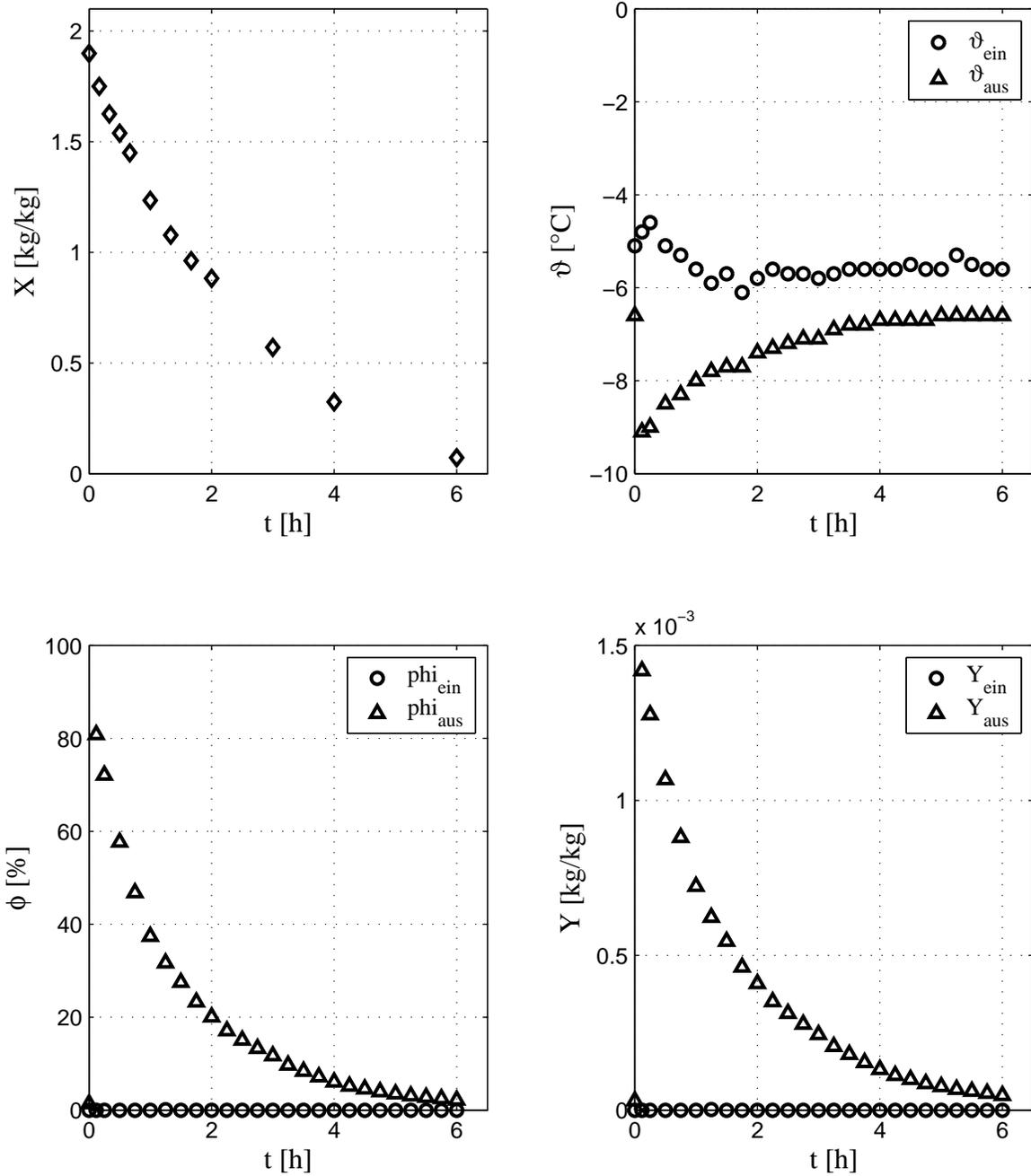


Abbildung 4.30: Beispielversuch Brokkolisprossen.

4.4 Verhalten des Adsorbers

Im Rahmen dieses Abschnittes der Arbeit wird auf die zweite wesentliche Anlagenkomponente, den Adsorber, eingegangen. Im Abschnitt 3.2 wird ein Modell vorgeschlagen, welches eine Abschätzung des Adsorberverhaltens ermöglichen soll. Es gilt, dieses Modell zu überprüfen und die im Abschnitt 3.2 erhobenen Fragen zu beantworten.

4.4.1 Validierung des Adsorbermodells

Das im Abschnitt 3.2 vorgestellte Modell lässt eine orts- und zeitabhängige Berechnung des Adsorptionsverhaltens zu. Für eine konkrete und ausgiebige Validierung des Modells fanden jedoch im Rahmen dieser Arbeit keine gesonderten Versuchsreihen statt, da der Schwerpunkt der Arbeit auf die Wirbelschichtgefrietrocknung gelegt wurde. Während eines Trocknungsversuchs wurden aber neben den Ein- und Austrittswerten an der Wirbelschicht mit Hilfe des Messwerterfassungssystems zusätzlich die Temperaturen direkt am Ein- und Ausgang des Adsorbers aufgezeichnet. Der am Adsorbereingang gemessene Temperaturverlauf über der Trocknungszeit ist eine Eingangsgröße im Modell. Dieser Temperaturverlauf unterscheidet sich infolge von Wärmeverlusten vom Austrittstemperaturverlauf der Wirbelschicht. Bei annähernd adiabater Prozessführung (Isolierung der Rohrleitungen und Apparate) sollten beide Temperaturverläufe übereinstimmen. Der als weitere Eingangsgröße erforderliche Feuchteverlauf entspricht dem am Austritt der Wirbelschicht gemessenen.

Neben den Eigenschaften der Luft am Eintritt des Adsorbers sowie den Adsorberabmessungen (siehe Abschnitt 2.1.2) sind Eigenschaften des Adsorbens entscheidend für die Simulation. Hierzu zählen im Besonderen das Sorptionsverhalten und die bei der Adsorption freigesetzte Bindungswärme. Zum Sorptionsverhalten wurden Sorptionsisothermen bei 20 °C, 25 °C und 30 °C gemessen und verglichen. Die gemessenen Verläufe in der Abbildung 4.31 zeigen, dass im untersuchten Temperaturbereich keine wesentlichen Unterschiede bis zu Beladungen von $X = 0,35 \frac{kg}{kg}$ feststellbar sind. Da die Unterschiede der Sorptionsisothermen und die Temperaturschwankungen im Prozess sehr gering sind, wird für die Simulationsrechnung angenommen, dass keine Temperaturabhängigkeit der Adsorption vorliegt. Der Simulation liegt die gemessene Sorptionsisotherme von 25 °C zu Grunde. Eine Messung der Sorptionsisothermen für KC-Trockenperlen bei negativen Temperaturen fand im Rahmen der Arbeit nicht statt. Die Bindungswärme im Modell wurde nach [51] mit der Gleichung

$$\Delta h_{Sorp} = R_D T \ln \left(\frac{1}{\varphi(X)} \right) \quad (4.34)$$

berechnet. Das gemessene Temperaturverhalten des Adsorbers ist dem Versuch VG2 zuzuordnen.

Der Vergleich der gemessenen mit der simulierten Austrittstemperatur in Abbildung 4.32 zeigt zufriedenstellende Übereinstimmung. Das entwickelte Modell ist grundsätz-

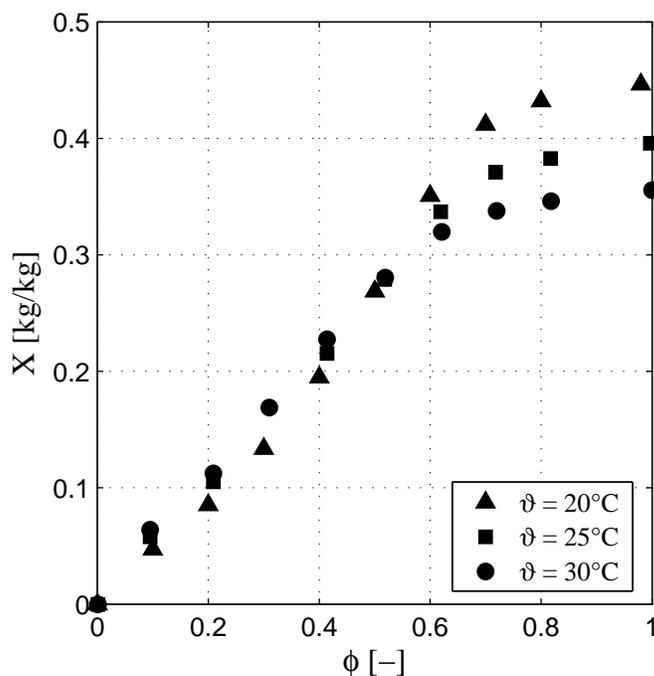


Abbildung 4.31: Experimentell ermittelte Adsorptionsisothermen von KC-Trockenperlen bei 20 °C, 25 °C und 30 °C.

lich in der Lage, das Temperaturverhalten der Messung nachzuempfinden. Die berechneten Temperaturen liegen generell etwas über den experimentell gewonnen Daten. Da als Simulationseingangsgröße des Adsorbers für die Feuchte die Austrittswerte direkt oberhalb der Wirbelschicht verwendet wurden, wird vermutet, dass real ein gewisser Teil an Feuchte im Staubfilter der Wirbelschicht adsorbiert wurde und somit die Eintrittsfeuchte am Adsorber etwas geringer ist. Das führt zu einer verringerten Freisetzung an Adsorptionswärme im Adsorber und erklärt die geringeren Temperaturen. Wie zu erwarten ist, zeigen die Ergebnisse, dass die speziell im ersten Trocknungsabschnitt in der Wirbelschicht anfallenden und im Adsorber adsorbierten Wasserdampfmengen zu einer merklichen Temperaturerhöhung führen. Nach Beendigung der Adsorption sinkt die Temperatur am Austritt des Adsorbers aufgrund von Wärmeverlusten wieder etwas unter den Eintrittswert. Die Luft selber verlässt während der gesamten Versuchszeit getrocknet den Adsorber, da das Adsorbens ungesättigt ist. Die Abbildungen 4.33 und 4.34 stellen zusätzlich die simulierte Dynamik für die Lufttemperatur beim Durchströmen des Adsorbers und die Adsorberbeladung dar.

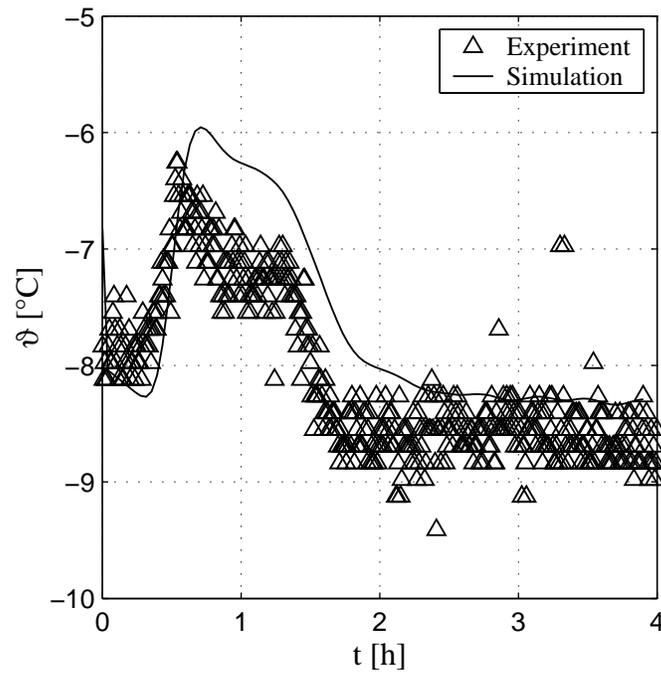


Abbildung 4.32: Vergleich der gemessenen und simulierten Adsorberaustrittstemperatur für VG2.

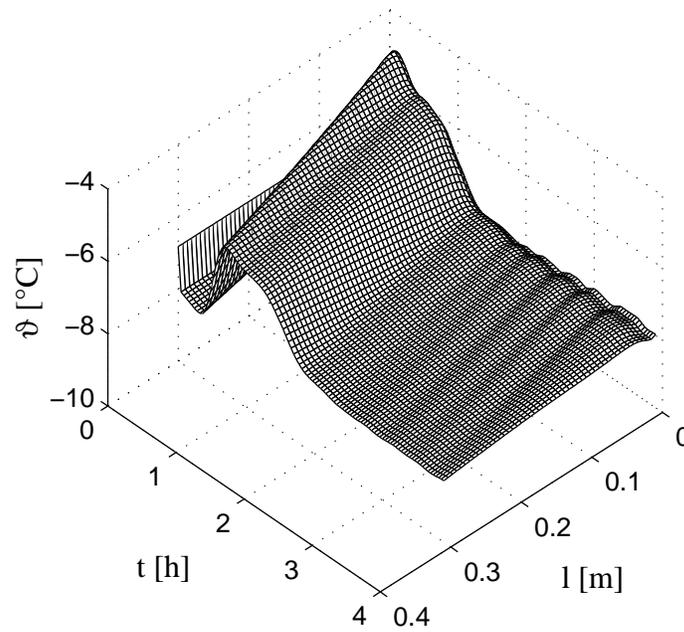


Abbildung 4.33: Verhalten der Lufttemperatur in Abhängigkeit des Ortes und der Zeit.

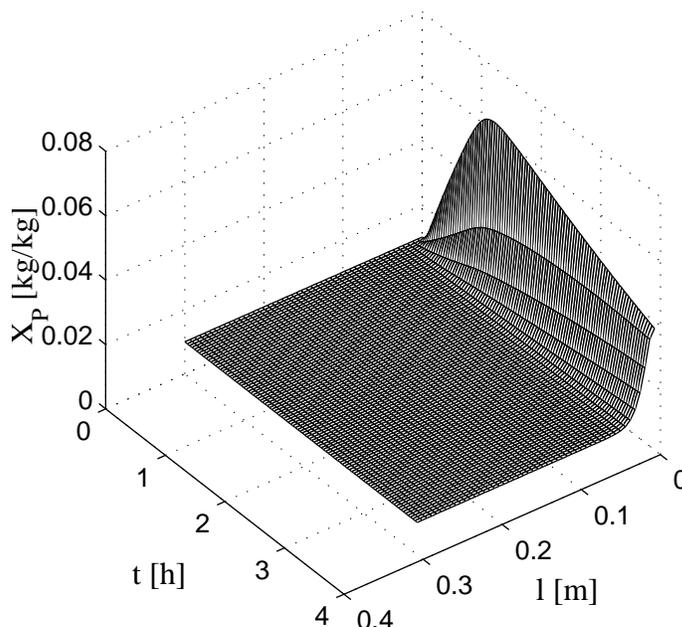


Abbildung 4.34: Verhalten der Adsorbensbeladung in Abhängigkeit des Ortes und der Zeit.

4.4.2 Theoretische Berechnung der Durchbruchskurve

Eine entscheidene Fragestellung bei der Auslegung und dem Betrieb von Adsorbern ist die Ermittlung des Zeitpunktes, bei dem die Austrittskonzentration oder -beladung zu steigen beginnt. Da innerhalb des Adsorbers die Adsorbenspartikel solange Feuchtigkeit aufnehmen, bis sie mit dem Eintrittszustand der überströmenden Luft im Gleichgewicht stehen, und da die Geschwindigkeiten des Stoffübergangs langsamer sind als die Strömungsgeschwindigkeit der Luft, bilden sich Beladungsprofile aus. Dieser Bereich einer nicht konstanten Beladung wird in der Literatur als Massenübergangszone bezeichnet.

Die Simulationsergebnisse in Abbildung 4.35 zeigen, dass nach einer gewissen Zeit innerhalb des Adsorbers 3 Zonen existieren, die Zone 1 des vollständig beladenen Adsorbens, die Massenübergangszone und die Zone 3 der unbeladenen Adsorbenspartikel. Die Ergebnisse verdeutlichen weiterhin, dass die Massenübergangszone durch den Adsorber wandert. Die Wandergeschwindigkeit hängt primär vom Gleichgewicht ab. Erreicht die Massenübergangszone den Austritt des Adsorbers, so beginnt die Feuchtebeladung der Luft anzusteigen. Dieser Zeitpunkt wird als Durchbruchzeit bezeichnet. Die Zeit, ab der der Adsorber vollständig beladen ist, d. h., die Eintrittsbeladung der Austrittsbeladung der Luft entspricht, wird Sättigungszeit genannt. Die Durchbruchskurve selber ist der Luftbeladungs-Zeit-Verlauf innerhalb des Adsorbers. Im Idealfall, d. h. bei unendlich schneller Kinetik und linearem Gleichgewicht, würde die Durchbruchskurve eine Stufenform annehmen. Der aus der Realität bekannte S-förmige Verlauf wird durch

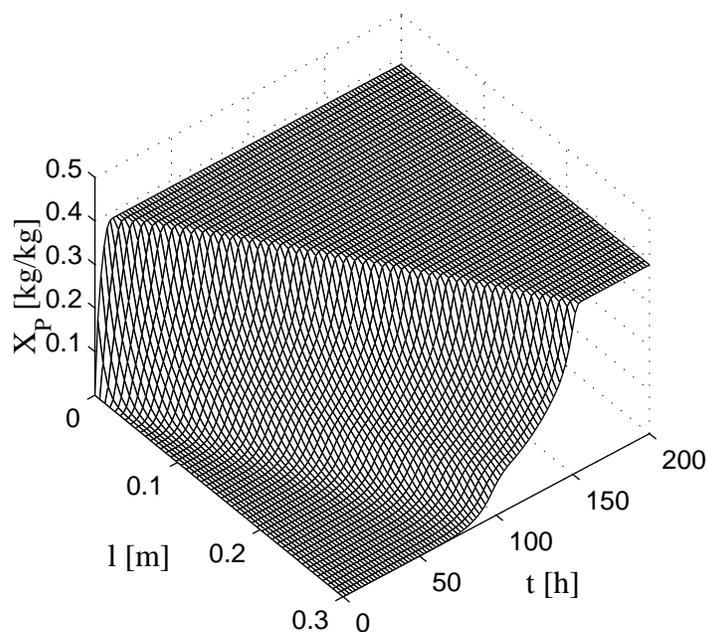


Abbildung 4.35: Adsorbensbeladungsverlauf - Simulation bis zum Durchbruch des Adsorbens

Hemmungen des Stoffübergangs hervorgerufen.

Die Tabelle 4.5 fasst die der Simulation zu Grunde gelegten Parameter zusammen. Der Adsorber in der Simulation besitzt die Abmessungen der Versuchsanlage (siehe Abschnitt 2.1.2). Die Eintrittsbedingungen entsprechen jenen Wirbelschicht-Luftaustrittszuständen, die im 1. Trocknungsabschnitt bei den Trocknungsversuchen mit der Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$ erreicht wurden. Die Ergebnisse in den Abbildungen 4.36 und 4.37 zeigen, dass die Durchbruchzeit für die genannten Parameter ca. 70 h beträgt. Diese Betriebszeit sollte nicht überschritten werden, um die für die Trocknung erforderliche geringe Eintrittsfeuchte und damit maximale Triebkraft zu gewährleisten. Der Adsorber ist ab diesem Zeitpunkt zu regenerieren.

Tabelle 4.5: Simulationsparameter zur Abschätzung der Durchbruchzeit

Trockener Luftmassenstrom	0,03	kg/s
Konstante Luftertrittstemperatur	-10	$^{\circ}C$
Konstante Luftertrittsfeuchte	0,0015	kg/kg

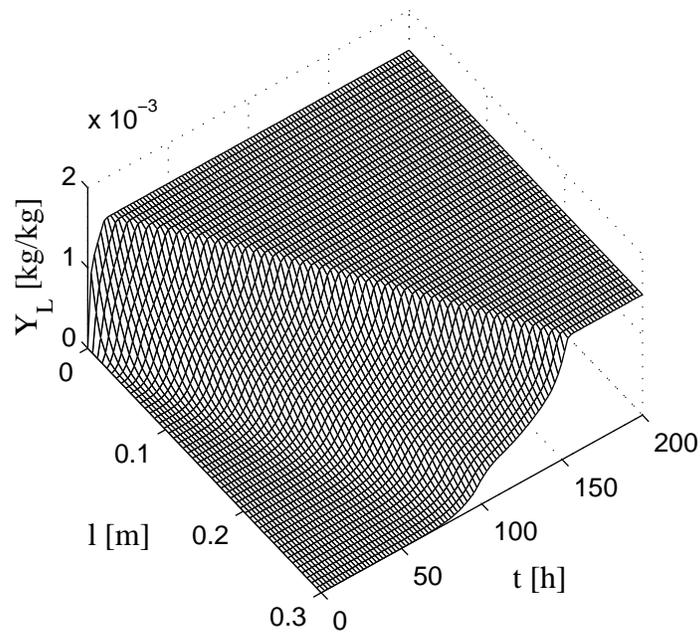


Abbildung 4.36: Luftbeladungsverlauf - Simulation bis zum Durchbruch des Adsorbers.

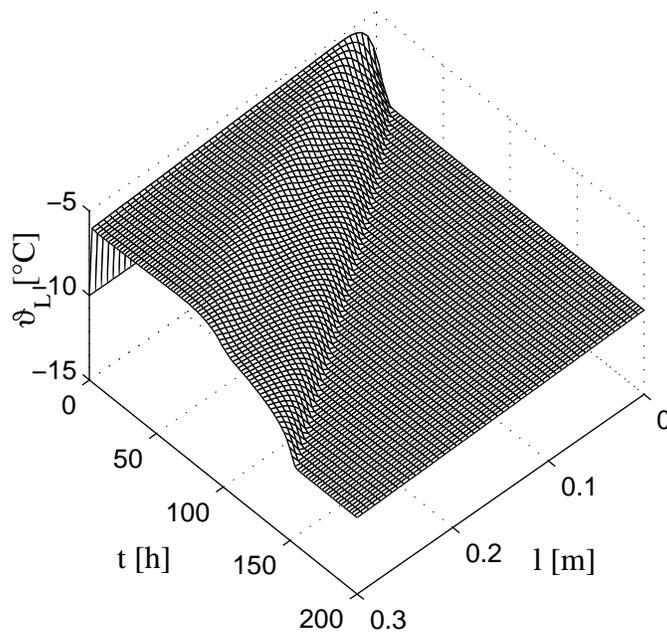


Abbildung 4.37: Lufttemperaturverlauf - Simulation bis zum Durchbruch des Adsorbers.

Kapitel 5

Anlagenkonzept und Kostenabschätzung

Im Kapitel 2.1 wurde die Versuchsanlage beschrieben. Das dort umgesetzte Konzept der Einhausung der kompletten Anlage in einem handelsüblichen Industriekühlcontainer hat sich im Bereich universitärer Untersuchungen als praktikabel erwiesen. Großtechnisch hat dieses Konzept im Bereich Logistik und Energetik jedoch Nachteile. Unter Logistik wird an dieser Stelle der An- und Abtransport der industriell zu trocknenden Produktchargen verstanden. Um die Wärmeverluste des Kühlhauses bei An- und Abtransport der Produktchargen gering zu halten, müssten u. a. Doppelschleusensysteme vorgesehen werden. Die Einhausung einer industriellen Anlage führt zusätzlich zu erheblichen Baugrößen und somit zu großen Wärmeübertragungsflächen des Kühlhauses, die gegen die Umgebung zu isolieren sind. Neben den Investitionskosten führt dieses Konzept zu erhöhten Betriebskosten, da das zu kühlende Luftvolumen der Einhausung größer als das in der Anlage umlaufende Luftvolumen ist. Aus diesen Gründen sollen in diesem Kapitel aus den gesammelten Erfahrungen an der Versuchsanlage ein einfaches technisches Anlagenkonzept abgeleitet und die Trocknungskosten an einem konkreten Beispiel abgeschätzt werden.

5.1 Vorschlag eines Anlagenkonzeptes

Das im Rahmen dieser Arbeit untersuchte Anlagenkonzept soll beibehalten werden und basiert analog der Versuchsanlage auf der Verschaltung eines Wirbelschichtapparates mit einem Adsorber, wobei das Trocknungsmedium im Kreislauf geführt wird. Der wesentliche Unterschied zur Versuchsanlage besteht darin, dass das im Kreislauf geführte Trocknungsmedium innerhalb der Anlage auf die Betriebsbedingungen gekühlt wird und nicht wie in der Versuchsanlage über die Apparatewand durch die geringe Temperatur der Umgebung im Kühlcontainer. Die Anlage muss entsprechend isoliert sein, damit die Wärmeeinbrüche aus der Umgebung reduziert werden. Anstelle des Heizers in der Versuchsanlage wird somit ein Kühler eingesetzt.

Der Vorteil gegenüber dem Konzept der Versuchsanlage ist, dass sich die im Adsorber

bei der Adsorption des Wasserdampfes aus dem Trocknungsmedium freigesetzte Wärme besser nutzen lässt, um die Temperaturabsenkung des Trocknungsmediums infolge des Trocknungsprozesses in der Wirbelschicht zu kompensieren. In der Versuchsanlage haben die Wärmeverluste durch die viel geringere Umgebungstemperatur und die vom Konzept begründeten unisolierten Apparatelemente dazu geführt, dass trotz der freigesetzten Wärme im Adsorber das Trocknungsmedium im Heizer zusätzlich erwärmt werden musste, um die gewünschte Eintrittstemperatur der Wirbelschicht zu erreichen.

Das veränderte Konzept führt durch die Isolierung und somit eine nahezu adiabate Prozessführung dazu, dass nach Einfahren des Systems und dem Erreichen der Betriebstemperatur innerhalb der Anlage der Kühler ausschließlich zur Kompensation zweier verhältnismäßig geringer Wärmen dient. Der Kühler muss erstens die nicht vermeidbaren geringen Wärmeeinbrüche über die Isolierung und zweitens die Differenz der Adsorptionswärmen zwischen dem zu trocknenden Produkt und dem Adsorbens kompensieren. Die beim Gefriertrocknungsprozess durch das Trocknungsmedium an das zu trocknende Produkt zu übertragende maßgebliche Wärme ist jedoch die Summe aus Verdampfungs- und Schmelzwärme, welche im Adsorber infolge der Adsorption wieder nahezu zeitgleich an die Luft abgegeben wird. Theoretisch bedeutet dies, dass bei gleichen Adsorptionswärmen von Produkt und Adsorbens im Prozess die Leistung des Kühlers nur von den durch die Isolierung reduzierten Wärmeeinbrüchen bestimmt wird.

In der Praxis wird es somit bei dem vorgeschlagenen Anlagenkonzept und der Kreislauf-fahrweise das Ziel sein, das Chargen-Trocknungsverfahren möglichst über einen langen Zeitraum „kontinuierlich“ zu betreiben. Dennoch muss entweder aus Gründen der Rege-neration des Adsorbers oder bedingt durch anderweitigen Anlagenstillstand der Kühler so konzipiert sein, dass er in vertretbarer Zeit das in der Anlage befindliche Trock-nungsmedium bis auf Betriebstemperatur abkühlen kann. Da diese Leistung größer sein wird als die im Betriebszustand aus schon erläuterten Gründen erforderliche, ist es zweckmäßig, verschiedene zu- oder abschaltbare Leistungsstufen vorzusehen.

Um die schon im Kapitel 4.4.1 angesprochene Adsorption im Abscheider nach der Wir-belschicht zu vermeiden und damit den Verlust an Wärmerückgewinnung im Adsorber gering zu halten, sind Filtersysteme mit hygroskopischen Eigenschaften zu vermeiden. Es werden aus diesem Grund nachgeschaltete Zyklone oder innenliegende Filterkerzen als Staubabscheider vorgeschlagen.

Die Abbildung 5.1 zeigt das vereinfachte verfahrenstechnische Fließbild des vorgeschla-genen Konzepts im Betriebszustand. Bei einer einfachen manuell betriebenen Anlage ist die einzige umzusetzende Regelaufgabe im Konzept die Temperaturregelung unterhalb des Anströmbodens. Hier müssen die schon genannten Wärmeeinbrüche und die Dif-ferenz der Adsorptionswärmen zwischen Produkt und Adsorbens kompensiert werden. Aus diesem Grund ist sie auch im Fließbild dargestellt. Als eine Möglichkeit soll die Durchflussbeeinflussung mittels Regelarmatur genannt werden.

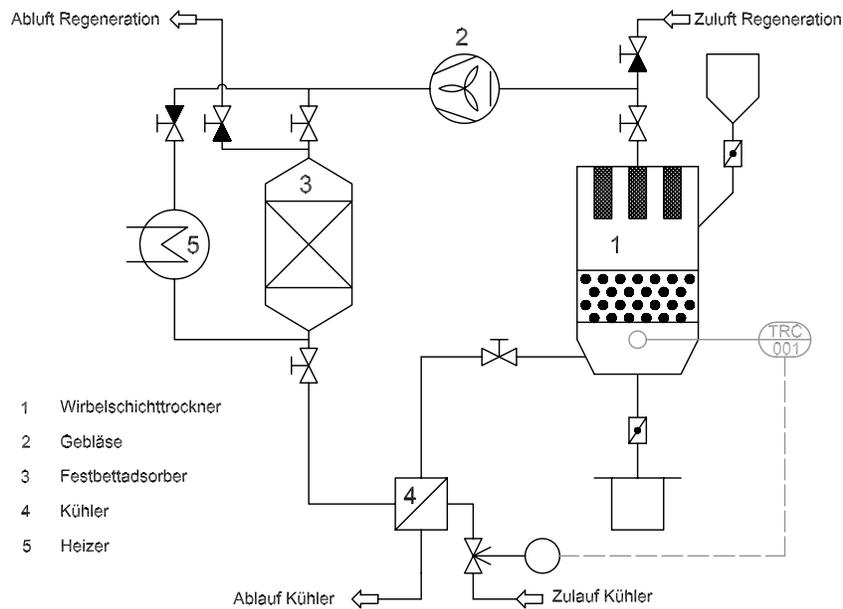


Abbildung 5.1: Anlagenkonzept.

5.2 Auslegung der Anlagenkomponenten anhand einer konkreten Trocknungsaufgabe

Im folgenden werden anhand einer konkreten Trocknungsaufgabe die Anlagenkomponenten in ihren Hauptabmessungen und Parametern dimensioniert und die Vorgehensweise erläutert.

Die fiktive Trocknungsaufgabe besteht darin, absatzweise 10 kg Möhrenstücke einer mittleren Korngröße von $d_P = 2 \text{ mm}$ und einer Anfangsbeladung von $X = 7 \frac{\text{kg}}{\text{kg}}$ in einer Wirbelschicht bis auf eine Endbeladung von $X = 2,5 \frac{\text{kg}}{\text{kg}}$ gefrierzutrocknen. Das Trocknungsmedium ist Luft und die Eintritts- oder Trocknungstemperatur der Wirbelschicht soll -5 °C betragen.

5.2.1 Wirbelschichtapparat

Zuerst werden die Hauptabmessungen der Wirbelschicht festgelegt. Der Wirbelschichtapparat soll als zylindrischer Apparat ausgeführt werden. In der Praxis hat sich aus Gründen der Fluidisation und der gewünschten guten Durchmischung ein Verhältnis von Wirbelschichthöhe zu Wirbelschichtdurchmesser von

$$\frac{H_{WS}}{d_{App}} \simeq 1 \quad (5.1)$$

bewährt. Die Wirbelschichthöhe hängt neben der Masse und dem Durchmesser des Apparates vom Fluidisierungszustand, d. h. vom Luftdurchsatz, ab. Die

Minimalfluidisations- und Austragsgeschwindigkeit lassen sich, wie im Anhang B beschrieben, mit Hilfe von Korrelationen berechnen. Diese Strömungszustände werden mit Hilfe der Archimedes-Zahl berechnet, welche das Verhältnis von Auftriebs- zu Trägheitskraft darstellt. Im vorliegenden Beispiel ergibt sich eine Archimedes-Zahl von

$$\begin{aligned} Ar &= \frac{g d_P^3 (\rho_P - \rho_L)}{\nu_L^2 \rho_L} \\ &= \frac{9,81 \frac{m}{s^2} \times (0,002 m)^3 \times (1020 \frac{kg}{m^3} - 1,3 \frac{kg}{m^3})}{(0,0000128 \frac{m^2}{s})^2 \times 1,3 \frac{kg}{m^3}} \simeq 370000. \end{aligned} \quad (5.2)$$

Die nach *Goroschko et al.* [25] berechnete Reynolds-Zahl am Wirbelpunkt beträgt

$$\begin{aligned} Re_{WP} &= \frac{Ar}{1400 + 5,22\sqrt{Ar}} \\ &= \frac{370000}{1400 + 5,22\sqrt{370000}} \simeq 81. \end{aligned} \quad (5.3)$$

Einen flüssigkeitsähnlichen Zustand des Wirbelbettes erreicht man bei zahlreichen Produkten mit einer Reynolds-Zahl am Betriebspunkt von $2 \times Re_{WP} \leq Re_{BP} \leq 4 \times Re_{WP}$. Aus diesen Erfahrungen wird eine Reynolds-Zahl am Betriebspunkt von

$$Re_{BP} = 3 Re_{WP} = 3 \times 81 = 243 \quad (5.4)$$

gewählt. Das relative Lückenvolumen im fluidisierten Zustand lässt sich laut [25]

$$\begin{aligned} \varepsilon &= \left(\frac{18 Re_{BP} + 0,36 Re_{BP}^2}{Ar} \right)^{0,21} \\ &= \left(\frac{18 \times 243 + 0,36 \times 243^2}{370000} \right)^{0,21} \simeq 0,57 \end{aligned} \quad (5.5)$$

zu berechnen. Das relative Lückenvolumen ist definiert als Verhältnis des Lückenvolumens der Schicht zum gesamten Wirbelschichtvolumen. Mit der Kenntnis des Betrages von ε und dem reinen Produktvolumen

$$V_P = \frac{m_P}{\rho_P} = \frac{10 kg}{1020 \frac{kg}{m^3}} \simeq 0,01 m^3 \quad (5.6)$$

kann mit Hilfe der Gleichung (5.7) das absolute Lückenvolumen berechnet werden

$$V_L = \frac{\varepsilon V_P}{1 - \varepsilon} = \frac{0,01 m^3 \times 0,57}{1 - 0,57} \simeq 0,013 m^3. \quad (5.7)$$

Das Gesamtvolumen der Schicht beträgt

$$V_{WS} = V_P + V_L = 0,01 m^3 + 0,013 m^3 = 0,023 m^3. \quad (5.8)$$

Aufgrund der festgelegten zylindrischen Geometrie und des Verhältnisses zwischen Höhe der Wirbelschicht im fluidisierten Zustand und dem Apparatedurchmesser kann der Apparatedurchmesser mit Hilfe der Gleichung (5.9) ermittelt werden:

$$d_{App} = \sqrt[3]{\frac{4V_{WS}}{\pi}} = \sqrt[3]{\frac{4 \times 0,023 \text{ m}^3}{\pi}} = 0,309 \text{ m}. \quad (5.9)$$

Der laut *DIN 2448* gewählte Rohraußendurchmesser beträgt $323,9 \text{ mm}$. Abzüglich der Wanddicke ergibt sich ein Apparateinnendurchmesser von $309,7 \text{ mm}$. Mit Hilfe der Reynoldszahl am Betriebspunkt und der Partikelgröße lässt sich die Geschwindigkeit im Apparat berechnen

$$w_{BP} = \frac{Re_{BP} \nu_L}{d_P} = \frac{243 \times 0,0000128 \frac{\text{m}^2}{\text{s}}}{0,002 \text{ m}} = 1,55 \frac{\text{m}}{\text{s}}. \quad (5.10)$$

Dies entspricht einem Volumenstrom bei $-5 \text{ }^\circ\text{C}$ von

$$\dot{V} = w_{BP} \frac{\pi}{4} d_{App}^2 = 1,55 \frac{\text{m}}{\text{s}} \times \frac{\pi}{4} (0,3097 \text{ m})^2 = 0,12 \frac{\text{m}^3}{\text{s}}. \quad (5.11)$$

Die gesamte Höhe der Wirbelkammerbereichs wird mit

$$H_{WK} = 2 H_{WS} \simeq 2 \times 309,7 \text{ mm} \approx 600 \text{ mm} \quad (5.12)$$

festgelegt. Dem Wirbelkammerbereich wird häufig eine Beruhigungszone größeren Querschnittes zur Abscheidung mitgerissener Produktpartikel nachgeschaltet. Die Querschnittsfläche wird so konzipiert, dass bei dem gewählten Betriebsvolumenstrom die Wirbelpunktgeschwindigkeit nicht überschritten wird

$$A_{BZ} = \frac{\dot{V}}{w_{WP}} = \frac{0,12 \frac{\text{m}^3}{\text{s}}}{0,52 \frac{\text{m}}{\text{s}}} \simeq 0,23 \text{ m}^2. \quad (5.13)$$

Der Durchmesser der Beruhigungszone beträgt somit $d_{BZ} = 540 \text{ mm}$. Das für die Beruhigungskammer gewählte Rohr hat einen Außendurchmesser von 610 mm und einen Innendurchmesser von 585 mm . Die Höhe wird mit 1000 mm festgelegt.

Nachdem alle für die Wirbelschicht erforderlichen apparativen Größen berechnet sind, lässt das in Abschnitt 3.1 vorgestellte und validierte Trocknungsmodell eine Simulation des Trocknungsprozesses für das gewählte Beispiel zu. Ziel ist die Ermittlung der Trocknungszeit. Die Abbildungen 5.2 zeigen die simulierten Verläufe und verdeutlichen, dass die gestellte Trocknungsaufgabe nach 24 h erfüllt ist.

5.2.2 Adsorber

Der Adsorber ist, wie schon in vorherigen Abschnitten erläutert, die zweite Hauptkomponente der Trocknungsanlage. Der Adsorber soll in diesem Berechnungsbeispiel so

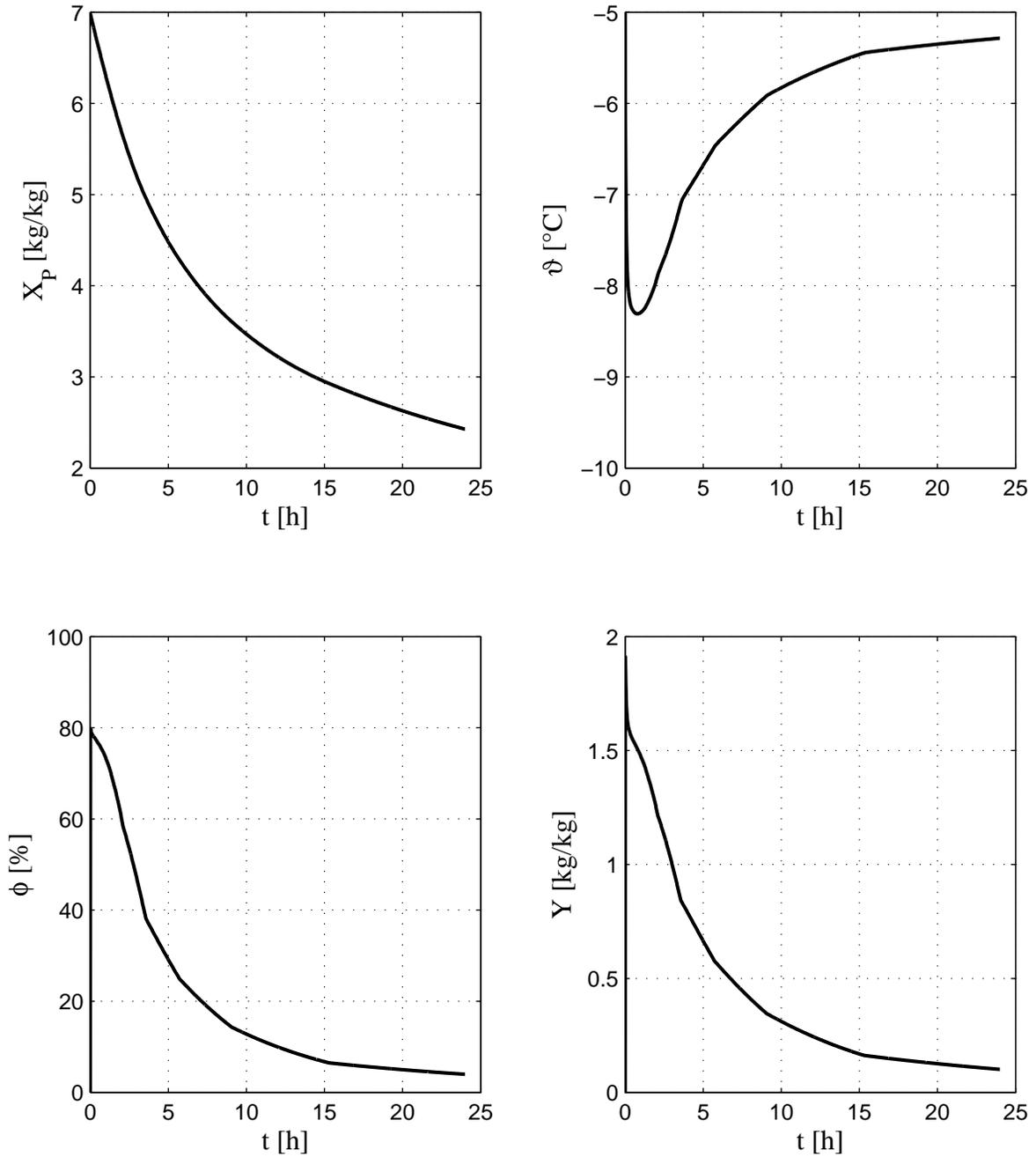


Abbildung 5.2: Simulationsergebnisse des Wirbelschichtgefrieretrockners.

ausgelegt werden, dass er nach 5 Arbeitstagen zu regenerieren ist. Das heisst, die Durchbruchkurve darf nach 5 Arbeitstagen den Austritt des Adsorbers noch nicht erreicht haben. Somit ist die gleiche Triebkraft für die Trocknung aller 5 Chargen gewährleistet. Entscheidend ist dafür im Wesentlichen die Menge an Adsorbens im Adsorber.

In technischen Adsorbieren werden laut [88] Leerrohrgasgeschwindigkeiten von $0,1 \frac{m}{s} \leq w_0 \leq 0,6 \frac{m}{s}$ realisiert. Die gewählte Geschwindigkeit zur Festlegung des Innendurchmessers beträgt $0,3 \frac{m}{s}$. Der sich daraus ergebende Innendurchmesser des Adsorbers beträgt

$$d_{Ads} = \sqrt{\frac{4 \dot{V}}{w_0 \pi}} = \sqrt{\frac{4 \times 0,11 \frac{m^3}{s}}{0,3 \frac{m}{s} \pi}} \simeq 0,71 \text{ m}. \quad (5.14)$$

Der gewählte Rohraußendurchmesser laut *DIN 2448* beträgt $D_{Rohr} = 660 \text{ mm}$, was bei einer Normalwanddicke von $s = 14,2 \text{ mm}$ einem Innendurchmesser des Adsorbers von $d = 631,6 \text{ mm}$ entspricht. Daraus ergibt eine Leerrohrschwindigkeit von $w_0 = 0,38 \frac{m}{s}$. Als Adsorbens werden wie in den Versuchen KC-Trockenperlen gleicher Eigenschaft verwendet.

Die Adsorbensmenge und die sich daraus ergebende erforderliche Länge des Adsorbers lässt sich mit Hilfe des Modells aus Abschnitt 3.2 ermitteln. Die Eingangsparameter der Simulation sind die für eine Trocknungscharge berechnete und gemittelte Luftaustrittstemperatur und -feuchte. Die Mittelwerte betragen für die Luft Eintrittstemperatur $-6,136 \text{ °C}$ und für die Luft Eintrittsfeuchte $0,00046 \frac{kg}{kg}$. Die Abbildung 5.3 zeigt, dass bei einer Länge der Schüttung von $2,5 \text{ m}$, was einer Trockenadsorbensmasse von ca. 490 kg entspricht, die Bereitstellung einer konstanten geringen Luftfeuchte für die Trocknung gewährleistet ist.

5.2.3 Rohrleitung

Eine weitere wesentliche Anlagenkomponente ist die Rohrleitung. Hier gilt es, den Rohrlängendurchmesser auf Basis typischer Strömungsgeschwindigkeiten für Gase festzulegen. Strömungsgeschwindigkeiten für Gase sollten in industriellen Niederdruckrohrleitungen um die $10 \frac{m}{s}$ betragen [48]. Diese Geschwindigkeit wird für die Auslegung zugrunde gelegt. Somit ergibt sich ein Berechnungsdurchmesser von

$$d_{RL} = \sqrt{\frac{4 \dot{V}}{w_{RL} \pi}} = \sqrt{\frac{4 \times 0,11 \frac{m^3}{s}}{10 \frac{m}{s} \pi}} \simeq 0,12 \text{ m}. \quad (5.15)$$

Der gewählte und genormte Rohraußendurchmesser beträgt $D_{RL} = 114,3 \text{ mm}$, was bei einer Normalwanddicke von $s = 3,6 \text{ mm}$ einem Innendurchmesser von $d_{RL} = 107,1 \text{ mm}$ entspricht.

5.2.4 Kühler

Die Berechnung der erforderlichen Kühlleistung des Kühlers setzt sich im Betriebszustand aus den Wärmeeinbrüchen und der Differenz der Sorptionswärmen zwischen dem

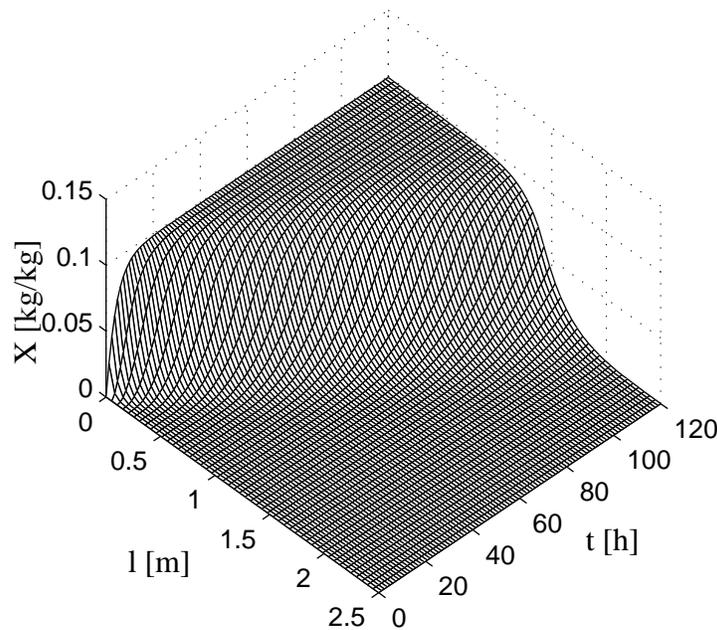


Abbildung 5.3: Simulationsergebnisse des Adsorbers.

Produkt und dem Adsorbens zusammen. Die Wärmeverluste der isolierten Gesamtanlage sollen im folgenden abgeschätzt werden.

Die Wärmeübertragungsfläche der Wirbelschicht setzt sich im Wesentlichen aus den Flächen:

- der zylindrischen Zuströmkammer,
- der zylindrischen Wirbelkammer,
- der kegelstumpfförmigen Erweiterungszone und
- der zylindrischen Beruhigungskammer

$$A_{WS} = A_{ZK} + A_{WK} + A_{EZ} + A_{BK} \approx 4 \text{ m}^2 \quad (5.16)$$

zusammen. Der Adsorber hat näherungsweise eine Oberfläche von $A_{Ads} \approx 7 \text{ m}^2$. Die benötigte Rohrleitungslänge wird mit 10 m geschätzt. Daraus resultiert eine Oberfläche von ca. $A_{RL} = 3,6 \text{ m}^2$. Die gesamte Wärmeübertragungsfläche beträgt somit ca. $A_{Anl} \approx 15 \text{ m}^2$. Die Abschätzung der Gesamtwärmeverluste der Anlage basiert vereinfacht auf dem Wärmedurchgangsansatz mehrschichtiger ebener Wände. Der Wärmeübergangskoeffizient durch freie Konvektion an die Umgebung wird mit $\alpha_{W,U} = 5 \frac{\text{W}}{\text{m}^2\text{K}}$ angenommen. Der maximale Wärmeübergangskoeffizient durch erzwungene Konvektion tritt in der Rohrleitung auf und beträgt ca. $\alpha_{innen} = 40 \frac{\text{W}}{\text{m}^2\text{K}}$. Die mittlere Wanddicke der Apparateelemente soll $s_{AE} = 0,007 \text{ m}$ und die Dicke der Isolierung $s_{Iso} = 0,1$

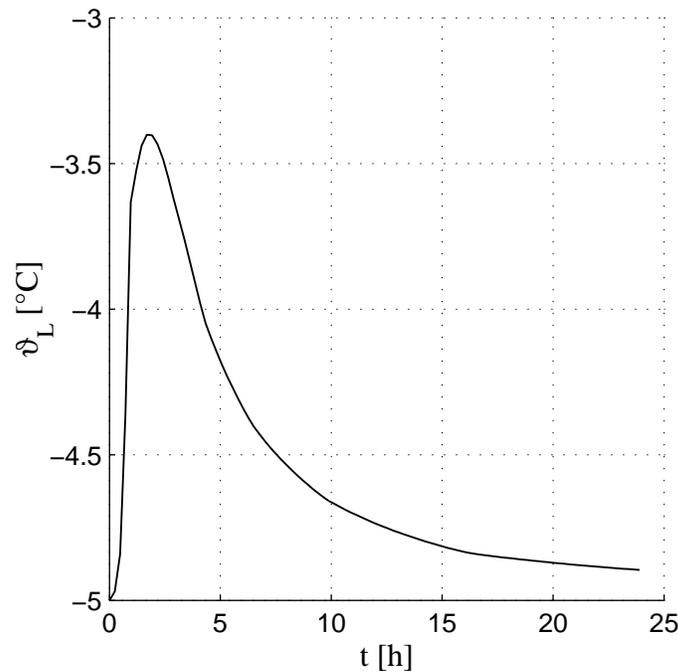


Abbildung 5.4: Simulierte Austrittstemperatur des Adsorbers.

m betragen. Als Isoliermaterial soll Glaswolle mit einem Wärmeleitkoeffizienten von $\lambda_{Iso} = 0,038 \frac{W}{mK}$ verwendet werden. Der der Berechnung zugrunde gelegte Wärmeleitkoeffizient von Stahl beträgt $\lambda_{AE} = 50 \frac{W}{mK}$. Als maximale Temperaturdifferenz zwischen Fluid und der Umgebung wird $30 K$ angenommen. Die berechnete Wärmezufuhr über die Apparateelemente ergibt sich zu

$$\begin{aligned} \dot{Q}_1 &= \frac{1}{\frac{1}{\alpha_{W,U}} + \frac{s_{AE}}{\lambda_{AE}} + \frac{s_{Iso}}{\lambda_{Iso}} + \frac{1}{\alpha_{innen}}} A_{Anl} \Delta\vartheta \\ &= 0,35 \frac{W}{m^2K} \times 15 m^2 \times 30 K \simeq 160 W. \end{aligned} \quad (5.17)$$

Die Abschätzung des Teils der erforderlichen Kühlleistung, welcher aufgrund der unterschiedlichen Sorptionswärmen hervorgerufen wird, erfolgt mit Hilfe einer Simulationsrechnung. Dabei werden die Luftaustrittszustände der Wirbelschicht als Eingangsparemeter des Adsorbermodells verwendet. Die Abbildung 5.4 zeigt den so berechneten Austrittstemperaturverlauf des Adsorbers. Aus der Abbildung 5.4 wird ersichtlich, dass durch die bei der Adsorption freigesetzte Wärme im Adsorber nicht nur die Temperaturabsenkung der Luft kompensiert wird, sondern sie auch noch zu einer Temperaturerhöhung auf max. $-3,4 \text{ }^\circ\text{C}$ führt. Die durch dieses Verhalten benötigte maximale Kühlleistung lässt sich aus der Differenz der gewünschten Wirbelschichteintrittstemperatur und der maximalen Adsorberaustrittstemperatur mit der Gleichung (5.18) berechnen.

Diese Leistung beträgt

$$\begin{aligned}\dot{Q}_2 &= \dot{m}_{tr,L} c_{P,L} (\vartheta_{WS}^{ein} - \vartheta_{Ad}^{aus}) \\ &= 0,154 \frac{kg}{s} \times 1006 \frac{J}{kgK} \times (-5^\circ C - (-3,4^\circ C)) \simeq 250 W.\end{aligned}\quad (5.18)$$

Die gesamte maximale Kühlleistung im Betriebszustand lässt sich mit Hilfe des Wärmeübertragerwirkungsgrades von $\eta_W = 0,85$ zu

$$\dot{Q}_{Betrieb} = \frac{\dot{Q}_1 + \dot{Q}_2}{\eta_W} = \frac{410 W}{0,85} \simeq 482 W \quad (5.19)$$

berechnen.

Da die Aufgabe des Kühlers nicht nur darin besteht, die erforderliche Kühlleistung im Betriebszustand bereitzustellen, sondern auch die Anlage von Umgebungstemperatur in den Betriebszustand zu bringen, ist es erforderlich auch jene Leistung abzuschätzen. Die Leistung hängt neben den Wärmeeinbrüchen entscheidend von der geforderten Anfahrzeit ab. Für die Abschätzung dieses Verhaltens wurden vereinfachend die Annahmen ortsunabhängiger Wandtemperatur, Lufttemperatur und Adsorbenstemperatur getroffen. Die Bilanzierung unter den getroffenen Vereinfachungen führt zu den folgenden 3 gekoppelten Differentialgleichungen

$$\frac{d\vartheta_L}{dt} = \frac{1}{m_L c_{P,L}} [\alpha_{L,W} A_W (\vartheta_W - \vartheta_L) + \alpha_{P,L} A_{Ad} (\vartheta_{Ad} - \vartheta_L) - P_K] \quad (5.20)$$

$$\frac{d\vartheta_{Ad}}{dt} = \frac{1}{m_{Ad} c_{Ad}} [-\alpha_{P,L} A_{Ad} (\vartheta_{Ad} - \vartheta_L)] \quad (5.21)$$

$$\frac{d\vartheta_W}{dt} = \frac{1}{m_W c_W} [-\alpha_{L,W} A_W (\vartheta_W - \vartheta_L) + k A_W (\vartheta_U - \vartheta_W)]. \quad (5.22)$$

Die Parameter für die Simulation können der Tabelle 5.1 entnommen werden. Die geforderte Abkühlzeit bis auf ca. $-10^\circ C$ beträgt $1,5 h$. Wie der Abbildung 5.5 entnommen werden kann, wird dafür eine Leistung von $5 kW$ benötigt. Die mit dem Wirkungsgrad des Wärmeübertragers berechnete Kühlleistung beträgt $5,9 kW$.

Die bisher berechneten Leistungen von $5,9 kW$ im Anfahrzustand und $0,48 kW$ im Betriebszustand sind die nötigen thermischen Leistungen zur Gewährleistung des Prozesses. Diese Kühlleistungen müssen durch einen Kälteprozess bereit gestellt werden. Laut Vauck [88] liegt der CARNOT-Wirkungsgrad η_C von Kältemaschinen zwischen $0,4$ und $0,8$. Der den weiteren Abschätzungen zugrunde gelegte Wert liegt bei $\eta_C = 0,6$. Die ideale Leistungszahl ε_C des Prozesses ergibt sich aus der Temperaturdifferenz zwischen der Temperatur im Verdampfer (Kühler) T_V und der Temperatur im Verflüssiger T

$$\varepsilon_C = \frac{T_V}{T - T_V} = \frac{263,15 K}{35 K} = 7,5. \quad (5.23)$$

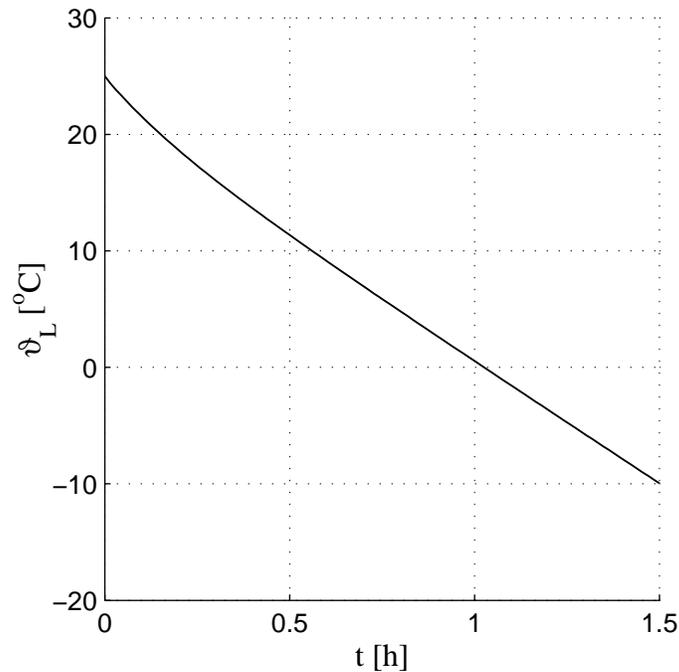


Abbildung 5.5: Simulierter Lufttemperaturverlauf im Anfahrzustand.

Aus der idealen Leistungsziffer ε_C und dem CARNOT-Wirkungsgrad η_C lässt sich die reale Kälteleistungszahl zu

$$\varepsilon = \eta_C \varepsilon_C = 0,6 \times 7,5 = 4,5 \quad (5.24)$$

ermitteln. Die am Verdichter des Kälteprozesses aufzuwendende mechanische Leistung beträgt im Betriebszustand

$$\dot{W}_{VD,Betrieb} = \frac{0,48 \text{ kW}}{4,5} \simeq 0,11 \text{ kW} \quad (5.25)$$

und im Anfahrzustand

$$\dot{W}_{VD,Anfahr} = \frac{5,9 \text{ kW}}{4,5} \simeq 1,31 \text{ kW}. \quad (5.26)$$

Mit einem angenommenen Gesamtverdichtewirkungsgrad, der zwischen $0,6 \leq \eta_{VD} \leq 0,9$ liegt [88], von $\eta_{VD} = 0,8$ ergeben sich die elektrischen Leistungen von $P_{VD,Betrieb} = 0,14 \text{ kW}$ und $P_{VD,Anfahr} = 1,64 \text{ kW}$.

5.2.5 Gebläse

Die Leistung des für den Transport der Luft erforderlichen Gebläses hängt vom zu fördernden Volumenstrom und vom Gesamtdruckverlust der Anlage ab. Der Volumenstrom ist bereits im Abschnitt 5.2.1 festgelegt worden. Die wesentlichen Druckverluste der Anlage werden durch die Apparateelemente

Tabelle 5.1: Simulationsparameter zur Abschätzung der Anfahrzeit der Anlage

Luftvolumen	1,5	m^3
Anlagenoberfläche	15	m^2
Wandmaterial	<i>Stahl</i>	–
Mittlere Wanddicke	7	mm
Adsorbens	<i>KC – TP</i>	–
Adsorbensmasse	500	kg
Mittlere Wanddicke	7	mm
Adsorbensoberfläche	800	m^2
Wandinnenseitiger Wärmeübergangskoeffizient	20	$\frac{W}{m^2K}$
Wärmeübergangskoeffizient Luft-Adsorbens	100	$\frac{W}{m^2K}$
Starttemperatur	25	$^{\circ}C$

- Wirbelschichtboden,
- Wirbelschichtmaterial,
- Filtersystem,
- Rohrleitung sowie Rohrleitungsbögen,
- Armaturen,
- Adsorbensschüttung und
- Kühler

hervorgerufen. Der Bodendruckverlust entscheidet wesentlich darüber, wie gleichmäßig die Gasverteilung am Wirbelschichteintritt erfolgt. Im Rahmen der experimentellen Untersuchungen an der Versuchsanlage hat sich der dort verwendete Boden bewährt. Die Messungen des Bodendruckverlustes an der Versuchsanlage lagen ca. bei $\Delta p_{Boden} = 500 Pa$.

Der Druckverlust, der durch die wirbelnden und in Schwebelage gehaltenen Partikel hervorgerufen wird, berechnet sich zu

$$\Delta p_{WS} = \frac{g m_{WS}}{A_{App}} = \frac{9,81 \frac{m}{s^2} \times 10 kg}{\frac{\pi}{4} \times (0,3097 m)^2} \simeq 1302 Pa. \quad (5.27)$$

Als Filtersystem der Wirbelschicht werden nicht hygroskopische Schlauch- oder Kerzenfilter vorgeschlagen. Der in der Literatur angegebene und in der Praxis übliche Druckverlust von Schlauchfiltern liegt zwischen $500 Pa$ und $1000 Pa$ [88]. Zur Abschätzung der

Größenordnung des im Wirbelschichtapparat vorgesehenen Schlauchfiltersystems wird die Gleichung

$$\Delta p_F = a \left(\frac{\dot{V}}{A_F} \right)^n \quad (5.28)$$

verwendet. Die Koeffizienten a und n hängen vom Filtergewebe und vom Verschmutzungsgrad ab. Im vorliegenden Fall werden $a = 2,5$ und $n = 1,05$ (verstaubte Wolle) der Abschätzung zugrunde gelegt. Der Volumenstrom ist in der Gleichung in $\frac{m^3}{h}$ einzugeben. Die Filterfläche wurde über die Geometrie der Beruhigungszone mit $A_F = 4 \text{ m}^2$ berechnet. Dies entspricht 52 Schläuchen mit einem Durchmesser von 50 mm und einer Länge von 500 mm . Der Druckverlust dieses Filtersystems beträgt

$$\Delta p_F = 2,5 \left(\frac{432 \frac{m^3}{h}}{4 \text{ m}^2} \right)^{1,05} \simeq 335 \text{ Pa}. \quad (5.29)$$

Der Druckverlust der Rohrleitung soll vernachlässigt werden. Es werden ausschließlich die Druckverluste der Armaturen und Rohrbögen berücksichtigt. Der Abschätzung liegen 4 Rohrbögen und 4 Armaturen zugrunde. Die Widerstandsbeiwerte der Rohrbögen liegen laut *Kast* [45] im Bereich von $\zeta_{Bogen} \simeq 0,5$. Geöffnete Geradsitzventile haben näherungsweise einen Widerstandsbeiwert von $\zeta_{Ventil} \simeq 4$ [45]. Der Druckverlust der Rohrleitungseinbauten ergibt sich somit zu

$$\Delta p_{RE} = \frac{\rho_L}{2} w^2 \sum_{i=1}^8 \zeta_i = \frac{1,3 \frac{kg}{m^3}}{2} \times (13,3 \frac{m}{s})^2 \times 18 \simeq 2070 \text{ Pa}. \quad (5.30)$$

Der Druckverlust der Adsorbenschüttung lässt sich mit Hilfe der Gleichung

$$\Delta p_{Ad} = C_P \left(\frac{64}{Re} + \frac{1,8}{Re^{0,1}} \right) \frac{L}{d_{hydr}} \frac{\rho_L}{2} \frac{w_0^2}{\varepsilon^2} \quad (5.31)$$

und den Beziehungen

$$d_{hydr} = \frac{2}{3} \times \frac{\varepsilon}{1-\varepsilon} d_P = \frac{2}{3} \times \frac{0,4}{1-0,4} 0,0035 \text{ m} \simeq 0,0016 \text{ m} \quad (5.32)$$

$$Re = \frac{w_0 d_{hydr}}{\varepsilon \nu_L} = \frac{0,38 \frac{m}{s} \times 0,0016 \text{ m}}{0,4 \times 0,000128 \frac{m^2}{s}} \simeq 115. \quad (5.33)$$

berechnen [45]. Der Faktor C_P in der Gleichung (5.31) beträgt für ungeordnete Kugelschüttungen und den vorliegenden Adsorbendurchmesser $C_P = 2,2$. Der Druckverlust der Adsorbenschüttung ergibt sich somit zu $\Delta p_{Ad} \simeq 415 \text{ Pa}$.

Als Kühler soll laut Anlagenkonzept ein Rippenrohrwärmeübertrager verwendet werden. Der Druckverlust dieses Kühlers wird mit $\Delta p_K = 1000 \text{ Pa}$ angenommen.

Der Gesamtdruckverlust der Anlage kann nun als Summe der Einzeldruckverluste zusammengefasst werden und beträgt $\Delta p_{Anl} \simeq 6000 \text{ Pa}$. Mit Hilfe des zu fördernden Volumenstromes und des Gesamtwirkungsgrades des Gebläses lässt sich die erforderliche elektrische Leistung mit der Gleichung (5.34) berechnen. Der Gesamtwirkungsgrad von Radialventilatoren liegt zwischen $0,55 \leq \eta_G \leq 0,7$ [88]. Im vorliegenden Fall wird von einem Wirkungsgrad von $\eta = 0,64$ ausgegangen, so dass sich eine Leistung von

$$P_{G,El} = \frac{\dot{V} \Delta p_{Anl}}{\eta_G} = \frac{0,12 \frac{\text{m}^3}{\text{s}} 6000 \text{ Pa}}{0,64} = 1,125 \text{ kW} \quad (5.34)$$

für das Gebläse ergibt.

5.2.6 Heizer für die Regeneration

Die für die Regeneration des Adsorbens benötigte Wärmeenergie soll von vorhandenem Prozessdampf zur Verfügung gestellt werden. Die benötigte Leistung des für die Regeneration vorgesehenen Dampf-Luft-Wärmeübertragers (Heizer) hängt vom Volumenstrom und der Temperaturdifferenz der Luft ab. Das Konzept sieht dabei vor, dass Luft aus der Umgebung bis auf die vom Hersteller des Adsorbens vorgegebene Regenerations-temperatur von 150 °C im Wärmeübertrager (vom Heizer) erwärmt werden muss. Der Volumenstrom liegt durch die Leistung des ausgelegten Gebläses im Wesentlichen fest. Eine Erhöhung des Volumenstroms ist infolge eines verringerten Druckverlustes möglich. Die Leistung des Wärmeübertragers (Heizer) mit einem angenommenen Wirkungsgrad von $\eta_H = 0,9$ berechnet sich zu

$$\begin{aligned} P_H &= \frac{1}{\eta_H} \dot{V} \rho_L c_{p,L} \Delta \vartheta \\ &= \frac{1}{0,9} \times 0,12 \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \times 1,19 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \times 1012,25 \frac{\text{J}}{\text{kgK}} \times 130 \text{ K} \simeq 20,9 \text{ kW} \quad (5.35) \end{aligned}$$

Für eine Abschätzung der Regenerationszeit des ausgelegten Adsorbens wird die Trocknung mit Hilfe des im Kapitel 3.2 entwickelten und in der Kinetik um die Einzelpartikel-trocknungskurve erweiterten Modells berechnet. Die der Simulation zugrunde gelegte und aufgenommene Einzelpartikel-trocknungskurve zeigt die Abbildung 5.7, und die erforderliche Desorptionsisotherme ist in Abbildung 5.8 dargestellt. Die Parameter der Simulation der Adsorberregeneration sind der Tabelle 5.2 zu entnehmen. Die Simulationsergebnisse zeigen (siehe Abbildung 5.6), dass eine Regeneration nach ca. 11 h erfolgt ist.

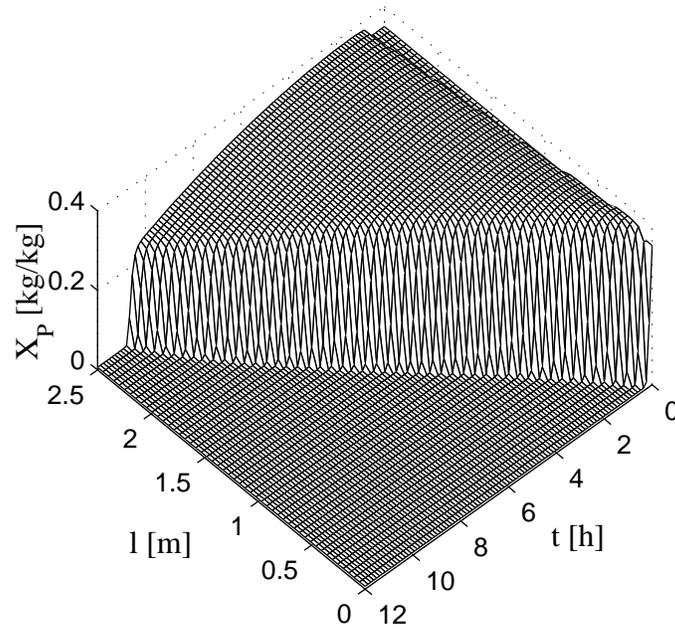


Abbildung 5.6: Simulationsergebnis zur Abschätzung der Regenerationszeit.

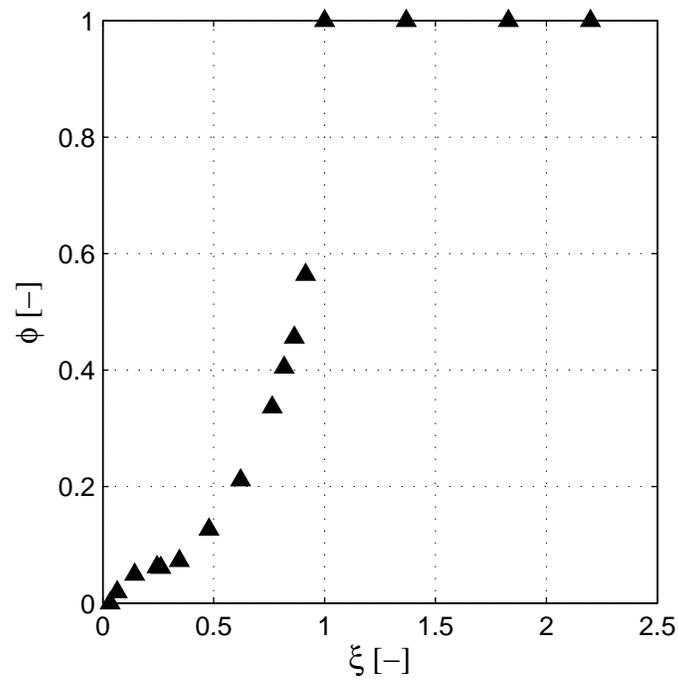
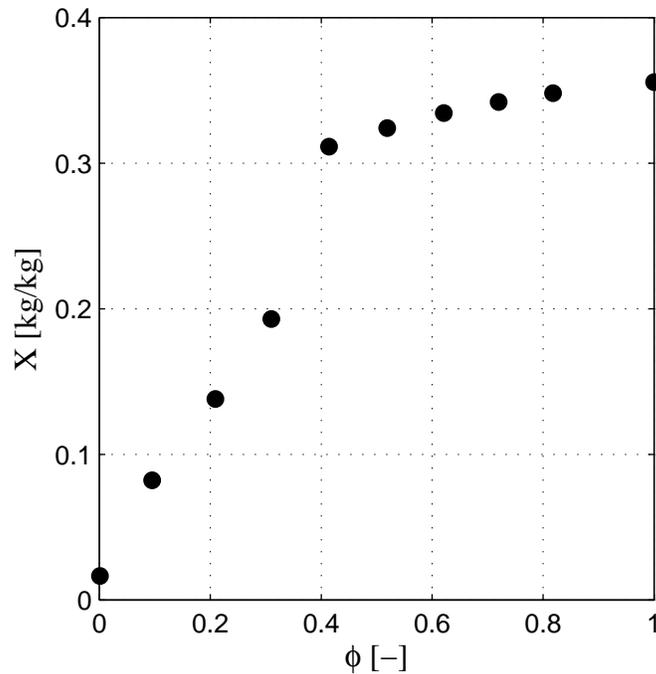


Abbildung 5.7: Experimentell ermittelte Einzelpartikelrocknungskurve von KC-Trockenperlen bei 30 °C.

Tabelle 5.2: Simulationsparameter zur Abschätzung der Regenerationszeit

Trockener Luftmassenstrom	0,14	<i>kg/s</i>
Konstante Lufteintrittstemperatur	150	$^{\circ}\text{C}$
Konstante Lufteintrittsfeuchte	0,005	<i>kg/kg</i>

Abbildung 5.8: Experimentell ermittelte Desorptionsisotherme von KC-Trockenperlen bei 30 $^{\circ}\text{C}$.

5.3 Abschätzung der Anlagenbetriebskosten

Im Rahmen dieser Arbeit soll auf die Abschätzung der Energiekosten für den Anlagenbetrieb anhand des eingeführten Beispiels und anhand des entwickelten Anlagenkonzepts eingegangen werden. Diese Kosten setzen sich aus den Elektroenergiekosten des Verdichters vom Kälteprozess und des Gebläses sowie den Energiekosten des als Heizers betriebenen Dampf-Luft-Wärmeübertragers zusammen. Die Leistungen der drei Apparate wurden im Abschnitt 5.2 bereits überschläglich berechnet. Aus der gestellten Trocknungsaufgabe ergibt sich ein Anlagenzyklus pro Woche, welcher aus einer 1,5 stündigen Anfahrphase, einer 120 stündigen chargenweisen Trocknung und einer 11 stündigen Regenerationsphase besteht. Der sich daraus ergebende Elektroenergiebedarf, bezogen auf

eine Woche, berechnet sich mit der Gleichung

$$\begin{aligned}
 P_{El,ges} &= (P_{VD,Anfahr} + P_{G,El}) \times 1,5 \frac{h}{Woche} + \\
 &+ (P_{VD,Betrieb} + P_{G,El}) \times 120 \frac{h}{Woche} + \\
 &+ P_{G,El} \times 11 \frac{h}{Woche}.
 \end{aligned} \tag{5.36}$$

und beträgt $168,3 \frac{kWh}{Woche}$. Neben der elektrischen Leistung wird noch die vom Heizer bereitgestellte Wärmeleistung in der Regenerationsphase benötigt. Diese Wärmeleistung ergibt sich aus der Leistung des Wärmeübertragers und der 11-stündigen Betriebszeit zu

$$P_{W,ges} = P_H \times 11 \frac{h}{W} \simeq 229,9 \frac{kWh}{Woche}. \tag{5.37}$$

Der ermittelte spezifische Energiebedarf bezogen auf 1 kg feuchte Möhren, beträgt somit $28670 \frac{kJ}{kg}$. Wird ein Strompreis von $0,15 \frac{EURO}{kWh}$ zugrunde gelegt, ergeben sich Elektroenergiekosten von $25 \frac{EURO}{Woche}$. Die in der Regenerationsphase im Wärmeübertrager benötigte Dampfmenge lässt sich vereinfacht mit der Gleichung (5.38) berechnen und ergibt sich zu

$$\dot{m}_{D,ges} = \frac{P_H}{\Delta h_{Verd}} \times 11 h \simeq 331 \frac{kg}{Woche}. \tag{5.38}$$

Wird ein Dampfpreis von $15 \frac{EURO}{t}$ zugrunde gelegt, so ergeben sich Wärmeenergiekosten von $5 \frac{EURO}{Woche}$. Die Summe der Energiekosten führt zu $0,6 \frac{EURO}{kg}$. Die Kosten sind ebenfalls auf 1 kg feuchte Möhren bezogen.

Kapitel 6

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Problematik der atmosphärischen Gefriertrocknung in Wirbelschichten. Die Aufgabenstellung leitete sich aus den in der Literatur genannten Vorteilen der atmosphärischen Gefriertrocknung, wie

- geringe Aktivitätsverluste thermolabiler Produkte,
- sehr gute Retention flüchtiger Aromastoffe,
- einfache Prozessführung infolge des Atmosphärendrucks und
- geringere Investitionskosten im Vergleich zur klassischen Vakuumgefriertrocknung

und den Vorzügen der Wirbelschichttechnologie, wie

- gute gassetige Stoff- und Wärmeübergänge,
- geringe Apparategrößen,
- keine Feuchte- und Temperaturgradienten des Produktaufwerks,
- Möglichkeit einer kontinuierlichen Prozessführung und
- Vermeidung von Verklebungen der Produktpartikel

ab. Das im Rahmen der Arbeit entwickelte Anlagenkonzept vereint die Vorteile der atmosphärischen Gefriertrocknung mit jenen der Wirbelschicht. Das Konzept sieht dabei eine Kreislauffahrweise des Trocknungs- und Fluidisierungsgases vor. Die Kreislauffahrweise ermöglicht zum Einen die Prozessführung mit Hilfe eines Inertgases als Trocknungsmedium, was einen bei speziellen Produkten unerwünschten Sauerstoffkontakt verhindern kann. Zum Anderen sind die bei Kreislauffahrweisen günstigen energetischen Effekte zu nennen. Um das während des Trocknungsprozesses sich mit Wasserdampf anreichernde Trocknungsgas für eine Gewährleistung der Triebkraft zu entfeuchten, befindet sich ein Adsorber im Kreislauf. Das Konzept beinhaltet zwei wesentliche Apparatekomponenten, die Wirbelschicht als Trockner und den Adsorber zur sorptiven Entfeuchtung des Trocknungsgases.

Das entwickelte, atmosphärische Gefriertrocknungsverfahren wird in dieser Arbeit anhand praktischer Versuche und mit Hilfe von theoretischen Überlegungen näher untersucht. Die experimentellen Arbeiten unterteilen sich in Gefriertrocknungsversuche mit der Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$ und biologischen Produkten, wie Möhren, Küchenzwiebeln und Brokkolisprossen. Die experimentellen Untersuchungen waren so angelegt, dass die wesentlichen und an gasfluidisierten Wirbelschichten veränderbaren Betriebsparameter bei der Trocknung, wie

- Gaseintrittstemperatur,
- Gasdurchsatz und
- Schichtmasse

und die Größe der Produktstücke variiert wurden. Die Veränderungen dieser Parameter hatten zum Ziel, die Effekte bei der Wirbelschichtwarmlufttrocknung mit den experimentellen Ergebnissen der Trocknung bei negativen Temperaturen zu vergleichen. Die gewonnenen Ergebnisse beweisen, dass sich bereits festgestellte Tendenzen der Wirbelschichtwarmlufttrocknung auf die Wirbelschichtsublimationstrocknung übertragen lassen.

Die Versuche mit unterschiedlichen Schichtmassen zeigen dabei, dass markante Trocknungszeitunterschiede nur dann erkennbar sind, wenn die Aufnahmefähigkeit der Luft zum limitierenden Faktor wird. Dies kann bei verhältnismäßig geringen Luftmengen und großen Schichtmassen der Fall sein. Für die in der Praxis gewünschte effektive Nutzung der Wirbelschicht bedeutet dies, dass die Schichtmasse ohne Einbuße an Trocknungszeit bei konstanter Gasführung so weit erhöht werden kann, bis das Gas die Nähe seines Sättigungszustandes erreicht.

Die Temperaturänderungen des Fluidisierungsgases haben analog der Warmlufttrocknung gezeigt, dass eine Zunahme der Temperatur zu einer Trocknungszeitverkürzung führt. Ein Grund ist der erhöhte Sattedampfdruck bei höherer Temperatur und die damit verbundene vergrößerte Aufnahmefähigkeit des Gases für den Wasserdampf. Desweiteren beeinflusst eine erhöhte Temperatur des Fluidisierungsgases das Gleichgewicht Produkt-Gas positiv und führt bei konstanter Produktbeladung zu einer erhöhten relativen Feuchte an der Phasengrenze und somit zu einer verbesserten Triebkraft für die Trocknung.

Dieses Gleichgewichtsverhalten wird mit Hilfe von Sorptionsisothermen beschrieben. Sie wurden für die Modellsubstanz $\gamma - Al_2O_3$ im Rahmen der Arbeit für negative Temperaturen experimentell ermittelt. Diese Ergebnisse für die Modellsubstanz und die in der Literatur vorhandenen Untersuchungen für das natürliche Produkt Möhren verdeutlichen, dass in dem engen untersuchten Temperaturbereich keine markanten Unterschiede im Gleichgewichtsverhalten feststellbar sind.

Die Ergebnisse einer Gasdurchsatzerhöhung verdeutlichen eine Trocknungszeitverkürzung. Diese ist im Wesentlichen mit einer erhöhten Kapazität des Gasstroms

und nicht mit der veränderten Geschwindigkeit und dem Stoffübergangskoeffizienten begründbar.

Die experimentellen Untersuchungen mit veränderter Produktgröße zeigen, dass die Trocknungsgeschwindigkeit mit zunehmender Abmessung der Produktstücke abnimmt. Dieses Verhalten kann mit konstanter Schichtmasse auf eine verringerte Stoffaustauschfläche und auf längere Diffusionswege innerhalb des Produktes zurückgeführt werden. Eine genaue Trennung bzw. Quantifizierung beider Effekte konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht getroffen werden. Hierfür wären Versuche unterschiedlicher Produktgröße jedoch gleicher Stoffaustauschfläche erforderlich.

Neben dem experimentellen Teil befasst sich die Arbeit mit der Modellierung der beiden wesentlichen Apparatekomponenten - Wirbelschichtapparat und Adsorber. Die Modellierung und Bilanzierung der Wirbelschicht baut im Wesentlichen auf Arbeiten von *Burgschweiger* [12], *Heinrich* [33], [32], *Machnow* [60], *Peglow* [77] und *Groenewold* [26] der Universität Magdeburg auf. Den Anlass dafür lieferte die Analogie zwischen der Warmlufttrocknung und der Trocknung bei negativen Temperaturen. Aus den Erkenntnissen der genannten Arbeiten wurde ein Modell mit zwei unterschiedlichen kinetischen Ansätzen zur Beschreibung des Stoffübergangs für die Wirbelschichtgefriertrocknung abgeleitet. Die zwei vorgestellten Stoffübergangskinetiken greifen zur Beschreibung innerer Transportwiderstände auf einen angepassten Normierungsansatz von *van Meel* [65] zurück, welcher eigentlich nur für Güter mit ausgeprägten 1. Trocknungsabschnitt anwendbar ist.

Die Ergebnisse der Validierung anhand der Modells substanz $\gamma - Al_2O_3$ zeigen zufriedenstellende Übereinstimmungen. Das untersuchte Naturprodukt Möhren weist jedoch keinen ausgeprägten 1. Trocknungsabschnitt auf. Um dennoch das Modell auch für Güter ohne ausgeprägten 1. Trocknungsabschnitt nutzen zu können, wurde die Normierung auf die Trocknungsgeschwindigkeit zum Zeitpunkt $t = 0$ durchgeführt. Die Ergebnisse der Validierung für das Naturprodukt Möhren bestätigen diese Vorgehensweise.

Als Alternative zum Normierungsansatz von *van Meel* [65] wurden vereinfachte Betrachtungen zum Stoffübergang bei der Trocknung angestellt. Sie berücksichtigen die innere Diffusion und den Diffusionsweg in Abhängigkeit vom Trocknungsfortschritt. Ergebnis dieser Betrachtungen ist ein Term, der analog *van Meel* [65] innere Widerstände berücksichtigt. Er kann in seiner Form im Modell anstelle der normierten Einzelpartikel-trocknungskurve implementiert werden.

Die theoretischen Betrachtungen des Festbettadsorbers basieren auf einem heterogenen Modell. Das Modell lässt eine Abschätzung der Veränderungen der Feuchten und Temperaturen im Adsorber und am Austritt des Adsorbers in Abhängigkeit des Gaseintrittszustandes und der Eigenschaften des Adsorbers sowie des Adsorbens zu. Die Validierung des Modells zeigt grundlegende Übereinstimmungen mit den experimentell gewonnenen Daten. Dieses Modell lässt eine Auslegung des Adsorbers und die Abschätzung des Durchbruchverhaltens zu.

Im letzten Teil der Arbeit wird ein praktisch realisierbares Anlagenkonzept auf der Basis der ermittelten experimentellen und theoretischen Erkenntnisse zur atmosphärischen Wirbelschichtgefriertrocknung vorgestellt. Anhand einer fiktiven Trocknungsaufgabe wurden alle wesentlichen Apparate- und Anlagenkomponenten dimensioniert. Mit Hilfe dieser Ergebnisse wurden schließlich die anlagenspezifischen Betriebskosten und der spezifische Energiebedarf für die Trocknung ermittelt.

Anhang A

Konstanten und Stoffwerte

A.1 Konstanten

Absolute Gaskonstante

$$\tilde{R} = 8,3143 \text{ J}/(\text{mol K}). \quad (\text{A.1})$$

Gravitationskonstante

$$g = 9,81 \text{ m}/\text{s}^2. \quad (\text{A.2})$$

A.2 Stoffwerte

A.2.1 Stoffwerte trockene Luft

Mittlere Molare Masse

$$\tilde{M}_L = 28,96 \text{ kg}/\text{kmol}. \quad (\text{A.3})$$

Spezifische Gaskonstante

$$R_L = 287,22 \text{ J}/(\text{kg K}). \quad (\text{A.4})$$

Dichte in $[\text{kg}/\text{m}^3]$

$$\rho_L = \frac{P}{R_L(273,15 \text{ K} + \vartheta)} \quad (\text{A.5})$$

Spezifische Wärmekapazität in $[J/(kg K)]$ [22]

$$c_{P,L} = A + B \vartheta + C \vartheta^2 + D \vartheta^3 \quad (\text{A.6})$$

$$A = 1000,256$$

$$B = 2,120536 \cdot 10^{-2}$$

$$C = 4,180195 \cdot 10^{-4}$$

$$D = -1,521916 \cdot 10^{-7}.$$

Wärmeleitfähigkeit in $[W/(m K)]$ [22]

$$\lambda_L = A + B \vartheta + C \vartheta^2 + D \vartheta^3 \quad (\text{A.7})$$

$$A = 24,5211 \cdot 10^{-3}$$

$$B = 7,501414 \cdot 10^{-5}$$

$$C = -2,593344 \cdot 10^{-8}$$

$$D = 5,292884 \cdot 10^{-11}.$$

Dynamische Viskosität in $[kg/(m s)]$ [22]

$$\eta_L = A + B \vartheta + C \vartheta^2 + D \vartheta^3 \quad (\text{A.8})$$

$$A = 1,705568 \cdot 10^{-5}$$

$$B = 4,511012 \cdot 10^{-8}$$

$$C = -8,766234 \cdot 10^{-12}$$

$$D = -3,382035 \cdot 10^{-15}.$$

Kinematische Viskosität in $[m^2/s]$

$$\nu_L = \frac{\eta_L}{\rho_L}. \quad (\text{A.9})$$

Prandtl-Zahl in $[-]$

$$Pr_L = \frac{\nu_L c_{P,L}}{\lambda_L}. \quad (\text{A.10})$$

A.2.2 Stoffwerte Wasser/Eis

Mittlere Molare Masse

$$\tilde{M}_W = 18,0153 \text{ kg/kmol}. \quad (\text{A.11})$$

Spezifische Verdampfungsenthalpie bei 0 °C

$$\Delta h_{Verd,0} = 2500000 \text{ J/kg.} \quad (\text{A.12})$$

Spezifische Schmelzenthalpie bei 0 °C

$$\Delta h_{Schm,0} = 334600 \text{ J/kg.} \quad (\text{A.13})$$

Spezifische Sublimationsenthalpie bei 0 °C

$$\Delta h_{Sub,0} = \Delta h_{Verd,0} + \Delta h_{Schm,0} \quad (\text{A.14})$$

Dichte in [kg/m³] [22]

$$\rho_{Eis} = A + B \vartheta + C \vartheta^2 \quad (\text{A.15})$$

$$A = 1006$$

$$B = 0,26$$

$$C = -0,0022.$$

Spezifische Wärmekapazität in [J/(kg K)] [59]

ϑ [°C]	-30	-20	-10	0
c_{Eis} [J/(kg K)]	4817	4418	4277	4218

A.2.3 Stoffwerte Wasserdampf**Dichte in [kg/m³]**

$$\rho_D = \frac{P}{R_W (273,15 \text{ K} + \vartheta)}. \quad (\text{A.16})$$

Spezifische Wärmekapazität in [J/(kg K)] [59]

$$c_{P,D} = \frac{1000}{\tilde{M}_W} (A + B (\vartheta + 273,15 \text{ K}) + C (\vartheta + 273,15 \text{ K})^2 + D (\vartheta + 273,15 \text{ K})^3) \quad (\text{A.17})$$

$$A = 32,24$$

$$B = 1,924 \cdot 10^{-3}$$

$$C = 1,055 \cdot 10^{-5}$$

$$D = -3,596 \cdot 10^{-9}.$$

Wärmeleitfähigkeit in $[W/(m K)]$ [59]

$$\lambda_D = A + B (\vartheta + 273,15 K) + C (\vartheta + 273,15 K)^2 + D (\vartheta + 273,15 K)^3 \quad (\text{A.18})$$

$$A = 7,341 \cdot 10^{-3}$$

$$B = -1,013 \cdot 10^{-5}$$

$$C = 1,801 \cdot 10^{-7}$$

$$D = -9,1 \cdot 10^{-11}.$$

Diffusionskoeffizient in $[cm^2/s]$ [59]

$$D_{D,L} = \frac{10^{-3} T^{1,75} [K] \left(\frac{M_W + M_L}{M_W M_L} \right)^{\frac{1}{2}} 1,013}{p[\text{bar}] \left[(\sum v_W)^{\frac{1}{3}} + (\sum v_L)^{\frac{1}{3}} \right]^2} \quad (\text{A.19})$$

$$v_W = 12,7$$

$$v_L = 20,1.$$

Anhang B

Kenngrößen

B.1 Wirbelschichtkenngrößen

Archimedes-Zahl als Verhältnis der Auftriebs- zur Trägheitskraft

$$Ar = \frac{g d_P^3 (\rho_P - \rho_G)}{\nu_G^2 \rho_G}. \quad (\text{B.1})$$

Empirische Beziehung zur Berechnung der Reynolds-Zahl am Wirbelpunkt [25]

$$Re_{BP} = \frac{Ar}{1400 + 5,22 Ar^{0,5}}. \quad (\text{B.2})$$

Reynolds-Zahl am Betriebspunkt als Verhältnis der Trägheits- zur Zähigkeitskraft

$$Re_{BP} = \frac{w_0 d_P}{\nu_L}. \quad (\text{B.3})$$

Relatives Lückesvolumen als Verhältnis des Lückenvolumens zum gesamten Wirbelschichtvolumen

$$\varepsilon = \frac{V_L}{V_{WS}}. \quad (\text{B.4})$$

Empirische Beziehung zur Ermittlung des relativen Lückenvolumens [25]

$$\varepsilon = \left(\frac{18 Re_{BP} + 0,36 Re_{BP}^2}{Ar} \right)^{0,21}. \quad (\text{B.5})$$

Wirbelschichtvolumen als Summe des reinen Lückenvolumens und des Feststoffvolumens

$$V_{WS} = V_L + V_{P,ges}. \quad (\text{B.6})$$

Feststoffvolumen als Quotient der Feststoffmasse und -dichte

$$V_{P,ges} = \frac{m_{WS}}{\rho_P}. \quad (\text{B.7})$$

Wirbelschichthöhe als Quotient aus dem Volumen der Schicht und der Anströmfläche

$$H_S = \frac{V_{WS}}{A_{App}} = \frac{4 m_P}{(1 - \varepsilon) \rho_P \pi d_{App}^2}. \quad (\text{B.8})$$

Blasenanteil [38]

$$\nu = \nu_r \frac{w_0 - w_{WP}}{w_0}. \quad (\text{B.9})$$

Tabelle B.1: Erforderlicher Parameter ν_r zur Berechnung des Bypassanteils in Abhängigkeit der Geldart-Klassifizierung

A	B	D
0,8 für $H_{WS}/d_{App} < 1$	0,67 für $H_{WS}/d_{App} < 1,7$	0,26 für $H_{WS}/d_{App} < 0,55$
	0,51(H_{WS}/d_{App}) ^{0,5} für $1,7 < H_{WS}/d_{App} < 4$	0,35(H_{WS}/d_{App}) ^{0,5} für $0,55 < H_{WS}/d_{App} < 8$
	1 für $H_{WS}/d_{App} > 4$	1 für $H_{WS}/d_{App} > 8$

B.2 Adsorberkenngößen

Porosität in Wandnähe nach [86]

$$\varepsilon_W = 1 - 0,513 \frac{d_{App}/d_{Adsorbens} - 7/8}{d_{App}/d_{Adsorbens} - 1/2}. \quad (\text{B.10})$$

Mittlere Porosität

$$\varepsilon = (1 - \varphi^*) \varepsilon_\infty + \varphi^* \varepsilon_W \quad (\text{B.11})$$

mit

$$\varphi^* = 1 - \left(1 - \frac{1}{d_{App}/d_{Adsorbens}} \right)^2 \quad (\text{B.12})$$

und

$$\varepsilon_\infty \simeq 0,4. \quad (\text{B.13})$$

Berechnung der „molekularen“ Peclet-Zahl [86]

$$Pe_0 = \frac{w_0 d_P}{D_{D,L}}. \quad (\text{B.14})$$

Berechnung der „effektiven“ Peclet-Zahl [86]

$$PE_{ax} = \frac{w_0 d_P}{D_{ax}}. \quad (\text{B.15})$$

Axialer Dispersionskoeffizient

$$D_{ax} = D_{D,L} \left(\frac{D_{Bed}}{D_{D,L}} + \frac{Pe_0}{K_{ax}} \right). \quad (\text{B.16})$$

Verhältnis der Diffusionskoeffizienten

$$\frac{D_{Bed}}{D_{D,L}} = 1 - \sqrt{1 - \varepsilon}. \quad (\text{B.17})$$

Bodenstein-Zahl

$$Bo = \frac{w_0 L}{D_{ax}}. \quad (\text{B.18})$$

Anhang C

Stoff- und Wärmeübergangskoeffizienten

C.1 Wirbelschicht

C.1.1 Stoff- und Wärmeübergangskoeffizienten Luft-Partikel in der Suspensionsphase

Stoffübergangskoeffizient $\beta_{L,P}$ aus empirischer Sherwood-Beziehung nach [63]

$$\beta_{L,P} = \frac{Sh_{L,P} D_{D,L}}{d_P}. \quad (\text{C.1})$$

$$Sh_{L,P} = [1 + 1.5(1 - \varepsilon)] Sh_{\text{Einzelkugel}}, \quad (\text{C.2})$$

wobei

$$Sh_{\text{Einzelkugel}} = 2 + \sqrt{Sh_{\text{lam}}^2 + Sh_{\text{tur}}^2}. \quad (\text{C.3})$$

$$Sh_{\text{lam}} = 0.664 Re_\varepsilon^{1/2} Sc^{1/3}, \quad (\text{C.4})$$

$$Sh_{\text{tur}} = \frac{0,037 Re_\varepsilon^{0.8} Sc}{1 + 2.443 Re_\varepsilon^{-0.1} (Sc^{2/3} - 1)}, \quad (\text{C.5})$$

$$Re_\varepsilon = \frac{Re_{BP}}{\varepsilon}, \quad (\text{C.6})$$

$$Sc = \frac{\nu_L}{D_{D,L}}. \quad (\text{C.7})$$

Berechnung der scheinbaren Sherwood-Zahl [27]

$$Sh = \frac{Re_{BP} Sc}{\frac{A_{P,ges}}{V_{WS}} H_{WS}} \ln \left(1 + \frac{Sh_{Einzelkugel,WP} \frac{A_{P,ges}}{V_{WS}} H_{WS}}{Re_{BP} Sc} \right). \quad (C.8)$$

Nusselt-Zahl folgt aus Analogie zwischen Wärme- und Stoffübergang

$$Nu_{L,P} = Sh_{L,P} Le^{-1/3} \quad (C.9)$$

mit

$$Le = \frac{\lambda_L}{c_L \rho_L D_{W,L}}. \quad (C.10)$$

$$\alpha_{L,P} = \frac{Nu_{L,P} \lambda_L}{d_P}. \quad (C.11)$$

C.1.2 Wärmeübergangskoeffizient Luft-Wand innenseitig

Wärmeübergangskoeffizient $\alpha_{L,W}$ mit Hilfe einer empirischen Nusselt-Beziehung nach [4]

$$\alpha_{L,W} = \frac{Nu_{L,W} \lambda_P}{d_P}. \quad (C.12)$$

Für $w_{WP} < w_0 < w_{opt}$

$$Nu_{L,W} = 0.009 Pr^{1/3} Ar^{1/2} \left(\frac{w_0}{w_{opt}} \right)^{0.3}, \quad (C.13)$$

für $w_{opt} < w_0 < w_{AP}$,

$$Nu_{L,W} = 0.009 Pr^{1/3} Ar^{1/2}, \quad (C.14)$$

wobei

$$Re_{opt} = \frac{w_{opt} d_P}{\nu_L} = 7.5 \left(\frac{g d_P^3}{\nu_L^2} \right)^{0.45}. \quad (C.15)$$

C.1.3 Wärmeübergangskoeffizient Partikel-Wand

Wärmeübergangskoeffizient $\alpha_{P,W}$ mit Hilfe einer empirischen Nusselt-Beziehung nach [63]

$$\alpha_{P,W} = \frac{Nu_{P,W} \lambda_L}{d_P}. \quad (\text{C.16})$$

Empirische Nusselt-Beziehung

$$Nu_{P,W} = (1 - \varepsilon) Z (1 - e^{-N}). \quad (\text{C.17})$$

Parameter Z und N

$$Z = \frac{1}{6} \frac{\rho_P c_{P,P}}{\lambda_G} \sqrt{\frac{g d_P^3 (\varepsilon - \varepsilon_{WP})}{5 (1 - \varepsilon_{WP}) (1 - \varepsilon)}}, \quad (\text{C.18})$$

$$N = \frac{Nu_{WPO}}{2,6 Z}. \quad (\text{C.19})$$

$$Nu_{WPO} = 4 \left[\left(\frac{2\delta}{d_P} + 1 \right) \ln \left(\frac{d_P}{2\delta} + 1 \right) - 1 \right], \quad (\text{C.20})$$

$$\delta = 2\Lambda \left(\frac{2}{\theta} - 1 \right), \quad (\text{C.21})$$

$$\Lambda = \sqrt{\frac{2\pi RT}{M}} \frac{\lambda_G}{P \left(2c_{P,G} - \frac{R}{M} \right)}, \quad (\text{C.22})$$

$$\theta = \frac{1}{10^{0,6 - \frac{1000K/T+1}{c_A}} + 1}. \quad (\text{C.23})$$

C.1.4 Wärmeübergangskoeffizient Wand-Umgebung

Wärmeübergangskoeffizient $\alpha_{W,U}$ mit Hilfe einer empirischen Nusselt-Beziehung nach [46]

$$\alpha_{W,U} = \frac{Nu_{W,U} \lambda_L}{H_{WS}}. \quad (\text{C.24})$$

$$Nu_{W,U} = (0.825 + 0.387 [Ra f_1 (Pr)]^{1/8})^2, \quad (\text{C.25})$$

wobei

$$Ra = Pr \frac{g H_{WS}^3}{\bar{\nu}_L^2} \frac{\rho_L^\infty - \rho_L^{Wand}}{\rho_L^\infty} \quad (C.26)$$

und

$$f_1(Pr) = \left[1 + \left(\frac{0.492^{9/16}}{Pr} \right) \right]^{-16/9}. \quad (C.27)$$

C.2 Adsorber

C.2.1 Stoff- und Wärmeübergang Luft-Partikel

Berechnung Sherwood-Zahl des Haufwerks analog Wirbelschicht [23]

$$Sh_{L,P} = [1 + 1.5(1 - \varepsilon)] Sh_{Einzelkugel}, \quad (C.28)$$

wobei

$$Sh_{Einzelkugel} = 2 + \sqrt{Sh_{lam}^2 + Sh_{tur}^2}. \quad (C.29)$$

$$Sh_{lam} = 0.664 Re_\varepsilon^{1/2} Sc^{1/3}, \quad (C.30)$$

$$Sh_{tur} = \frac{0,037 Re_\varepsilon^{0.8} Sc}{1 + 2.443 Re_\varepsilon^{-0.1} (Sc^{2/3} - 1)}, \quad (C.31)$$

$$Re_\varepsilon = \frac{Re_0}{\varepsilon}, \quad (C.32)$$

$$Sc = \frac{\nu_L}{D_{D,L}}. \quad (C.33)$$

Berechnung der scheinbaren Sherwood-Zahl [81]

$$Sh = -\frac{Pe}{A_V L} \gamma \quad (C.34)$$

mit

$$A_V = 6(1 - \varepsilon)/d_P \quad (C.35)$$

und

$$\gamma = PE_{ax} \frac{L}{d_P} \frac{1 - \alpha}{2}. \quad (C.36)$$

$$\alpha = \sqrt{1 + 4 \frac{NTU}{Pe_{ax} \frac{L}{d_P}}}. \quad (\text{C.37})$$

$$NTU = A_V L \frac{Sh_{L,P}}{Pe_0}. \quad (\text{C.38})$$

Berechnung der scheinbaren Nusselt-Zahl erfolgt in Analogie zum Stoffübergang.

Anhang D

Ergebnisse

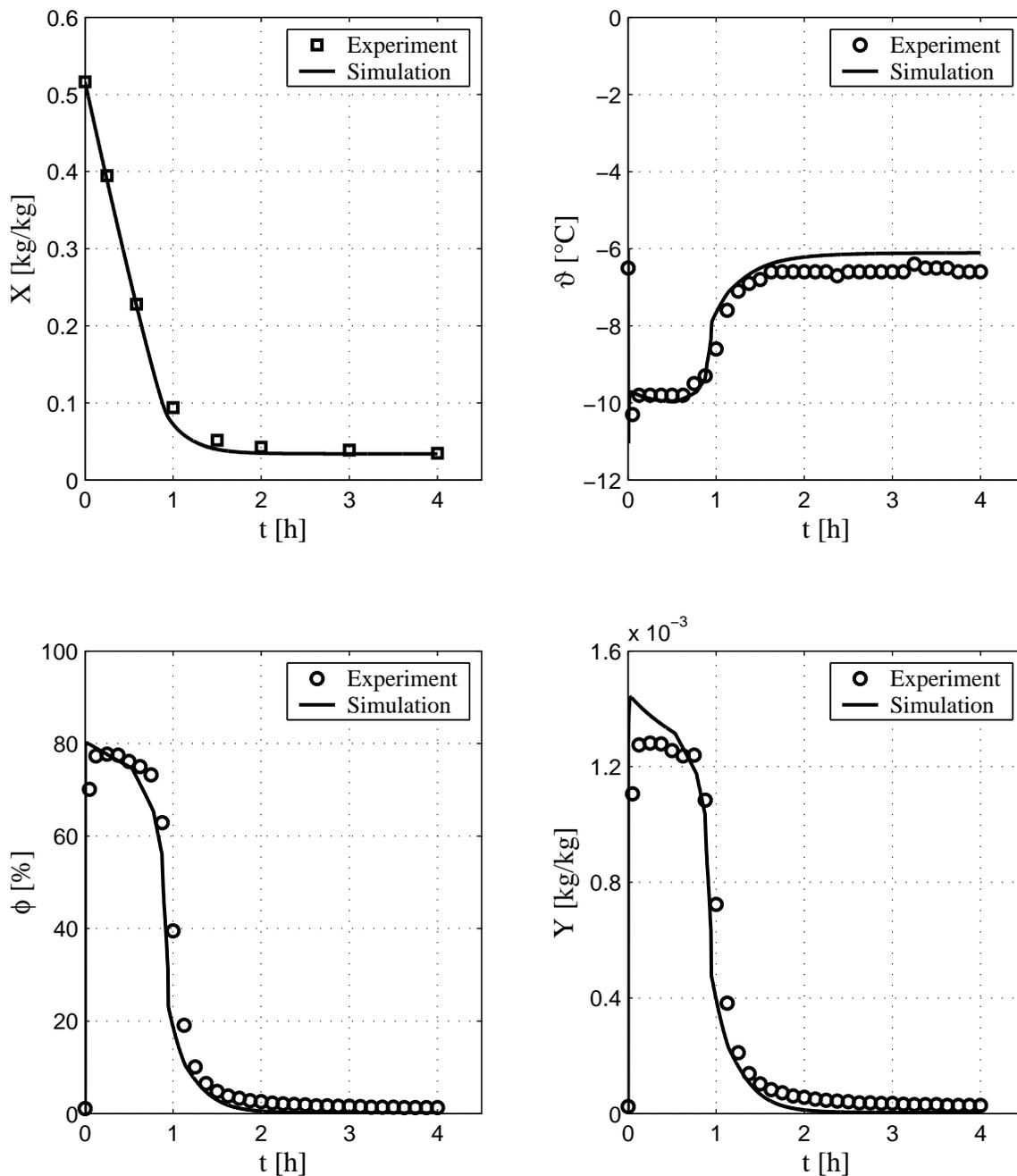


Abbildung D.1: Experimentelle Ergebnisse des Versuches *VG1*: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,01$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

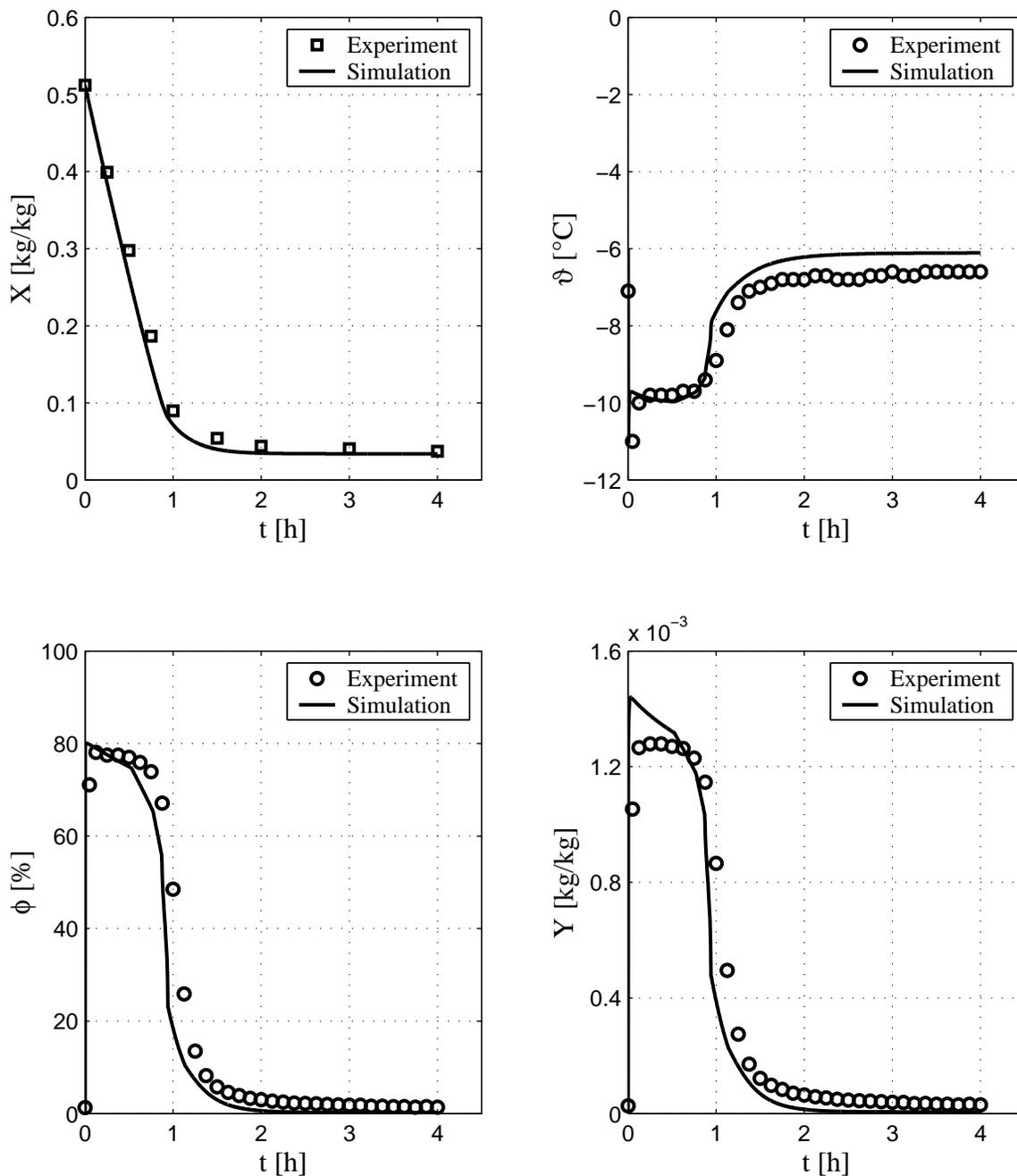


Abbildung D.2: Experimentelle Ergebnisse des Versuches VG2: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0065$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

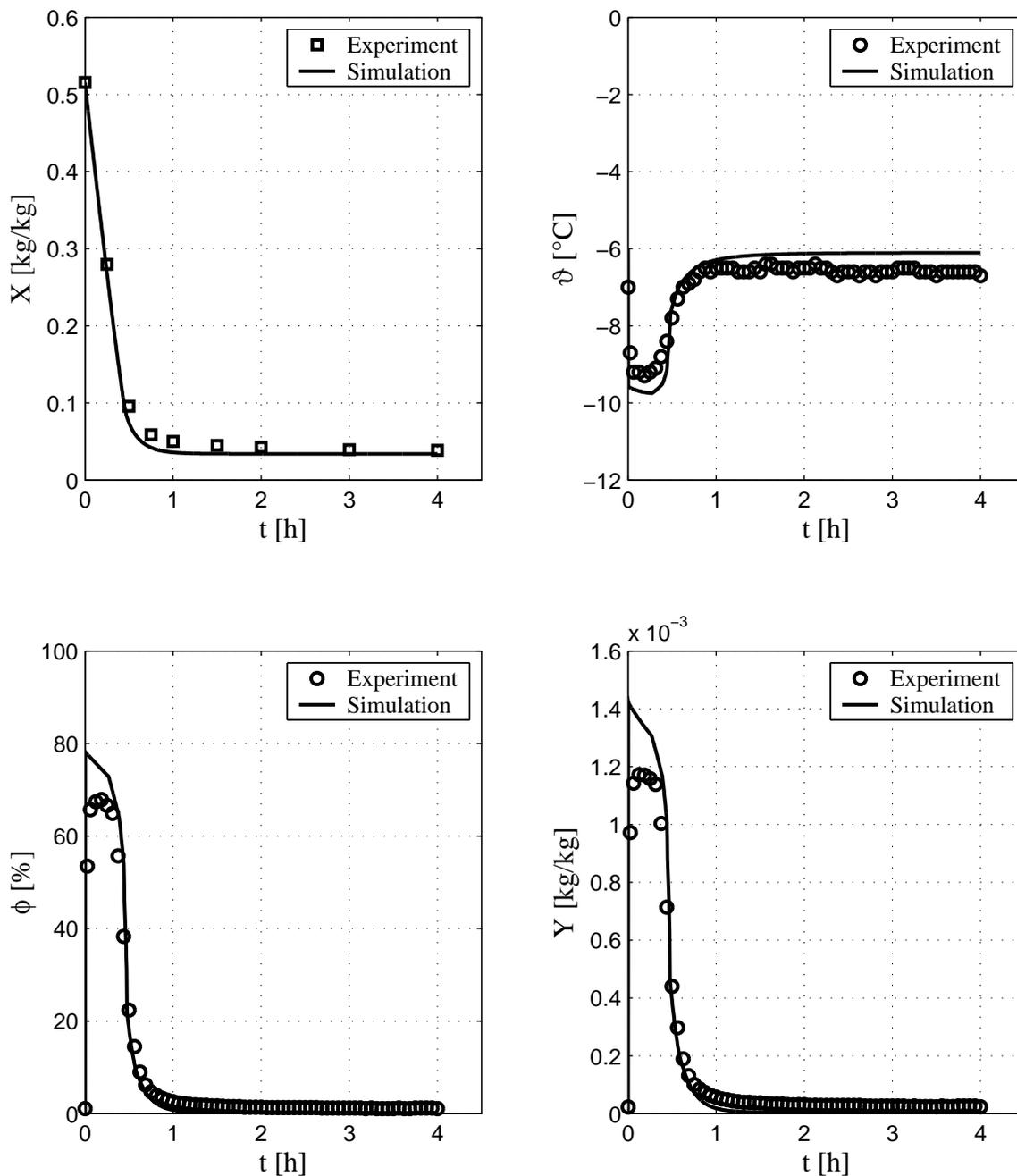


Abbildung D.3: Experimentelle Ergebnisse des Versuches *VG3*: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0122$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

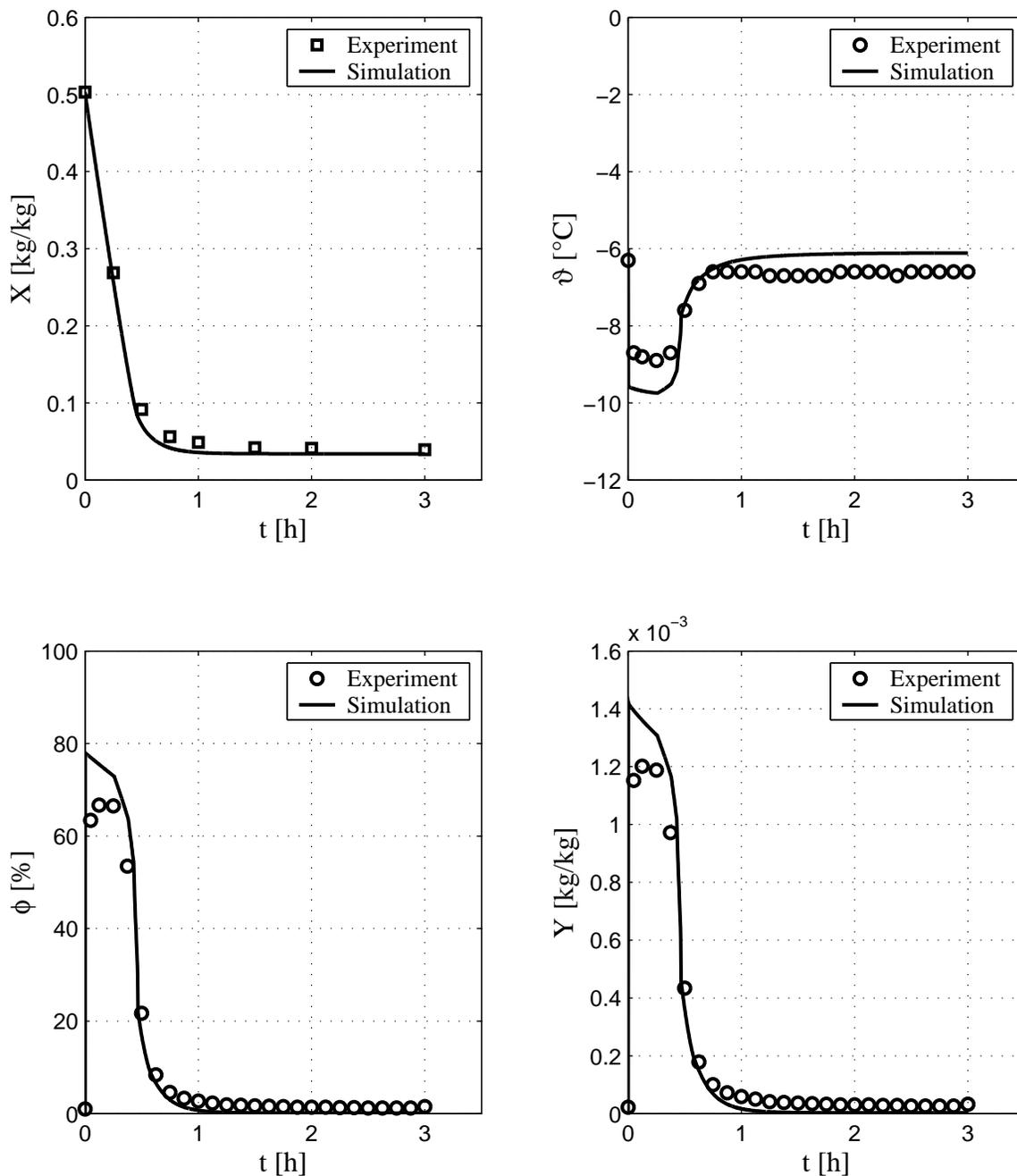


Abbildung D.4: Experimentelle Ergebnisse des Versuches VG_4 : Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0072$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

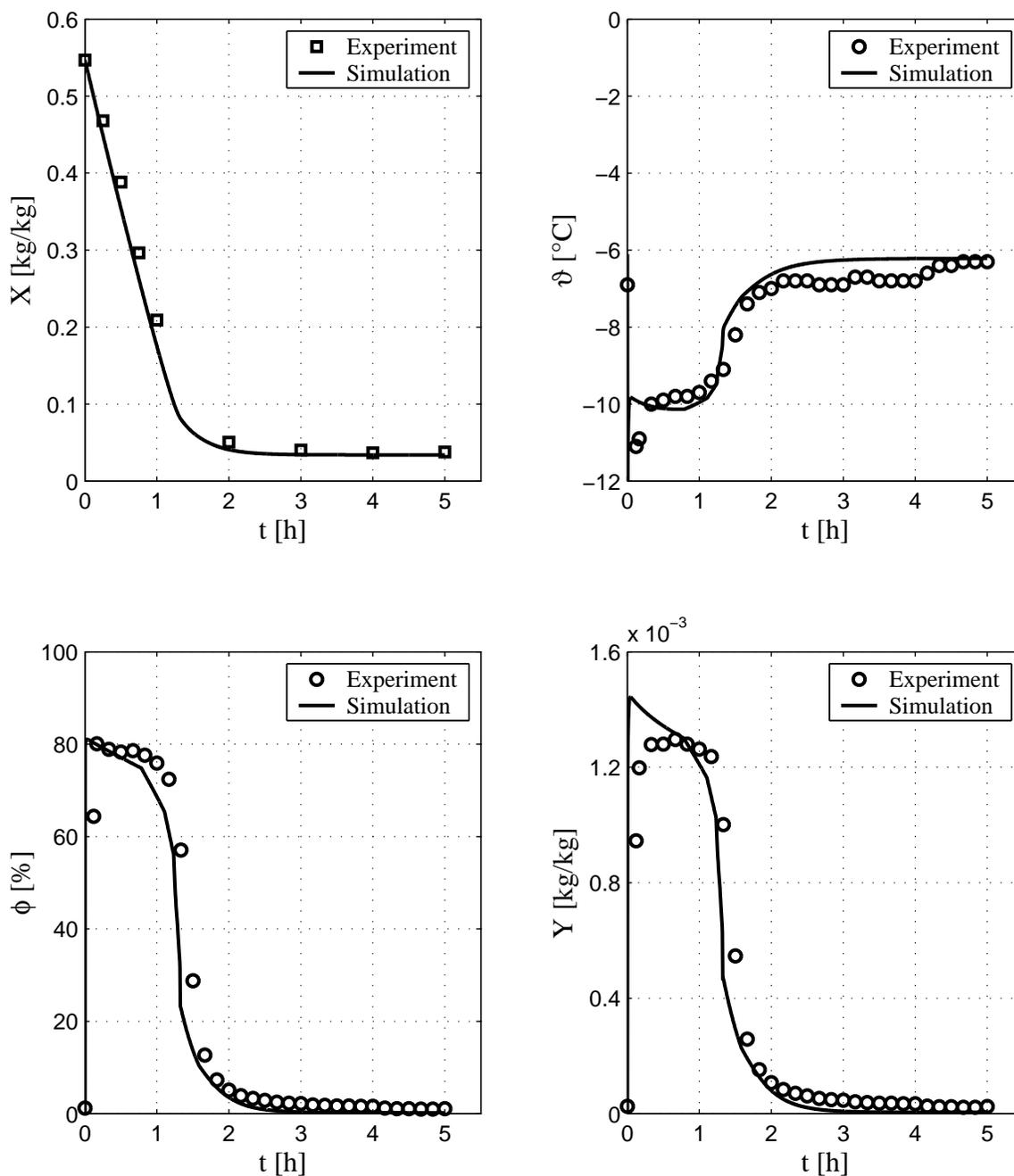


Abbildung D.5: Experimentelle Ergebnisse des Versuches *VG5*: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0110$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

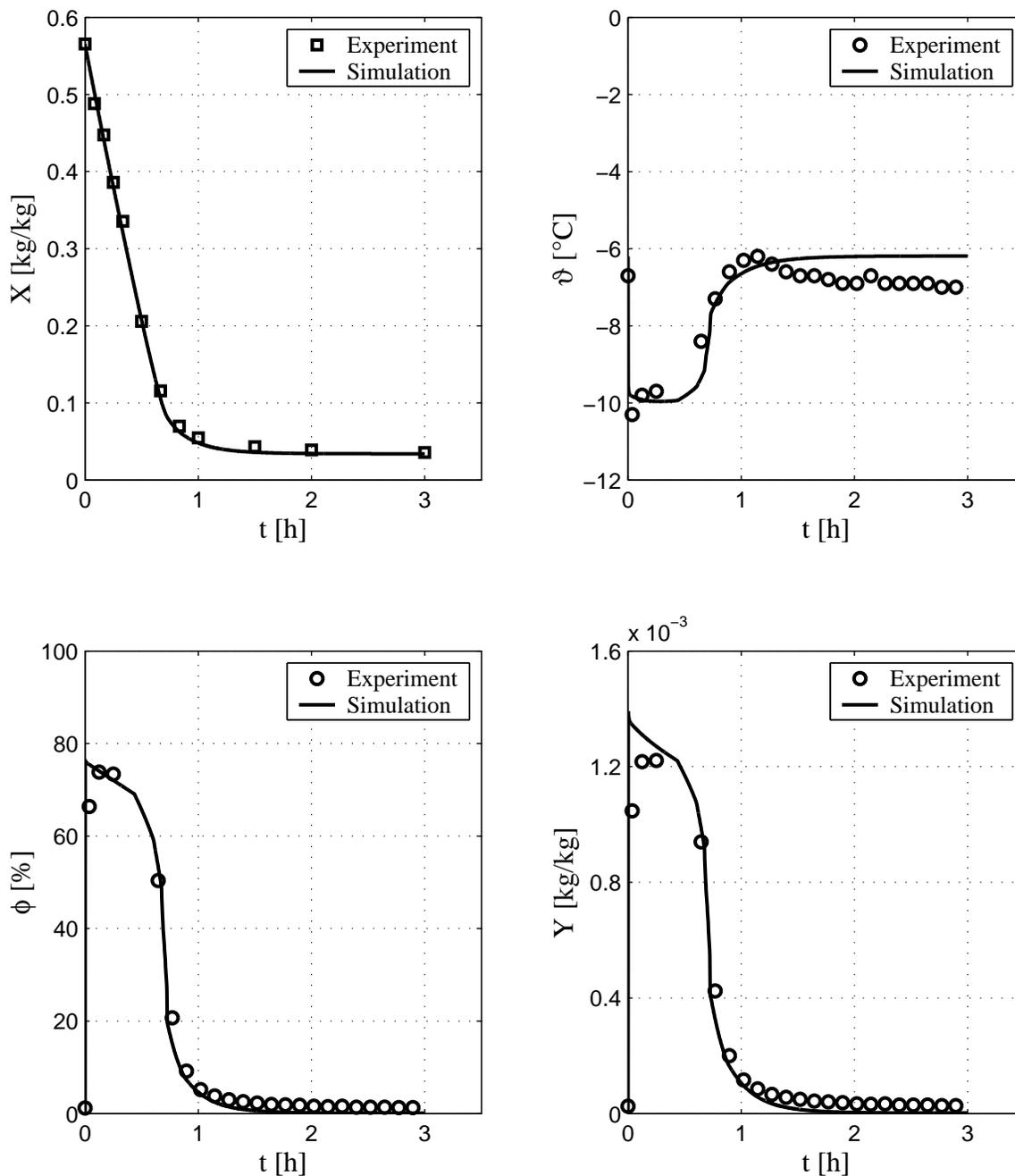


Abbildung D.6: Experimentelle Ergebnisse des Versuches *VG6*: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0110$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

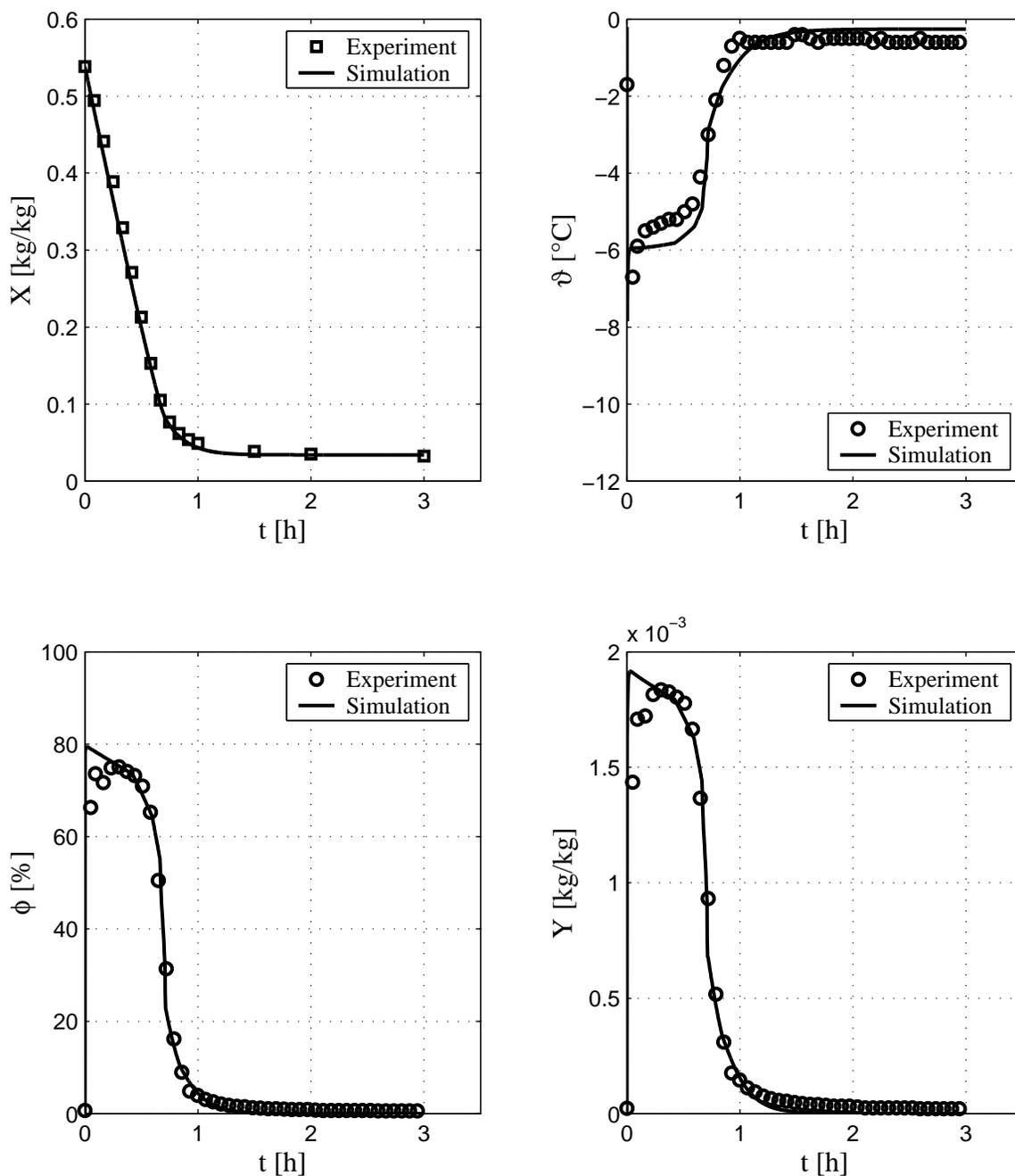


Abbildung D.7: Experimentelle Ergebnisse des Versuches VG7: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0079$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

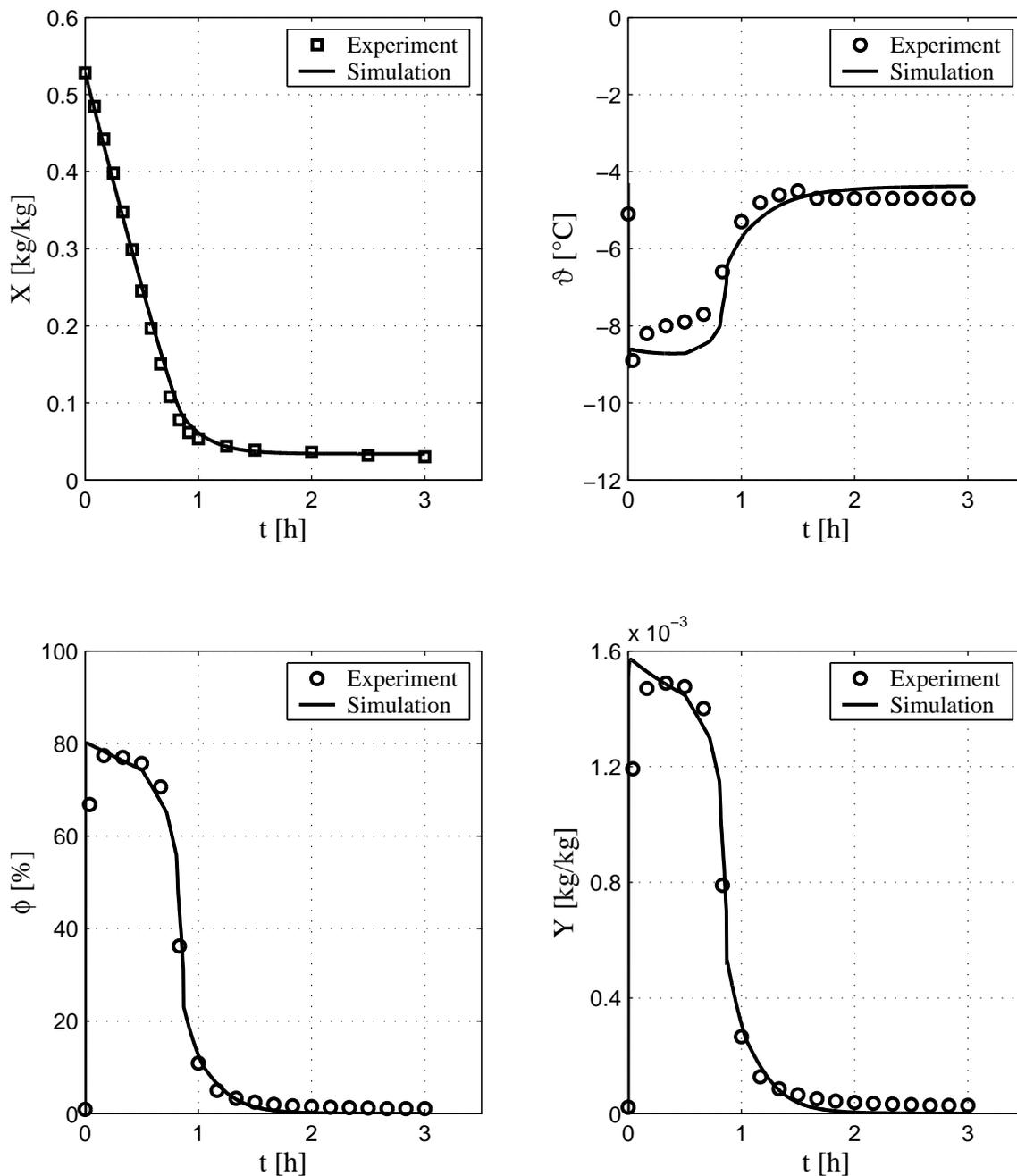


Abbildung D.8: Experimentelle Ergebnisse des Versuches VG8: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0051$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

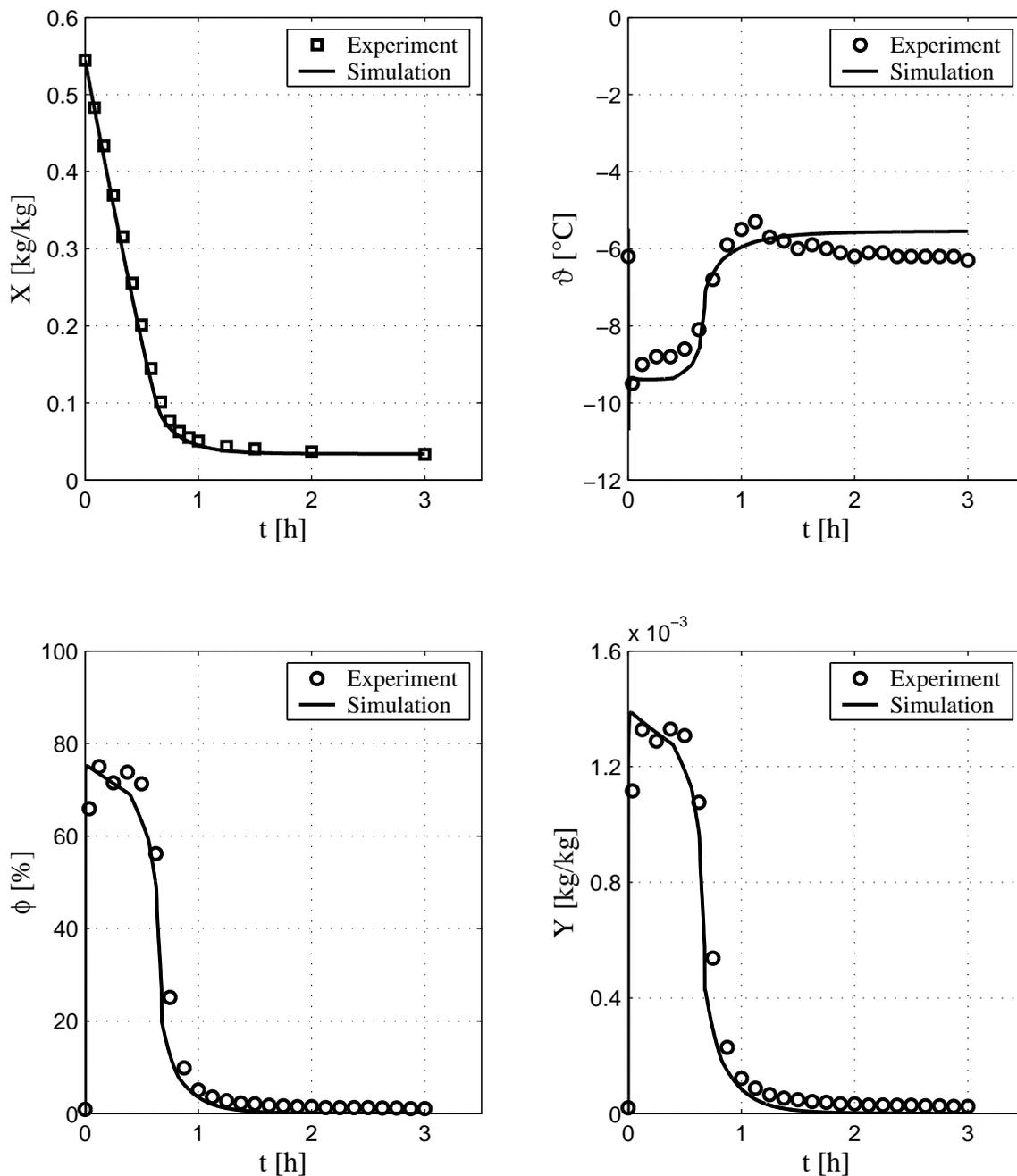


Abbildung D.9: Experimentelle Ergebnisse des Versuches *VG9*: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0067$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

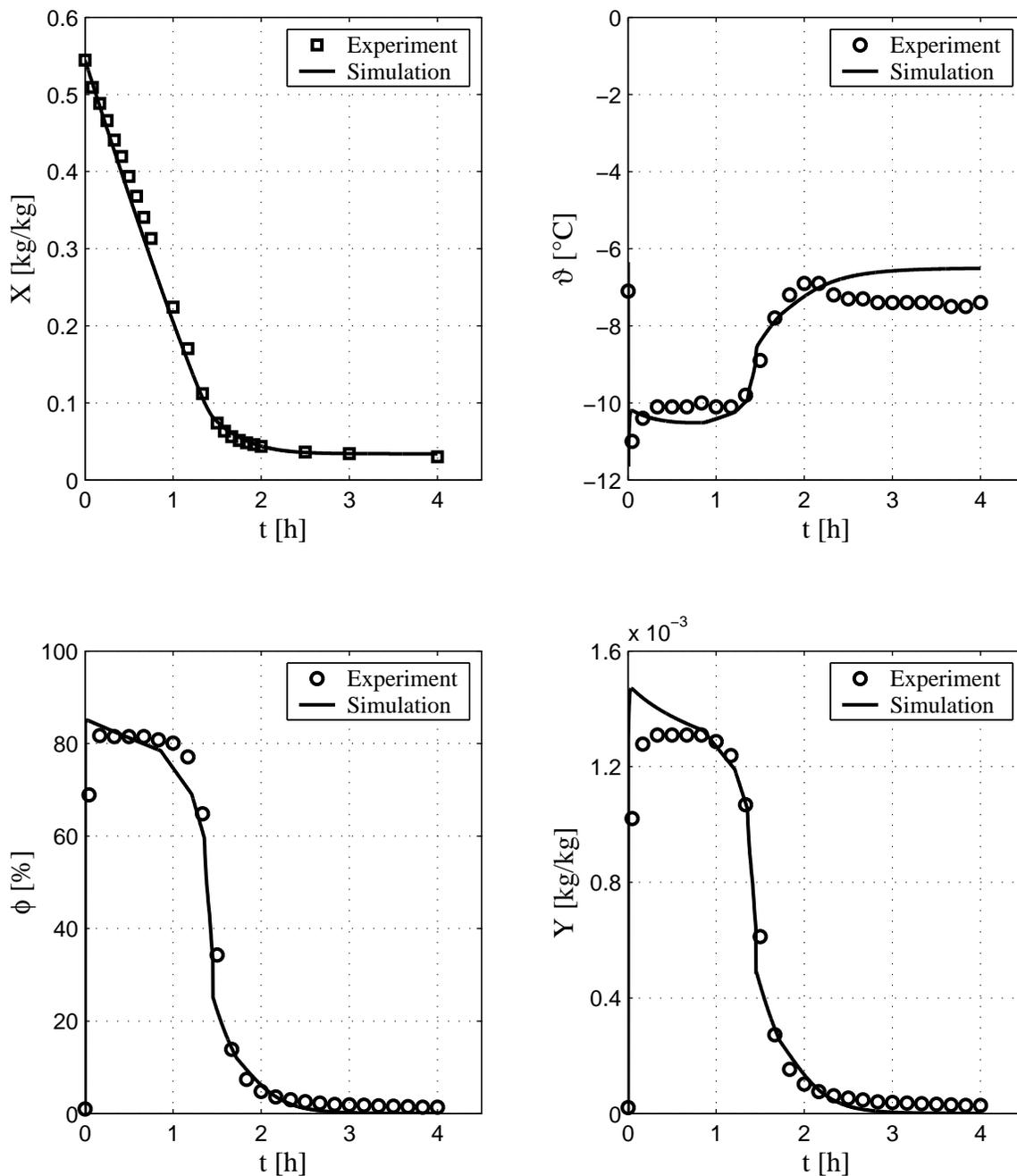


Abbildung D.10: Experimentelle Ergebnisse des Versuches VG10: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0087$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

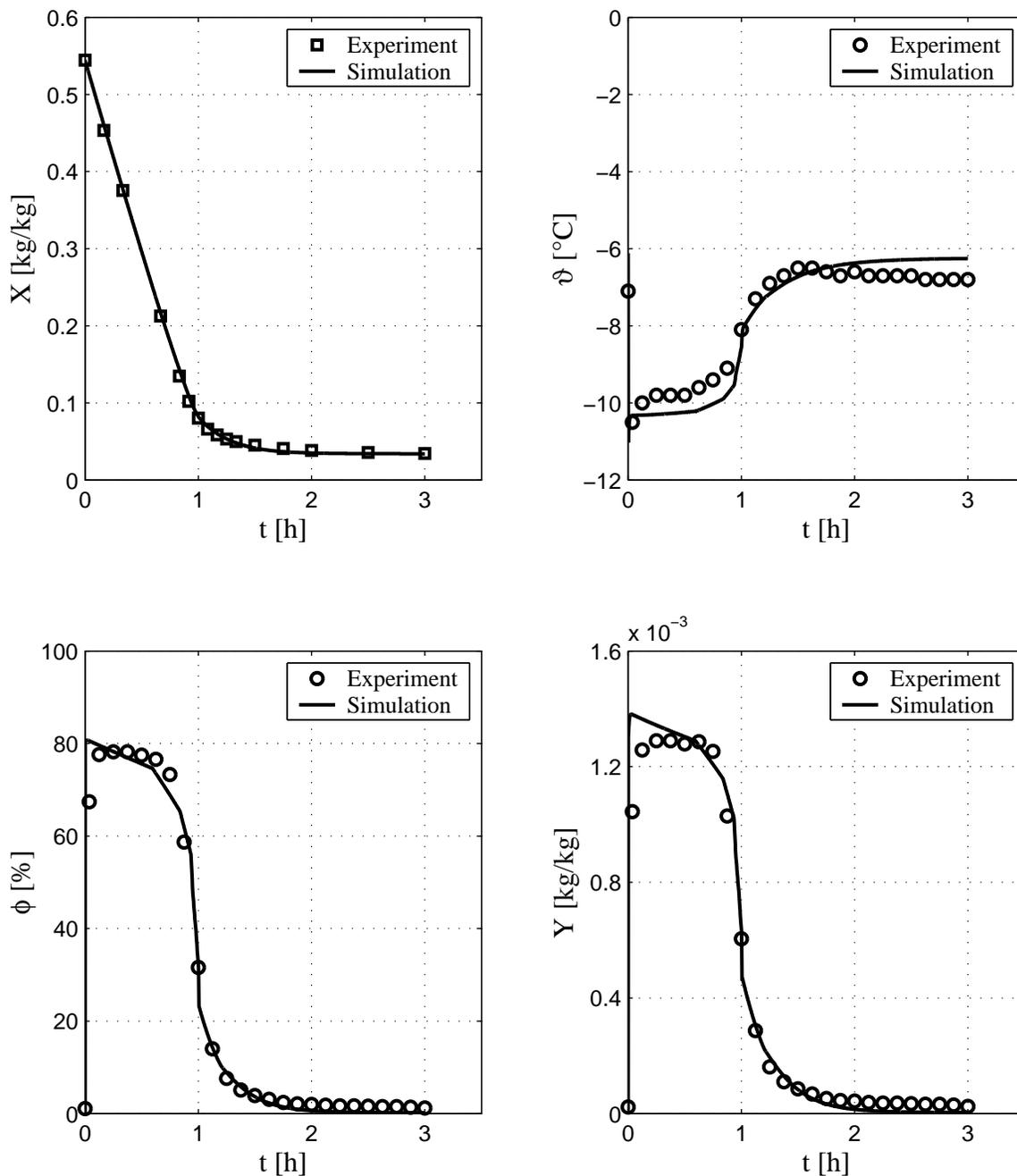


Abbildung D.11: Experimentelle Ergebnisse des Versuches VG11: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0103$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

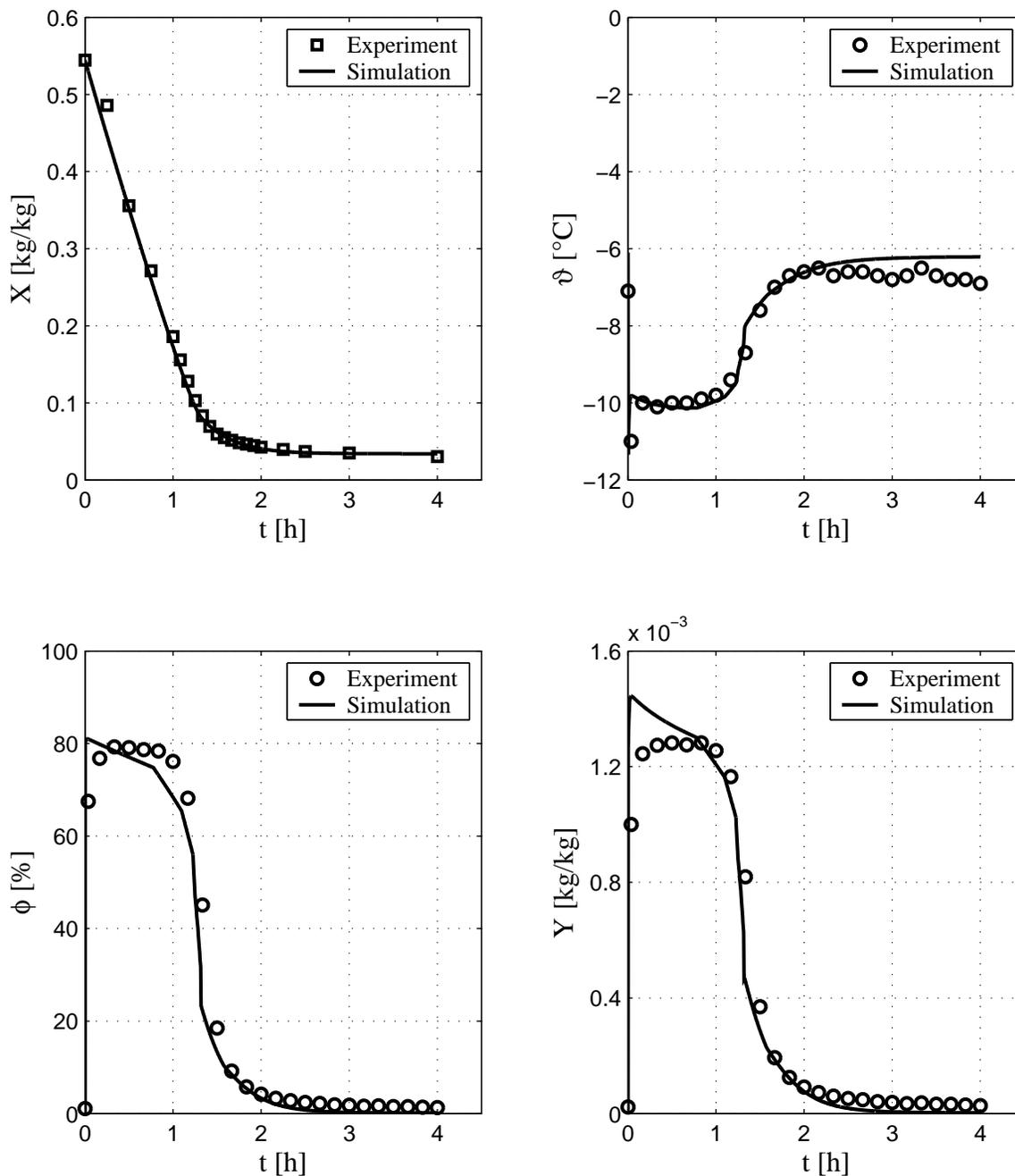


Abbildung D.12: Experimentelle Ergebnisse des Versuches VG12: Änderung der Gutsbeladung mit der Zeit (Ermittelte maximale Messunsicherheit des Beladungswertes $\Delta X_{\max} = \pm 0,0064$), Änderung der Temperatur, relativen Luftfeuchte und der Luftbeladung oberhalb und unterhalb der Wirbelschicht mit der Zeit

Literaturverzeichnis

- [1] ALEXIEV, N. : Energieersparung bei der Gefriertrocknung. In: *Luft- und Kältetechnik* 4 (1995), S. 185–187
- [2] ASTRÖM, S. : Wirbelbettverfahren zur Gefrieren von Lebensmitteln. In: *Kältetechnik und Klimatisierung* 21 (1969), Nr. 6, S. 162–164
- [3] BAEHR, H. D. (Hrsg.): *Thermodynamik - Eine Einführung in die Grundlagen und ihre technischen Anwendungen*. 8 Auflage. Berlin Heidelberg New York : Springer-Verlag, 1992
- [4] BASKAKOV, H. A. ; ET AL.: Heat transfer to objects immersed in fluidized beds. In: *Powder Technology* (1973), Nr. 8, S. 273–282
- [5] BELLGARDT, D. : *Zur Quervermischung des Feststoffes in Gas/Feststoff-Wirbelschichten*, TU Hamburg-Haburg, Diss., 1985
- [6] BELLGARDT, D. ; WERTHER, J. : Untersuchung der Quervermischung des Feststoffes in Gas/Feststoff-Wirbelschichten. In: *Chem. Ing. Techn.* 58 (1986), Nr. 6, S. 500–501
- [7] BOEH-OCANSEY, O. : A study of the freeze-drying of some liquid foods in vacuo and at atmospheric pressure. In: *Drying Technology* 2 (1983-84), Nr. 3, S. 389–405
- [8] BOEH-OCANSEY, O. : Some factors infuecing the freeze drying of carrot discs in vacuo und at atmospheric pressure. In: *Journal of food engineering* 4 (1985), S. 229–243
- [9] BOEH-OCANSEY, O. : Low temperature fluidized-bed drying of mushroom, carrot, beef and shrimp samples. In: *Acta alimentaria* 15 (1986), Nr. 2, S. 79–92
- [10] BOEH-OCANSEY, O. : A study of ice sublimation in a atmospheric dryer. In: *Drying Technology* 4 (1986), Nr. 3, S. 439–459
- [11] BONAZZI, C. L. ; ET AL.: Quality of dehydrated cultivated mushrooms (*Agaricus bisporus*): A comparasion between different drying and freeze-drying processes. In: *Lebensm.-Wiss. und -Technol.* 25 (1992), S. 334–339

- [12] BURGSCHEWIGER, J. : *Modellierung des statischen und dynamischen Verhalten von kontinuierlich betriebenen Wirbelschichttrocknern*, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, Diss., 2000
- [13] CONSTANTINO, H. R. ; ET AL.: Protein spray freeze-drying. 2. effect of formulation variables on particle size and stability. In: *Journal of pharmaceutical science* 91 (2002), Nr. 2, S. 388–395
- [14] DITTRICH, K. ; LEITZMANN, C. : *Bioaktive Substanzen*. Stuttgart : TRIAS, 1996
- [15] DOSNI, G. ; ET AL.: Atmospheric and vacuum freeze drying kinetics of shrimps. In: *Drying00* (2000), S. 279–287
- [16] DOSNI, G. ; ET AL.: Utilization of combined processes in freeze drying of shrimps. In: *Trans ICemE* 79 (2001), Nr. C, S. 152–159
- [17] ESIN, A. ; ALTUN, M. : Correlation of axial mixing of solids in fluidized beds by a dispersion coefficient. In: *Powder Technol* 39 (1984), Nr. 2, S. 241–244
- [18] FALBE, J. (Hrsg.): *Römpp-Lexikon Chemie*. Stuttgart : Thieme, 1999
- [19] FIKIIN, K. (Hrsg.): *Neuigkeiten in der Lebensmittel-Gefrierforschung in Europa und darüber hinaus*. Nr. 10. Technische Universität Sofia, Bulgarien : ISBN: 2-7380-1146-2, 2003
- [20] FORREST, J. C.: *Freeze-drying of foodstuffs/Development of the accelerated freeze-drying process* . 1.Edition. Coston and Smith, 1963. – 30–49 S
- [21] GIBERT, H. (Hrsg.): *Verfahren und Vorrichtung zur Lyophilisierung gefrorener Materialien*. DE 27 58 501, ANVAR 76 39 864, US-PS 41 75 334, 1978
- [22] GLÜCK, B. (Hrsg.): *Zustands- und Stoffwerte - Wasser, Dampf, Luft - Verbrennungsrechnungen*. 3 Auflage. Berlin : VEB Verlag für Bauwesen, 1986
- [23] GNIELINSKI, V. : *VDI-Wärmeatlas*. 7 Auflage. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1994 (Wärmeübergang Partikel-Fluid in durchströmten Haufwerken, Gh)
- [24] GNIELINSKI, V. ; ET AL.: *Verdampfung, Kristallisation, Trocknung*. erste Auflage. Braunschweig u.a. : Vieweg Verlag, 1993
- [25] GOROSCHKO, W. D. ; ET AL.: In: *Neft i gas* (125), S. 125
- [26] GROENEWOLD, H. : *Wirbelschichttrocknung mit indirekter Beheizung*, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, Diss., 2004
- [27] GRÖNEWOLD, H. ; TSOTSAS, E. : A new model for fluidized bed drying. In: *Drying Technol.* 15 (1997), S. 1687–1698

- [28] GROSS, B. : *Kaltlufttrocknung von Lebensmitteln bei Atmosphärendruck*, ETH Zürich, Diss., 1975
- [29] HAMMOND, I. H.: Economic evaluation of UHF dielectric vs radiant heating for freeze-drying. In: *Food Technology* 21 (1976), S. 735–738
- [30] HATAMIPOUR, M. S. ; MOWLA, D. : Experimental and Theoretical Investigation of Drying of Carrots in a Fluidized Bed with Energy Carrier. In: *Drying Technology* 21 (2003), Nr. 1, S. 83–101
- [31] HAYASHI, H. : Drying Technology of Foods - Their History and Future. In: *Drying Technology* 7 (1989), Nr. 22, S. 315–369
- [32] HEINRICH, S. : *Modellierung des Wärme- und Stoffübergangs sowie der Partikelpopulationen bei der Wirbelschicht-Sprühgranulation*. 1 Auflage. Düsseldorf : VDI-Verlag, 2001 (Fortschr.-Ber. VDI Reihe 3 Nr.675)
- [33] HEINRICH, S. ; ET AL.: Modelling of the batch treatment of wet granular solids with superheated steam in fluidised beds. In: *Chem. Eng. Process.* 38 (1999), S. 131–142
- [34] HEISS, R. ; EICHNER, K. : *Haltbarmachen von Lebensmitteln*. 4 Auflage. Berlin u.a. : Springer Verlag, 2002
- [35] HENNEBERG ; ET AL.: Fluidized bed air drying - Experimental study and model development. In: *Can. J. Chem. Eng.* 81 (2003), S. 176–184
- [36] HENNEBERG, M. : *Untersuchung des Flüssigkeitseintrages auf die Temperaturverteilung in Gas/Feststoff-Wirbelschichten*, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, Diss., 2004
- [37] HESEKER, B. (Hrsg.): *Nährstoffe in Lebensmitteln : Die grosse Energie- und Nährwerttabelle*. Frankfurt am Main : Umschau-Zeitschr.-Verl. Breidenstein, 1999
- [38] HILLIGARDT, K. ; WERTHER, J. : Local bubble gas hold-up and expansion of gas/solid fluidized beds. In: *Ger. Chem. Eng.* 9 (1986), S. 215–221
- [39] HOVEER, M. W.: UHF dielectric heating in experimental acceleration of freeze-drying. In: *Food Technology* 20 (1966), S. 807–811
- [40] IHLOW, M. : *Beitrag zur Absorption in flüssigkeitsbedühten Wirbelschicht*, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, Diss., 2003
- [41] JESCHAR, R. ; ET AL.: *Grundlagen der Wärmeübertragung*. 3 Ausgabe. Goslar : Viola-Jeschar-Verlag, 1990
- [42] JIA, L. W. ; ET AL.: A simulation study on convection and microwave drying of different food products. In: *Drying technology* 21 (2003), Nr. 8, S. 1549–1574

- [43] KAHN-WYLER, A. H.: *Kaltlufttrocknung von pharmazeutischen Präparaten und von gefrorenen Lösungen in der Wirbelschicht*, Universität Basel, Diss., 1987
- [44] KAN, B. ; DE WINTER, F. : Accelerated freeze-drying through improved heat transfer. In: *Food Technology* 22 (1968), S. 67–76
- [45] KAST, W. (Hrsg.): *VDI-Wärmeatlas*. 7 Auflage. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1994 (Druckverlust, L)
- [46] KAST, W. ; KLAN, H. : *VDI-Wärmeatlas*. 7 Auflage. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1994 (Wärmeübergang durch freie Konvektion an umströmten Körpern, Fa)
- [47] KAWASE, Y. ; MOO-YOUNG, M. : Gas-bubble hold-up and axial dispersion coefficient of emulsion phase in fluidized bed. In: *Can. Journ. Chem. Eng.* 65 (1987), Nr. 3, S. 505–507
- [48] KECKE, H. J. ; KLEINSCHMIDT, P. : *Industrie-Rohrleitungsarmaturen*. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1994
- [49] KESSLER, H. G.: Wärme- und Stoffaustausch bei der Gefriertrocknung poriger Güter. In: *Chem. Ing. Technik* 3 (1962), S. 163–171
- [50] KING, C. J. (Hrsg.) ; CLARK, J. P. (Hrsg.): *System for freeze-drying*. US-PS 34 53 741, 1969
- [51] KRISCHER, O. ; KAST, W. : *Trocknungstechnik - erster Band - Die wissenschaftlichen Grundlagen der Trocknungstechnik*. dritte Auflage. Berlin, Heidelberg, New York : Springer Verlag, 1978
- [52] KURZHALS, H. A.: Neue schonende Trocknungsverfahren für Lebensmittel. In: *Lebensmitteltechnik* 4 (1990), S. 164–174
- [53] LEUENBERGER, H. : Spray freeze-drying - the process of choice for low water soluble drugs. In: *Journal of nanoparticle research* 4 (2002), S. 111–119
- [54] LEWIN, L. M. ; MATELES, R. I.: Freeze-drying without vacuum: A preliminary investigation. In: *Food technology* 16 (1962), S. 94–96
- [55] LIAPIS, A. I.: Research and development needs and opportunities in freeze drying. In: *Drying technology* 14 (1996), Nr. 6, S. 1265–1300
- [56] LOMBRANA, J. I. ; VILLARAN, M. C.: Drying rate and shrinkage effect interaction during freeze drying in an adsorbent medium. In: *Journal of chemical engineering of Japan* 29 (1996), Nr. 2, S. 242–250
- [57] LOMBRANA, J. I. ; VILLARAN, M. C.: Interaction of kinetic and quality aspects during freeze drying in an adsorbent medium. In: *Ind. Eng. Chem. Res.* 35 (1996), S. 1967–1975

- [58] LOMBRANA, J. I. ; VILLARAN, M. C.: The influence of pressure and temperature on freeze drying in an adsorbent medium and establishment of drying strategies. In: *Food research international* 30 (1997), Nr. 3/4, S. 213–222
- [59] LUCAS, K. ; LUCKAS, M. : *VDI-Wärmeatlas*. 7 Auflage. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1994 (Stoffwerte und Zustandsgrößen, D)
- [60] MACHNOW, E. : *Modellierung der diskontinuierlichen Wirbelschichttrocknung körniger Güter mit überhitztem Wasserdampf und Heissluft*, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, Diss., 2001
- [61] MALECKI, G. J. ; ET AL.: Atmospheric fluidized bed freeze-drying. In: *Food technology* 24 (1970), S. 93–95
- [62] MARELLA, C. ; SHAH, U. S.: Application of fluidized bed technology in dairy and food industry - A review. In: *Journal of Dairyng, Foods and Home Science* 16 (1997), Nr. 1, S. 1–7
- [63] MARTIN, H. (Hrsg.): *VDI-Wärmeatlas*. 7 Auflage. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1994 (Wärmeübergang in Wirbelschichten, Mf1 - Mf8)
- [64] MATTEO, P. D. ; ET AL.: The role of heat and mass transfer phenomena in atmospheric freeze-drying of foods in a fluidised bed. In: *Journal of food engineering* 59 (2003), S. 267–275
- [65] VAN MEEL, D. A.: Adiabatic convection batch drying with recirculation of air. In: *Chem. Eng. Sci.* 9 (1958), S. 36–44
- [66] MENNET, H.-P. : *Sprühgefriertrocknung bei Atmosphärendruck: Möglichkeiten und Grenzen in der pharmazeutischen Technologie und in der Lebensmitteltechnologien*, Universität Basel, Diss., 1994
- [67] MENSCHUTINA, M. ; ET AL.: Modelling of freeze drying in fluidized bed. In: *Drying 04 A* (2004), S. 680–686
- [68] MERYMANN, H. T.: Sublimation freeze-drying without vacuum. In: *Science* 130 (1959), S. 628–635
- [69] MINK, H. W. ; ET AL.: Rapid freeze-drying by use of the fluidized bed. In: *Chem. Eng. Prog. Symp. Series* 64 (1968), Nr. 86, S. 54–56
- [70] MÖRL, L. : Forschung und Entwicklung auf dem Gebiet der Wirbelschichttrocknung am Wissenschaftsbereich Thermische Apparate- und Umwelttechnik. In: *Chemische Technik* 42 (1990), Nr. 65, S. 185–191
- [71] MUMENTHALER, M. : *Sprühgefriertrocknung bei Atmosphärendruck: Möglichkeiten und Grenzen in der pharmazeutischen Technologie und in der Lebensmitteltechnologien*, Universität Basel, Diss., 1990

- [72] MUMENTHALER, M. ; LEUENBERGER, H. : Atmospheric spray freeze drying - a suitable alternative in freeze-drying technology. In: *International journal of pharmaceuticals* 72 (1991), Nr. 2, S. 97–110
- [73] OETJEN, G. W.: *Advances in freeze-drying/Freeze-drying of food products*. 1.Edition. Paris : Herman, 1966. – 164–175 S
- [74] OETJEN, G. W.: Trends in der Gefriertrocknung. In: *Luft- und Kältetechnik* 1 (2002), S. 36–39
- [75] OETJEN, G. W. ; HASELEY, P. : *Freeze Drying*. 1.Edition. Weinheim : WILEY-VCH Verlag, 2004
- [76] O’MEARA, J. P.: Freeze-drying: With or without vacuum. In: *Food engineering* 35 (1963), Nr. 9, S. 55–56
- [77] PEGLOW, M. : *Beitrag zur Modellbildung von eigenschaftsverteilten dispersen Systemen am Beispiel der Wirbelschicht-Sprühagglomeration*, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, Diss., 2005
- [78] PRESSER, I. : *Inovative online Messverfahren zur Optimierung von Gefriertrocknungsprozessen*, Ludwig-Maximilians-Universität München, Diss., 2003
- [79] RAGHAVAN, V. : Energy aspects of novel techniques for drying biological materials. In: *Drying 2004 B* (2004), S. 1021–1028
- [80] SCHLÜNDER, E. U.: Ein Verfahren zur atmosphärischen Gefriertrocknung ohne Kältemaschine. In: *Chem. Ing. Technik* 9 (2004), S. 1392–1393
- [81] SCHLÜNDER, E.-U. ; TSOTSAS, E. : *Wärmeübertragung in Festbetten, durchmischten Schüttgütern und Wirbelschichten*. erste Auflage. Stuttgart u.a. : Georg Thieme Verlag, 1988
- [82] SEIDEL-MORGENSTERN, A. ; TUCHLENSKI, A. : *Reaktionstechnik-Vorlesungsskript*. 2 Ausgabe. Magdeburg : Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 1998
- [83] SHILTON, N. C. ; NIRANJAN, K. : Fluidization and its applications to food processing. In: *Food structure* 12 (1993), S. 199–215
- [84] SMITHIES, W. R. ; BLACKLEY, T. S.: Design of freeze drying equipment for the dehydration of foodstuffs. In: *Food Technology* 13 (1959), S. 610–614
- [85] STROMMEN, I. ; KRAMMER, K. : New applications of heat pumps in drying processes. In: *Drying technology* 12 (1994), Nr. 4, S. 889–901
- [86] TSOTSAS, E. (Hrsg.): *VDI-Wärmeatlas*. 7 Auflage. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1994 (Wärmeleitung und Dispersion in durchströmten Schüttungen, Mh)

- [87] UHLEMANN, H. ; MÖRL, L. : *Wirbelschicht-Sprühgranulation*. Berlin Heidelberg New York : Springer, 2000
- [88] VAUCK, W. R. A. ; MÜLLER, H. A.: *Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik*. 11 Auflage. Stuttgart : DVG, 2000
- [89] WALCHER, W. (Hrsg.): *Praktikum der Physik*. Stuttgart : B. G. Teubner, 1989
- [90] WATZL, B. : Sulfide. In: *Ernährungs-Umschau* 49 (2002), Nr. 12, S. 493–496
- [91] WATZL, B. ; LEITZMANN., C. : *Bioaktive Substanzen in Lebensmitteln*. Stuttgart : Hippokratesverlag, 1999
- [92] WOLFF, E. ; ET AL.: Atmospheric freeze drying design and energy consideration. In: *Drying* 86 1 (1986), S. 432–436
- [93] WOLFF, E. ; GIBERT, H. : Atmospheric freeze-drying part 1: Design, experimental investigation and energy-saving advantages. In: *Drying Technology* 8 (1990), Nr. 2, S. 385–404
- [94] WOLFF, E. ; GIBERT, H. : Atmospheric freeze-drying part 2: Modelling Drying Kinetics using Adsorption Isotherms. In: *Drying Technology* 8 (1990), Nr. 2, S. 405–428
- [95] WOODWARD, H. T.: Freeze-drying without vacuum. In: *Food engineering* 35 (1963), Nr. 6, S. 96–97
- [96] ZIEMBA, J. V.: Now-drying without heat. In: *Food engineering* 34 (1962), Nr. 7, S. 84–85